

Този документ е средство за документиране и не обвързва институциите

► **B**

РЕГЛАМЕНТ (ЕИО) № 2676/90 НА КОМИСИЯТА
от 17 септември 1990 година
относно определяне на методи на Общността за анализ на вината
 (ОВ L 272, 3.10.1990 г., стр. 1)

Изменен с

		Официален вестник		
		№	страница	дата
► <u>M1</u>	Commission Regulation (EEC) No 2348/91 of 29 July 1991 (*)	L 214	39	2.8.1991
► <u>M2</u>	изменен с Commission Regulation (EC) No 1932/97 of 3 October 1997 (*)	L 272	10	4.10.1997
► <u>M3</u>	Commission Regulation (EEC) No 2645/92 of 11 September 1992 (*)	L 266	10	12.9.1992
► <u>M4</u>	Commission Regulation (EC) No 60/95 of 16 January 1995 (*)	L 11	19	17.1.1995
► <u>M5</u>	Регламент (ЕО) № 69/96 на Комисията от 18 януари 1996 година	L 14	13	19.1.1996
► <u>M6</u>	Регламент (ЕО) № 822/97 на Комисията от 6 май 1997 година	L 117	10	7.5.1997
► <u>M7</u>	Регламент (ЕО) № 761/1999 на Комисията от 12 април 1999 година	L 99	4	14.4.1999
► <u>M8</u>	Регламент (ЕО) № 1622/2000 на Комисията от 24 юли 2000 година	L 194	1	31.7.2000
► <u>M9</u>	изменен с Commission Regulation (EC) No 1609/2001 of 6 August 2001 (*)	L 212	9	7.8.2001
► <u>M10</u>	Регламент (ЕО) № 440/2003 на Комисията от 10 март 2003 година	L 66	15	11.3.2003
► <u>M11</u>	Регламент (ЕО) № 128/2004 на Комисията от 23 януари 2004 година	L 19	3	27.1.2004
► <u>M12</u>	Регламент (ЕО) № 355/2005 на Комисията от 28 февруари 2005 година	L 56	3	2.3.2005
► <u>M13</u>	Регламент (ЕО) № 1293/2005 на Комисията от 5 август 2005 година	L 205	12	6.8.2005

(*) Настоящият акт никога не е публикуван на български език

**РЕГЛАМЕНТ (ЕИО) № 2676/90 НА КОМИСИЯТА****от 17 септември 1990 година****относно определяне на методи на Общността за анализ на вината**

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската икономическа общност,

като взе предвид Регламент (ЕИО) № 822/87 на Съвета от 16 март 1987 г. относно общата организация на пазара на вино ⁽¹⁾, последно изменен с Регламент (ЕИО) 1325/90 ⁽²⁾, и по-специално член 74 от него,

като има предвид, че член 74, параграф 1 от Регламент (ЕИО) № 822/87 предписва приемането на методи за анализ с цел установяване на състава на продуктите, изброени в член 1 от този регламент, а също така и на правила за проверка дали тези продукти са били подложени на обработка в разрез с разрешените енологични практики;

като има предвид, че дотолкова доколкото Общността все още не е определила максимални нива за веществата, чието присъствие показва използването на определени енологични практики, и не е приела все още таблици за сравнение на данните от анализа, налице са основателни причини да се разреши на държавите-членки да определят тези максимални нива;

като има предвид, че член 13, параграф 1 от Регламент (ЕИО) № 822/87 предвижда провеждането на аналитично изпитване на проби, което включва поне оценка на изброените в приложението към него въпросни характеристики на качествените вина, произведени в определен район;

като има предвид, че подробната проверка на документите, засягащи въпросните продукти, налага въвеждането на единни методи за анализ, за да се осигури получаването на точни и сравними данни; като има предвид, следователно, че тези методи следва да бъдат задължителни за всички търговски сделки и за всички процедури, свързани с проверките; като има предвид, обаче, че с оглед ограничените търговски възможности следва да се разреши прилагането на ограничен брой стандартни процедури, за да могат необходимите фактори да бъдат бързо и точно определени;

като има предвид, че доколкото е възможно общопризнати методи, като тези, разработени съгласно Международната конвенция за уеднаквяване на методите за анализ и оценка на вината от 1954 г., публикувани в „*Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins*“ (Сборник с международните методи за анализ на вината) от Международната организация по лозята и виното, може да бъде полезно да се запазят;като има предвид, че Регламент (ЕИО) № 1108/82 ⁽³⁾ на Комисията определя методите на Общността за анализ на виното; като има предвид, че постигнатият научен напредък поставя необходимостта от подмяна на определени от методите с някои, които са по-подходящи, преработването на други и въвеждането на нови методи, по-специално на онези, одобрени от Международната организация по лозята и виното след приемането на посочения по-горе регламент; като има предвид, че поради многобройните промени и тяхната сложност всички методи за анализ следва да бъдат обединени в един нов регламент, а Регламент (ЕИО) № 1108/82 следва да бъде отменен,

⁽¹⁾ ОВ L 84, 27.3.1987 г., стр. 1.

⁽²⁾ ОВ L 132, 23.5.1990 г., стр. 19.

⁽³⁾ ОВ L 133, 14.5.1982 г., стр. 1.

▼B

като има предвид, че с цел да се осигури съпоставимост на резултатите, получени при прилагането на методите за анализ, посочени в член 74 от Регламент (ЕИО) № 822/87, е необходимо позоваване на дефинициите, установени от Международната организация по лозята и виното, отнасящи се до точността, повторемостта и възпроизводимостта на тези резултати,

като има предвид, че с оглед признаването на научните постижения, от една страна, и техническото оборудване на официалните лаборатории, от друга, както и с цел да се повиши ефективността и рентабилността на тези лаборатории, е основателно да се разреши прилагането на автоматизирани методи за анализ при определени условия; като има предвид, че е важно да се уточни, че при възникване на спор автоматизираните методи не могат да заменят референтите методи и обичайните методи,

като има предвид, че резултатите от автоматизирания метод за измерване на плътността, който се основава на принципа на честотния осцилатор, са поне толкова надеждни по отношение на тяхната точност, повторемост и възпроизводимост, колкото резултатите, получени при прилагането на методите, изброени в раздел 1 от приложението към настоящия регламент за измерване на плътността и относителната плътност; като има предвид, че по силата на член 74, параграф 3 от Регламент (ЕИО) № 822/87 този автоматизиран метод се признава за еквивалентен на посочените методи, описани в приложението към настоящия регламент,

като има предвид, че процедурата, описана в глава 25, точка 2.2.3.3.2 от приложението за анализ на общото съдържание на серен двуокис във вина и гроздова мъст в предполагаемо количество, по-малко от 50 mg/l, води до подобрена екстракция на това вещество при съпоставяне с методите, описани в глава 13, точка 13.4 от приложението към Регламент (ЕИО) № 1108/82; като има предвид, че резултатът е по-високо общо съдържание на серен двуокис в изследваните продукти, което може да надвиши особено за някои видове гроздов сок допустимите максимални стойности; като има предвид, че с цел преодоляване на трудностите при продажбата на вече произведен гроздов сок към момента на влизането в сила на настоящия регламент и до адаптирането на производствения процес за получаване на по-пълна десулфитация на гроздовата мъст чрез ферментация, преустановена с добавянето на алкохол, описаната в посочения по-горе регламент процедура следва да продължи да се прилага за определен преходен период,

като има предвид, че предвидените в настоящия регламент мерки са в съответствие със становището на Управителния комитет по виното,

ПРИЕ НАСТОЯЩИЯ РЕГЛАМЕНТ:

Член 1

1. Методите на Общността за анализ на виното, които позволяват по отношение на търговските сделки и на всички операции по контрола да се:

— установи съставът на продуктите, изброени в член 1 от Регламент (ЕИО) № 822/87,

— провери дали тези продукти са били подложени на обработка, противоречаща на разрешените енологични практики,

са методите, определени в приложението към настоящия регламент.

2. За веществата, за които има предписани референтни и обичайни методи, са предимство имат резултатите, получени при използването на референтните методи.

▼B*Член 2*

По смисъла на настоящия регламент:

- а) повторяемостта е стойността, под която с определена вероятност може да се очаква, че попада абсолютната разлика между два единични резултата от изпитването, получени от идентични изследвани вещества, при еднакви условия (същия оператор, същата апаратура, същата лаборатория и при кратки интервали от време);
- б) възпроизводимостта е стойността, под която с определена вероятност може да се очаква, че попада абсолютната разлика между два единични резултата от изпитването, получени от идентични изследвани вещества, при различни условия (различни оператори, различна апаратура и/или различни лаборатории и/или в различно време).

Терминът „единичен резултат от изпитването“ е стойността, получена при пълното и еднократно прилагане на използвания метод за изследване върху единична проба.

Освен ако не е предвидено друго, вероятността е 95 %.

Член 3

1. Автоматизирани методи за анализ се приемат, в рамките на отговорностите на директора на дадена лаборатория, при условие че точността, повторяемостта и възпроизводимостта на резултатите са поне еквивалентни на онези от резултатите, получени при методите за анализ, посочени в приложението.

При възникване на спор методите, посочени в приложението не могат да заменят с автоматизирани методи.

▼M12**▼B***Член 4*

Когато се прави позоваване на вода за разтвор, разреждане или миене, това означава дестилирана вода или деминарализирана вода със същата чистота. Всички химически реагенти са с аналитично качество, освен ако не е предвидено друго.

Член 5

Регламент (ЕИО) № 1108/82 се отменя.

Въпреки това член 1, параграф 4 продължава да се прилага до 31 декември 1990 г.

Член 6

Настоящият регламент влиза в сила в деня на публикуването му в *Официален вестник на Европейските общности*.

Прилага се от 1 октомври 1990 г.

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



ПРИЛОЖЕНИЕ

1. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ПЛЪТНОСТТА И ОТНОСИТЕЛНАТА ПЛЪТНОСТ ПРИ ТЕМПЕРАТУРА 20 °C

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Плътността е масата на единица обем вино или мъст при температура 20 °C. Тя се изразява в грамове на милилитър и се обозначава със символа $\rho_{20\text{ °C}}$.

Относителната плътност при температура 20 °C (или относителната плътност 20 °C/20 °C) е отношението на масата на определен обем вино или мъст при температура 20 °C към масата на същия обем вода при същата температура, изразено като десетично число. Обозначава се със символа $d_{20\text{ °C}}^{20\text{ °C}}$.

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Плътността и относителната плътност при температура 20 °C се измерват за проба за анализ чрез:

— пикнометър — референтен метод,

— ареометрия с използване на хидростатични везни — обикновени методи.

Забележка:

За много точно измерване плътността трябва да бъде коригирана с отчитане ефекта на серния диоксид, като за целта се използва следната формула:

$$\rho_{20\text{ °C}} = \rho'_{20\text{ °C}} - 0,0006 \times S$$

където $\rho_{20\text{ °C}}$ = коригирана плътност

$\rho'_{20\text{ °C}}$ = наблюдавана плътност

S = общо количество серен диоксид в грамове на литър (g/l).

3. ПРЕДВАРИТЕЛНА ОБРАБОТКА НА ПРОБАТА

Ако виното или мъстта съдържа значителни количества въглероден диоксид, по-голямата част от него се отстранява чрез разбъркване на 250 ml от пробата в колба от 1000 ml или чрез филтриране под вакуум с 2 g памучна вата, поставена в тръба-удължител.

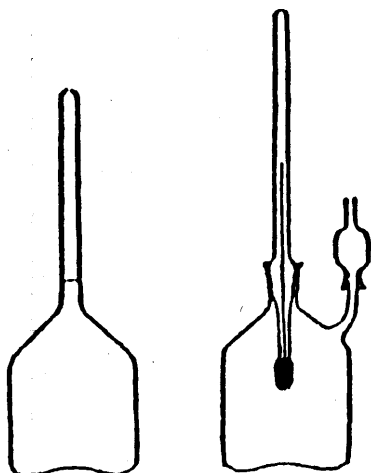
4. РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД

4.1. Апаратура:

Обикновено лабораторно оборудване и по-специално:

- 4.1.1. Пикнометър Рутех ⁽¹⁾ с вместимост приблизително 100 ml, с подвижен термометър, прикрепен чрез съединителен елемент от шлифовано стъкло, калибриран в десети от градуса в интервала от 10 °C до 30 °C (фигура 1). Термометърът трябва да бъде стандартизиран.

⁽¹⁾ Може да се използва всеки вид пикнометър с еквивалентни характеристики.

▼ B

Фигура 1

Пикнометърът и неговият тариран флакон

Пикнометърът има странична тръба с дължина 25 mm и максимален вътрешен диаметър 1 mm, завършваща с коничен шлифован съединителен елемент. На нея може да бъде поставена резервоарна пробка, състояща се от конична тръба със съединителен елемент от шлифовано стъкло и завършваща с изтеглена навън част. Пробката служи за разширителна камера.

Двете съединения от шлифовано стъкло към апарата следва да бъдат изработени много прецизно.

- 4.1.2. Таририят флакон се състои от съд със същия външен обем (с точност до 1 ml) като този на пикнометъра и е с маса, равна на масата на пикнометъра, напълнен с течност с относително тегло 1,01 (разтвор на натриев хлорид 2,0 % (m/v)).

Термоизолиран съд, който съответства точно на корпуса на пикнометъра.

- 4.1.3. Двублюдна везна с обхват поне 300 g и с чувствителност 0,1 mg или

везни с едно блюдо с обхват най-малко 200 g и с чувствителност 0,1 mg.

4.2. Калибриране на пикнометъра

Калибрирането на пикнометъра включва определяне на:

- тарата на празния пикнометър,
- обема на пикнометъра при температура 20 °C,
- масата на запълнения с вода пикнометър при температура 20 °C.

4.2.1. Метод с използване на двублюдна везна

Таририят флакон се поставя върху лявото блюдо на везните, а чистият и сух пикнометър с прикрепената резервоарна пробка — върху дясното блюдо. Към блюдото, в което се намира пикнометърът, се добавят тежести до постигане на равновесие. Записва се теглото p в грама.

Пикнометърът с дестилирана вода с температура на околната среда се напълва и се поставя термометърът; пикнометърът се избърсва до сухо и се поставя в термично изолирания съд. Съдържанието му се разбърква чрез обръщане на съда, докато температурните показания на термометъра не станат постоянни. Наглася се точно нивото на горния ръб на страничната тръба. Страничната тръба се подсушава и се поставя резервоарната пробка; отчита се температурата t °C и ако е необходимо, се коригира температурната скала. Запълненият с вода пикнометър се претегля по отношение на тарата и се записва теглото p' (в грамове).

▼ B

Изчисление ⁽¹⁾:

Тариране на празния пикнометър:

Тарата на празния пикнометър е: $p + m$,

където m = маса на съдържащия се в пикнометъра въздух;

$$m = 0,0012 (p - p').$$

Обем при температура 20 °C:

$$V_{20\text{ °C}} = (p + m - p') \cdot F_t$$

където F_t = е коефициент, който се взема от таблица I за температура t °C.

$V_{20\text{ °C}}$ трябва да се знае с точност до $\pm 0,001$ ml.

Маса на водата при температура 20 °C:

$$M_{20\text{ °C}} = 0,998203 V_{20\text{ °C}},$$

където 0,998203 е плътността на водата при температура 20 °C.

4.2.2. *Метод с използване на везни с едно блюдо*

Определяне на:

— масата на чистия и сух пикнометър — P ,

— масата на запълнения с вода пикнометър при температура t °C, следвайки процедурата, описана в точка 4.2.1 — P_1 ,

— масата на тариания флакон — T_0 .

Изчисление ⁽¹⁾:

Тариране на празния пикнометър:

Тарата на празния пикнометър: $P - m$, където:

m = е масата на съдържащия се в пикнометъра въздух;

$$m = 0,0012 (P_1 - P).$$

Обем при температура 20 °C:

$$V_{20\text{ °C}} = [P_1 - (P - m)] \times F_t,$$

където F_t = е коефициент, който се взема от таблица I за температура t °C.

Обемът при температура 20 °C трябва да се знае с точност до $\pm 0,001$ ml.

Маса на водата при температура 20 °C:

$$M_{20\text{ °C}} = 0,998203 V_{20\text{ °C}},$$

където 0,998203 е плътността на водата при температура 20 °C.

4.3. **Метод на измерване** ⁽¹⁾

4.3.1. *Метод с използване на двублюдна везна*

Пикнометърът се напълва с тест-пробата съгласно процедурата, описана в точка 4.2.1.

p'' е теглото в грамове, необходимо за постигане на равновесие при температура t °C.

Масата на съдържащата се в пикнометъра течност е $p + m - p''$.

Измерена плътност при температура t °C:

$$\rho_{t\text{ °C}} = \frac{sp + m - p''}{V_{20\text{ °C}}}$$

⁽¹⁾ Числен пример е даден в точка б от този раздел.

▼B

Плътноста при температура 20 °C се изчислява, като се използват дадените коригиращи таблици в съответствие с вида на измерваната течност, както следва: сухо вино (таблица II), естествена или концентрирана мъст (таблица III), сладко вино (таблица IV).

Относителната плътност на виното при температура 20 °C/20 °C се изчислява, като плътността на виното при температура 20 °C се раздели на 0,998203.

4.3.2. *Метод с използване на везни с едно блюдо* (6)

Тарираният флакон се претегля и се приема, че масата му е равна на T .

dT се изчислява по формулата: $dT = T_1 - T_0$.

Масата на празния пикнометър по време на измерването е $P - m + dT$.

Пикнометърът с подготвената за анализ проба се претегля съгласно точка 4.2.1. Неговата маса при температура t °C е P_2 .

Масата на съдържащата се в пикнометъра течност при температура t °C е равна на $P_2 - (P - m + dT)$.

Измерената плътност при температура t °C:

$$\rho_{t\text{ °C}} = \frac{P_2 - (P - m + dT)}{V_{20\text{ °C}}}$$

Плътноста на изследваната течност (сухо вино, мъст-естествена или концентрирана, сладко вино) при температура 20 °C се изчислява, както е описано в точка 4.3.1.

Относителната плътност при температура 20 °C/20 °C се изчислява, като плътността при температура 20 °C се раздели на 0,998203.

4.3.3. Повторяемост на измерванията за плътност:

за сухи и полусладки вина: $r = 0,00010$;

за сладки вина: $r = 0,00018$.

4.3.4. Възпроизводимост на измерванията за плътност:

за сухи и полусладки вина: $R = 0,00037$;

за сладки вина: $R = 0,00045$.

▼M8**▼B**

6. ПРИМЕР ЗА ИЗЧИСЛЯВАНЕ НА ПЛЪТНОСТТА ПРИ ТЕМПЕРАТУРА 20 °C И ОТНОСИТЕЛНАТА ПЛЪТНОСТ 20 °C/20° (РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД)

6.1. Пикнометрия с използване на двублюдни везни

6.1.1. Калибриране на пикнометъра

1. Претегляне на чистия и сух пикнометър:

тарата = пикнометър + p ;

p = 104,9454 g.

2. Претегляне на пълен с вода пикнометър при t °C:

тарата = пикнометър + вода + p'

p' = 1,2396 g, при $t = 20,5$ °C.

3. Изчисляване масата на съдържащия се в пикнометъра въздух:

m = 0,0012 ($p - p'$)

m = 0,0012 (104,9454 – 1,2396)

▼ В

$$m = 0,1244 \text{ g.}$$

4. Специфични стойности, които подлежат на запазване:

тарата на празния пикнометър, $p + m$:

$$p + m = 104,9454 + 0,1244$$

$$p + m = 105,0698 \text{ g}$$

обемът при температура $20\text{ }^{\circ}\text{C} = (p + m - p') \cdot F_{t\text{ }^{\circ}\text{C}}$

$$F_{20,5\text{ }^{\circ}\text{C}} = 1,001900$$

$$V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = (105,0698 - 1,2396) \times 1,001900$$

$$V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 104,0275 \text{ ml.}$$

масата на водата при температура $20\text{ }^{\circ}\text{C}$:

$$M_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} \cdot 0,998203$$

$$M_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 103,8405 \text{ g.}$$

- 6.1.2. *Определяне на плътността и относителната плътност при температура $20\text{ }^{\circ}\text{C}/20\text{ }^{\circ}\text{C}$ на сухо вино:*

$$\rho'' = 1,2622 \text{ at } 17,80\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\rho_{17,80\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{105,0698 - 1,2622}{104,0275}$$

$$\rho_{17,80\text{ }^{\circ}\text{C}} = 0,99788 \text{ g/ml}$$

Таблица II позволява да се изчисли $\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}}$ от $\rho_{t\text{ }^{\circ}\text{C}}$, като се използва следната зависимост:

$$\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = \rho_{t\text{ }^{\circ}\text{C}} \pm \frac{c}{1000}$$

За $t = 17,80\text{ }^{\circ}\text{C}$ и съдържание на алкохол от 11 об.‰: $c = 0,54$.

$$\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 0,99788 - \frac{0,54}{1000}$$

$$\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 0,99734 \text{ g/ml}$$

$$d_{20\text{ }^{\circ}\text{C}}^{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{0,99734}{0,998203} = 0,99913$$

6.2. Пикнометрия с използване на везни с едно блюдо

- 6.2.1. *Калибриране на пикнометъра:*

1. Тегло на чистия и сух пикнометър:

$$P = 67,7913 \text{ g}$$

2. Тегло на пълния с вода пикнометър при температура $t\text{ }^{\circ}\text{C}$:

$$P_1 = 169,2715, \text{ при температура } 21,65\text{ }^{\circ}\text{C}$$

3. Маса на съдържащия се в пикнометъра въздух:

$$m = 0,0012 (P_1 - P)$$

$$m = 0,0012 \cdot 101,4802$$

$$m = 0,1218 \text{ g}$$

4. Характерни стойности, подлежащи на запазване:

тарата на празния пикнометър, $P - m$:

$$P - m = 67,7913 - 0,1218$$

$$P - m = 67,6695 \text{ g}$$

обемът при температура $20\text{ }^{\circ}\text{C} = [P_1 - (P - m)] F_{t\text{ }^{\circ}\text{C}}$

$$F_{21,65\text{ }^{\circ}\text{C}} = 1,002140$$

▼B

$$V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 1,002140 (169,2715 - 67,6695)$$

$$V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 101,8194 \text{ ml}$$

масата на водата при температура 20 °C:

$$M_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} \times 0,998203$$

$$M_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 101,6364 \text{ g}$$

масата на тарирания флакон T_0 :

$$T_0 = 171,9160 \text{ g}$$

6.2.2. *Определяне на плътността и на относителната плътност при температура 20 °C на сухо вино:*

$$T_1 = 171,9178 \text{ g}$$

$$dT = 171,9178 - 171,9160 = 0,0018 \text{ g}$$

$$P - m + dT = 67,6695 + 0,0018 = 67,6713 \text{ g}$$

$$P_2 = 169,2799 \text{ при температура } 18\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\rho_{18\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{169,2799 - 67,6713}{101,8194}$$

$$\rho_{18\text{ }^{\circ}\text{C}} = 0,99793 \text{ g/ml}$$

Таблица II позволява да се изчисли $\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}}$ от $\rho_t\text{ }^{\circ}\text{C}$, като се използва следната зависимост:

$$\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = \rho_t\text{ }^{\circ}\text{C} \pm \frac{c}{1000}$$

За $t = 18\text{ }^{\circ}\text{C}$ и алкохолно съдържание от 11 об.‰: $c = 0,49$.

$$\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 0,99793 - \frac{0,49}{1000}$$

$$\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 0,99744 \text{ g/ml}$$

$$d_{20\text{ }^{\circ}\text{C}}^{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{0,99744}{0,998203} = 0,99923$$



ТАБЛИЦА I

Коефициент F , с който се умножава масата на водата в пикнометър от стъкло Ругех, измерена при t °C, за да се изчисли обемът на пикнометъра при температура 20 °C

t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F	t °C	F
10,0	1,000398	13,0	1,000691	16,0	1,001097	19,0	1,001608	22,0	1,002215	25,0	1,002916	28,0	1,003704
,1	1,000406	,1	1,000703	,1	1,001113	,1	1,001627	,1	1,002238	,1	1,002941	,1	1,003731
,2	1,000414	,2	1,000714	,2	1,001128	,2	1,001646	,2	1,002260	,2	1,002966	,2	1,003759
,3	1,000422	,3	1,000726	,3	1,001144	,3	1,001665	,3	1,002282	,3	1,002990	,3	1,003787
,4	1,000430	,4	1,000738	,4	1,001159	,4	1,001684	,4	1,002304	,4	1,003015	,4	1,003815
10,5	1,000439	13,5	1,000752	16,5	1,001175	19,5	1,001703	22,5	1,002326	25,5	1,003041	28,5	1,003843
,6	1,000447	,6	1,000764	,6	1,001191	,6	1,001722	,6	1,002349	,6	1,003066	,6	1,003871
,7	1,000456	,7	1,000777	,7	1,001207	,7	1,001741	,7	1,002372	,7	1,003092	,7	1,003899
,8	1,000465	,8	1,000789	,8	1,001223	,8	1,001761	,8	1,002394	,8	1,003117	,8	1,003928
,9	1,000474	,9	1,000803	,9	1,001239	,9	1,001780	,9	1,002417	,9	1,003143	,9	1,003956
11,0	1,000483	14,0	1,000816	17,0	1,001257	20,0	1,001800	23,0	1,002439	26,0	1,003168	29,0	1,003984
,1	1,000492	,1	1,000829	,1	1,001273	,1	1,001819	,1	1,002462	,1	1,003194	,1	
,2	1,000501	,2	1,000842	,2	1,001290	,2	1,001839	,2	1,002485	,2	1,003222	,2	1,004042
,3	1,000511	,3	1,000855	,3	1,001306	,3	1,001859	,3	1,002508	,3	1,003247	,3	1,004071
,4	1,000520	,4	1,000868	,4	1,001323	,4	1,001880	,4	1,002531	,4	1,003273	,4	1,004099
11,5	1,000530	14,5	1,000882	17,5	1,001340	20,5	1,001900	23,5	1,002555	26,5	1,003299	29,5	1,004128
,6	1,000540	,6	1,000895	,6	1,001357	,6	1,001920	,6	1,002578	,6	1,003326	,6	1,004158
,7	1,000550	,7	1,000909	,7	1,001374	,7	1,001941	,7	1,002602	,7	1,003352	,7	1,004187
,8	1,000560	,8	1,000923	,8	1,001391	,8	1,001961	,8	1,002625	,8	1,003379	,8	1,004216
,9	1,000570	,9	1,000937	,9	1,001409	,9	1,001982	,9	1,002649	,9	1,003405	,9	1,004245
12,0	1,000580	15,0	1,000951	18,0	1,001427	21,0	1,002002	24,0	1,002672	27,0	1,003432	30,0	1,004275
,1	1,000591	,1	1,000965	,1	1,001445	,1	1,002023	,1	1,002696	,1	1,003458		
,2	1,000601	,2	1,000979	,2	1,001462	,2	1,002044	,2	1,002720	,2	1,003485		
,3	1,000612	,3	1,000993	,3	1,001480	,3	1,002065	,3	1,002745	,3	1,003513		
,4		,4	1,001008	,4	1,001498	,4	1,002086	,4	1,002769	,4	1,003540		
12,5	1,000634	15,5	1,001022	18,5	1,001516	21,5	1,002107	24,5	1,002793	27,5	1,003567		
,6	1,000645	,6	1,001037	,6	1,001534	,6	1,002129	,6	1,002817	,6	1,003594		
,7	1,000656	,7	1,001052	,7	1,001552	,7	1,002151	,7	1,002842	,7	1,003621		
,8	1,000668	,8	1,001067	,8	1,001570	,8	1,002172	,8	1,002866	,8	1,003649		
,9	1,000679	,9	1,001082	,9	1,001589	,9	1,002194	,9	1,002891	,9	1,003676		

ТАБЛИЦА II

Температурна корекция (с) на плътността на сухо вино и обезалкохолено вино, измерена в пикнометър от стъкло Рухе при t °С, за да отнесе резултатът към температура 20 °С

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000} \quad \begin{array}{l} c \quad - \text{ ако } t \text{ } ^\circ\text{C е по-ниска от } 20 \text{ } ^\circ\text{C} \\ \quad \quad \quad + \text{ ако } t \text{ } ^\circ\text{C е по-висока от } 20 \text{ } ^\circ\text{C} \end{array}$$

Температура °С	Алкохолно съдържание в об. %																												
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	
10	1,59	1,64	1,67	1,71	1,77	1,84	1,91	2,01	2,11	2,22	2,34	2,46	2,60	2,73	2,88	3,03	3,19	3,35	3,52	3,70	3,87	4,06	4,25	4,44	4,63	4,82	5,01	5,20	5,39
11	1,48	1,53	1,56	1,60	1,64	1,70	1,77	1,86	1,95	2,05	2,16	2,27	2,38	2,51	2,63	2,77	2,91	3,06	3,21	3,36	3,53	3,69	3,86	4,03	4,21	4,39	4,57	4,75	4,93
12	1,36	1,40	1,43	1,46	1,50	1,56	1,62	1,69	1,78	1,86	1,96	2,05	2,16	2,27	2,38	2,50	2,62	2,75	2,88	3,02	3,16	3,31	3,46	3,61	3,76	3,91	4,06	4,21	4,36
13	1,22	1,26	1,28	1,32	1,35	1,40	1,45	1,52	1,59	1,67	1,75	1,83	1,92	2,01	2,11	2,22	2,32	2,44	2,55	2,67	2,79	2,92	3,05	3,18	3,32	3,45	3,58	3,71	3,84
14	1,08	1,11	1,13	1,16	1,19	1,23	1,27	1,33	1,39	1,46	1,52	1,60	1,67	1,75	1,84	1,93	2,03	2,11	2,21	2,31	2,42	2,52	2,63	2,74	2,85	2,96	3,07	3,17	3,28
15	0,92	0,96	0,97	0,99	1,02	1,05	1,09	1,13	1,19	1,24	1,30	1,36	1,42	1,48	1,55	1,63	1,70	1,78	1,86	1,95	2,03	2,12	2,21	2,30	2,39	2,48	2,57	2,66	2,74
16	0,76	0,79	0,80	0,81	0,84	0,86	0,89	0,93	0,97	1,01	1,06	1,10	1,16	1,21	1,26	1,32	1,38	1,44	1,51	1,57	1,64	1,71	1,78	1,85	1,92	2,00	2,08	2,16	2,23
17	0,59	0,61	0,62	0,63	0,65	0,67	0,69	0,72	0,75	0,78	0,81	0,85	0,88	0,95	0,96	1,01	1,05	1,11	1,15	1,20	1,25	1,30	1,35	1,40	1,45	1,50	1,55	1,60	1,65
18	0,40	0,42	0,42	0,43	0,44	0,46	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57	0,60	0,63	0,65	0,68	0,71	0,74	0,77	0,81	0,84	0,87	0,91	0,94	0,98	1,01	1,04	1,07	1,10
19	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,33	0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,42	0,44	0,46	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57
20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,38	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58
21																													
22	0,44	0,45	0,46	0,47	0,48	0,49	0,51	0,52	0,54	0,56	0,59	0,61	0,63	0,66	0,69	0,71	0,74	0,77	0,80	0,83	0,87	0,90	0,93	0,97	1,00	1,04	1,07	1,10	1,13
23	0,68	0,70	0,71	0,72	0,74	0,76	0,78	0,80	0,83	0,86	0,90	0,93	0,96	1,00	1,03	1,08	1,13	1,17	1,22	1,26	1,31	1,37	1,41	1,46	1,51	1,56	1,61	1,66	1,71
24	0,93	0,96	0,97	0,99	1,01	1,03	1,06	1,10	1,13	1,18	1,22	1,26	1,31	1,36	1,41	1,47	1,52	1,58	1,64	1,71	1,77	1,84	1,90	1,97	2,04	2,11	2,18	2,25	2,32
25	1,19	1,23	1,25	1,27	1,29	1,32	1,36	1,40	1,45	1,50	1,55	1,61	1,67	1,73	1,80	1,86	1,93	2,00	2,08	2,16	2,24	2,32	2,40	2,48	2,56	2,64	2,72	2,80	2,88
26	1,47	1,51	1,53	1,56	1,59	1,62	1,67	1,72	1,77	1,83	1,90	1,96	2,03	2,11	2,19	2,27	2,35	2,44	2,53	2,62	2,72	2,81	2,91	3,01	3,11	3,21	3,31	3,41	3,51
27	1,75	1,80	1,82	1,85	1,89	1,93	1,98	2,04	2,11	2,18	2,25	2,33	2,41	2,50	2,59	2,68	2,78	2,88	2,98	3,09	3,20	3,31	3,42	3,53	3,64	3,75	3,86	3,97	4,08
28	2,04	2,10	2,13	2,16	2,20	2,25	2,31	2,38	2,45	2,53	2,62	2,70	2,80	2,89	3,00	3,10	3,21	3,32	3,45	3,57	3,69	3,82	3,94	4,07	4,20	4,33	4,46	4,59	4,72
29	2,34	2,41	2,44	2,48	2,53	2,58	2,65	2,72	2,81	2,89	2,99	3,09	3,19	3,30	3,42	3,53	3,65	3,78	3,92	4,05	4,19	4,33	4,47	4,61	4,75	4,89	5,03	5,17	5,31
30	2,66	2,73	2,77	2,81	2,86	2,92	3,00	3,08	3,17	3,27	3,37	3,48	3,59	3,72	3,84	3,97	4,11	4,25	4,40	4,55	4,70	4,85	4,99	5,14	5,29	5,44	5,59	5,74	5,89

Забележка: Тази таблица може да бъде използвана за преизчисляване на относителната плътност d_{20}^{20} .



ТАБЛИЦА Ш

Температурна корекция (с) на плътността на естествена и концентрирана мът, измерена с пикнометър от стъкло Рухе при t °C, за съотнасяне на получения резултат към температура 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

– ако t °C е по-ниска от 20 °C
+ ако t °C е по-висока от 20 °C

Температура °C	Плътност																					
	1,05	1,06	1,07	1,08	1,09	1,10	1,11	1,12	1,13	1,14	1,15	1,16	1,18	1,20	1,22	1,24	1,26	1,28	1,30	1,32	1,34	1,36
10°	2,31	2,48	2,66	2,82	2,99	3,13	3,30	3,44	3,59	3,73	3,88	4,01	4,28	4,52	4,76	4,98	5,18	5,42	5,56	5,73	5,90	6,05
11°	2,12	2,28	2,42	2,57	2,72	2,86	2,99	3,12	3,25	3,37	3,50	3,62	3,85	4,08	4,29	4,48	4,67	4,84	5,00	5,16	5,31	5,45
12°	1,92	2,06	2,19	2,32	2,45	2,58	2,70	2,82	2,94	3,04	3,15	3,26	3,47	3,67	3,85	4,03	4,20	4,36	4,51	4,65	4,78	4,91
13°	1,72	1,84	1,95	2,06	2,17	2,27	2,38	2,48	2,58	2,69	2,78	2,88	3,05	3,22	3,39	3,55	3,65	3,84	3,98	4,11	4,24	4,36
14°	1,52	1,62	1,72	1,81	1,90	2,00	2,09	2,17	2,26	2,34	2,43	2,51	2,66	2,82	2,96	3,09	3,22	3,34	3,45	3,56	3,67	3,76
15°	1,28	1,36	1,44	1,52	1,60	1,67	1,75	1,82	1,89	1,96	2,04	2,11	2,24	2,36	2,48	2,59	2,69	2,79	2,88	2,97	3,03	3,10
16°	1,05	1,12	1,18	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,55	1,60	1,66	1,71	1,81	1,90	2,00	2,08	2,16	2,24	2,30	2,37	2,43	2,49
17°	0,80	0,86	0,90	0,95	1,00	1,04	1,09	1,13	1,18	1,22	1,26	1,30	1,37	1,44	1,51	1,57	1,62	1,68	1,72	1,76	1,80	1,84
18°	0,56	0,59	0,62	0,66	0,68	0,72	0,75	0,77	0,80	0,83	0,85	0,88	0,93	0,98	1,02	1,05	1,09	1,12	1,16	1,19	1,21	1,24
19°	0,29	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,57	0,59	0,60	0,61	0,62
20°	0,29	0,30	0,32	0,34	0,35	0,37	0,38	0,40	0,41	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,53	0,56	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,62
21°																						
22°	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,73	0,76	0,79	0,81	0,84	0,87	0,90	0,96	1,00	1,05	1,09	1,12	1,15	1,18	1,20	1,22	1,23
23°	0,89	0,94	0,99	1,03	1,08	1,12	1,16	1,20	1,25	1,29	1,33	1,37	1,44	1,51	1,57	1,63	1,67	1,73	1,77	1,80	1,82	1,84
24°	1,20	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,54	1,60	1,66	1,71	1,77	1,82	1,92	2,01	2,10	2,17	2,24	2,30	2,36	2,40	2,42	2,44
25°	1,51	1,59	1,66	1,74	1,81	1,88	1,95	2,02	2,09	2,16	2,23	2,30	2,42	2,53	2,63	2,72	2,82	2,89	2,95	2,99	3,01	3,05
26°	1,84	1,92	2,01	2,10	2,18	2,26	2,34	2,42	2,50	2,58	2,65	2,73	2,87	3,00	3,13	3,25	3,36	3,47	3,57	3,65	3,72	3,79
27°	2,17	2,26	2,36	2,46	2,56	2,66	2,75	2,84	2,93	3,01	3,10	3,18	3,35	3,50	3,66	3,80	3,93	4,06	4,16	4,26	4,35	4,42
28°	2,50	2,62	2,74	2,85	2,96	3,07	3,18	3,28	3,40	3,50	3,60	3,69	3,87	4,04	4,21	4,36	4,50	4,64	4,75	4,86	4,94	5,00
29°	2,86	2,98	3,10	3,22	3,35	3,47	3,59	3,70	3,82	3,93	4,03	4,14	4,34	4,53	4,72	4,89	5,05	5,20	5,34	5,46	5,56	5,64
30°	3,20	3,35	3,49	3,64	3,77	3,91	4,05	4,17	4,30	4,43	4,55	4,67	4,90	5,12	5,39	5,51	5,68	5,84	5,96	6,08	6,16	6,22

Забелешка: Таблицата може да се използва за преобразуване на специфичната плътност d_{20}^{20} в d_{20}^{20} .



ТАБЛИЦА IV

Температурна корекция (с) на плътността на вина с остатъчна захар с алкохолно съдържание над 13 об. %, измерена с пикнометър от стъкло Рухе при t °C, за съотнасяне на получения резултат към температура 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000} \begin{cases} - \text{ако } t \text{ °C е по-ниска от } 20 \text{ °C} \\ + \text{ако } t \text{ °C е по-висока от } 20 \text{ °C} \end{cases}$$

Температура °C	Вина с алкохолно съдържание 13 % об.												Вина с алкохолно съдържание 15 % об.						Вина с алкохолно съдържание 17 % об.					
	Плътност						Плътност						Плътност											
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120			
10°	2,36	2,71	3,06	3,42	3,72	3,96	4,32	2,64	2,99	3,36	3,68	3,99	4,30	4,59	2,94	3,29	3,64	3,98	4,29	4,60	4,89			
11°	2,17	2,49	2,80	2,99	3,39	3,65	3,90	2,42	2,73	3,05	3,34	3,63	3,89	4,15	2,69	3,00	3,32	3,61	3,90	4,16	4,41			
12°	1,97	2,25	2,53	2,79	3,05	3,29	3,52	2,19	2,47	2,75	3,01	3,27	3,51	3,73	2,42	2,70	2,98	3,24	3,50	3,74	3,96			
13°	1,78	2,02	2,25	2,47	2,69	2,89	3,09	1,97	2,21	2,44	2,66	2,87	3,08	3,29	2,18	2,42	2,64	2,87	3,08	3,29	3,49			
14°	1,57	1,78	1,98	2,16	2,35	2,53	2,70	1,74	1,94	2,14	2,32	2,52	2,69	2,86	1,91	2,11	2,31	2,50	2,69	2,86	3,03			
15°	1,32	1,49	1,66	1,82	1,97	2,12	2,26	1,46	1,63	1,79	1,95	2,10	2,25	2,39	1,60	1,77	1,93	2,09	2,24	2,39	2,53			
16°	1,08	1,22	1,36	1,48	1,61	1,73	1,84	1,18	1,32	1,46	1,59	1,71	1,83	1,94	1,30	1,44	1,58	1,71	1,83	1,95	2,06			
17°	0,83	0,94	1,04	1,13	1,22	1,31	1,40	0,91	1,02	1,12	1,21	1,30	1,39	1,48	1,00	1,10	1,20	1,30	1,39	1,48	1,56			
18°	0,58	0,64	0,71	0,78	0,84	0,89	0,95	0,63	0,69	0,76	0,83	0,89	0,94	1,00	0,69	0,75	0,82	0,89	0,95	1,00	1,06			
19°	0,30	0,34	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,37	0,40	0,43	0,46	0,49	0,52	0,36	0,39	0,42	0,46	0,49	0,52	0,54			
20°	0,30	0,33	0,36	0,40	0,43	0,46	0,49	0,33	0,36	0,39	0,43	0,46	0,49	0,51	0,35	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54			
21°																								
22°	0,60	0,67	0,73	0,80	0,85	0,91	0,98	0,65	0,72	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	0,71	0,78	0,84	0,90	0,96	1,01	1,07			
23°	0,93	1,02	1,12	1,22	1,30	1,39	1,49	1,01	1,10	1,20	1,29	1,38	1,46	1,55	1,10	1,19	1,29	1,38	1,46	1,55	1,63			
24°	1,27	1,39	1,50	1,61	1,74	1,84	1,95	1,37	1,49	1,59	1,72	1,84	1,95	2,06	1,48	1,60	1,71	1,83	1,95	2,06	2,17			
25°	1,61	1,75	1,90	2,05	2,19	2,33	2,47	1,73	1,87	2,02	2,17	2,31	2,45	2,59	1,87	2,01	2,16	2,31	2,45	2,59	2,73			
26°	1,94	2,12	2,29	2,47	2,63	2,79	2,95	2,09	2,27	2,44	2,62	2,78	2,94	3,10	2,26	2,44	2,61	2,79	2,95	3,11	3,26			
27°	2,30	2,51	2,70	2,90	3,09	3,27	3,44	2,48	2,68	2,87	3,07	3,27	3,45	3,62	2,67	2,88	3,07	3,27	3,46	3,64	3,81			
28°	2,66	2,90	3,13	3,35	3,57	3,86	4,00	2,86	3,10	3,23	3,55	3,77	3,99	4,20	3,08	3,31	3,55	3,76	3,99	4,21	4,41			
29°	3,05	3,31	3,56	3,79	4,04	4,27	4,49	3,28	3,53	3,77	4,02	4,26	4,49	4,71	3,52	3,77	4,01	4,26	4,50	4,73	4,95			
30°	3,44	3,70	3,99	4,28	4,54	4,80	5,06	3,68	3,94	4,23	4,52	4,79	5,05	5,30	3,95	4,22	4,51	4,79	5,07	5,32	5,57			

▼B

		Вина с алкохолно съдържание 19 % об.						Вина с алкохолно съдържание 21 % об.							
		Плътност						Плътност							
		1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
Температура °C	10°	3,27	3,62	3,97	4,30	4,62	4,92	5,21	3,62	3,97	4,32	4,66	4,97	5,27	5,56
	11°	2,99	3,30	3,61	3,90	4,19	4,45	4,70	3,28	3,61	3,92	4,22	4,50	4,76	5,01
	12°	2,68	2,96	3,24	3,50	3,76	4,00	4,21	2,96	3,24	3,52	3,78	4,03	4,27	4,49
	13°	2,40	2,64	2,87	3,09	3,30	3,51	3,71	2,64	2,88	3,11	3,33	3,54	3,74	3,95
	14°	2,11	2,31	2,51	2,69	2,88	3,05	3,22	2,31	2,51	2,71	2,89	3,08	3,25	3,43
	15°	1,76	1,93	2,09	2,25	2,40	2,55	2,69	1,93	2,10	2,26	2,42	2,57	2,72	2,86
	16°	1,43	1,57	1,70	1,83	1,95	2,08	2,18	1,56	1,70	1,84	1,97	2,09	2,21	2,32
	17°	1,09	1,20	1,30	1,39	1,48	1,57	1,65	1,20	1,31	1,41	1,50	1,59	1,68	1,77
	18°	0,76	0,82	0,88	0,95	1,01	1,06	1,12	0,82	0,88	0,95	1,01	1,08	1,13	1,18
	19°	0,39	0,42	0,45	0,49	0,52	0,55	0,57	0,42	0,46	0,49	0,52	0,55	0,58	0,61
	20°	0,38	0,42	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,41	0,45	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60
	21°														
	22°	0,78	0,84	0,90	0,96	1,02	1,07	1,13	0,84	0,90	0,96	1,02	1,08	1,14	1,19
	23°	1,19	1,28	1,38	1,47	1,55	1,64	1,72	1,29	1,39	1,48	1,57	1,65	1,74	1,82
24°	1,60	1,72	1,83	1,95	2,06	2,18	2,29	1,73	1,85	1,96	2,08	2,19	2,31	2,42	
25°	2,02	2,16	2,31	2,46	2,60	2,74	2,88	2,18	2,32	2,47	2,62	2,76	2,90	3,04	
26°	2,44	2,62	2,79	2,96	3,12	3,28	3,43	2,53	2,81	2,97	3,15	3,31	3,47	3,62	
27°	2,88	3,08	3,27	3,42	3,66	3,84	4,01	3,10	3,30	3,47	3,69	3,88	4,06	4,23	
28°	3,31	3,54	3,78	4,00	4,22	4,44	4,64	3,56	3,79	4,03	4,25	4,47	4,69	4,89	
29°	3,78	4,03	4,27	4,52	4,76	4,99	5,21	4,06	4,31	4,55	4,80	5,04	5,27	5,48	
30°	4,24	4,51	4,80	5,08	5,36	5,61	5,86	4,54	4,82	5,11	5,39	5,66	5,91	6,16	

ТАБЛИЦА V

Температурна корекция (с) към плътността на сухи вина безалкохолни сухи вина, измерена с обикновен стъклен пикнометър или хидрометър при t °C, за съотнасяне на получения резултат към температура 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

– ако t °C е по-ниска от 20 °C
+ ако t °C е по-висока от 20 °C

Температура °C	алкохолно съдържание																												
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	
10°	1,45	1,51	1,55	1,58	1,64	1,70	1,78	1,88	1,98	2,09	2,21	2,34	2,47	2,60	2,75	2,90	3,06	3,22	3,39	3,57	3,75	3,93	4,12	4,31					
11°	1,35	1,40	1,43	1,47	1,52	1,58	1,65	1,73	1,83	1,93	2,03	2,15	2,26	2,38	2,51	2,65	2,78	2,93	3,08	3,24	3,40	3,57	3,73	3,90					
12°	1,24	1,28	1,31	1,34	1,39	1,44	1,50	1,58	1,66	1,75	1,84	1,94	2,04	2,15	2,26	2,38	2,51	2,63	2,77	2,91	3,05	3,19	3,34	3,49					
13°	1,12	1,16	1,18	1,21	1,25	1,30	1,35	1,42	1,49	1,56	1,64	1,73	1,82	1,91	2,01	2,11	2,22	2,33	2,45	2,57	2,69	2,81	2,95	3,07					
14°	0,99	1,03	1,05	1,07	1,11	1,14	1,19	1,24	1,31	1,37	1,44	1,52	1,59	1,67	1,75	1,84	1,93	2,03	2,13	2,23	2,33	2,44	2,55	2,66					
15°	0,86	0,89	0,90	0,92	0,95	0,98	1,02	1,07	1,12	1,17	1,23	1,29	1,35	1,42	1,49	1,56	1,63	1,71	1,80	1,88	1,96	2,05	2,14	2,23					
16°	0,71	0,73	0,74	0,76	0,78	0,81	0,84	0,87	0,91	0,96	0,99	1,05	1,10	1,15	1,21	1,27	1,33	1,39	1,45	1,52	1,59	1,66	1,73	1,80					
17°	0,55	0,57	0,57	0,59	0,60	0,62	0,65	0,67	0,70	0,74	0,77	0,81	0,84	0,88	0,92	0,96	1,01	1,05	1,11	1,15	1,20	1,26	1,31	1,36					
18°	0,38	0,39	0,39	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,55	0,57	0,60	0,62	0,65	0,68	0,71	0,74	0,78	0,81	0,85	0,88	0,91					
19°	0,19	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,33	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,43	0,44	0,46					
20°	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,25	0,26	0,27	0,29	0,29	0,31	0,32	0,34	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48					
21°																													
22°	0,43	0,45	0,45	0,46	0,47	0,49	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,63	0,65	0,68	0,71	0,73	0,77	0,80	0,83	0,86	0,89	0,93	0,96					
23°	0,67	0,69	0,70	0,71	0,72	0,74	0,77	0,79	0,82	0,85	0,88	0,91	0,95	0,99	1,03	1,07	1,12	1,16	1,21	1,25	1,30	1,35	1,40	1,45					
24°	0,91	0,93	0,95	0,97	0,99	1,01	1,04	1,07	1,11	1,15	1,20	1,24	1,29	1,34	1,39	1,45	1,50	1,56	1,62	1,69	1,76	1,82	1,88	1,95					
25°	1,16	1,19	1,21	1,23	1,26	1,29	1,33	1,37	1,42	1,47	1,52	1,57	1,63	1,70	1,76	1,83	1,90	1,97	2,05	2,13	2,21	2,29	2,37	2,45					
26°	1,42	1,46	1,49	1,51	1,54	1,58	1,62	1,67	1,73	1,79	1,85	1,92	1,99	2,07	2,14	2,22	2,31	2,40	2,49	2,58	2,67	2,77	2,86	2,96					
27°	1,69	1,74	1,77	1,80	1,83	1,88	1,93	1,98	2,05	2,12	2,20	2,27	2,35	2,44	2,53	2,63	2,72	2,82	2,93	3,04	3,14	3,25	3,37	3,48					
28°	1,97	2,03	2,06	2,09	2,14	2,19	2,24	2,31	2,38	2,46	2,55	2,63	2,73	2,83	2,93	3,03	3,14	3,26	3,38	3,50	3,62	3,75	3,85	4,00					
29°	2,26	2,33	2,37	2,40	2,45	2,50	2,57	2,64	2,73	2,82	2,91	2,99	3,11	3,22	3,34	3,45	3,58	3,70	3,84	3,97	4,11	4,25	4,39	4,54					
30°	2,56	2,64	2,67	2,72	2,77	2,83	2,90	2,98	3,08	3,18	3,28	3,38	3,50	3,62	3,75	3,88	4,02	4,16	4,30	4,46	4,61	4,76	4,92	5,07					

Забележка: Тази таблица може да бъде използвана за преизчисляване на относителната плътност d_{20}^{20} в d_{20}^{20} .

ТАБЛИЦА VI

Температурна корекция (с) към плътността на естествена гроздова мъст и на концентрирана гроздова мъст, измерена с пикнометър или хидрометър от обикновено стъкло при t °C, за съотнасяне на получения резултат към температура 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000}$$

– ако t °C е по-ниска от 20 °C
+ ако t °C е по-висока от 20 °C

Температура °C	Плътност																					
	1,05	1,06	1,07	1,08	1,09	1,10	1,11	1,12	1,13	1,14	1,15	1,16	1,18	1,20	1,22	1,24	1,26	1,28	1,30	1,32	1,34	1,36
10°	2,17	2,34	2,52	2,68	2,85	2,99	3,16	3,29	3,44	3,58	3,73	3,86	4,13	4,36	4,60	4,82	5,02	5,25	5,39	5,56	5,73	5,87
11°	2,00	2,16	2,29	2,44	2,59	2,73	2,86	2,99	3,12	3,24	3,37	3,48	3,71	3,94	4,15	4,33	4,52	4,69	4,85	5,01	5,15	5,29
12°	1,81	1,95	2,08	2,21	2,34	2,47	2,58	2,70	2,82	2,92	3,03	3,14	3,35	3,55	3,72	3,90	4,07	4,23	4,37	4,52	4,64	4,77
13°	1,62	1,74	1,85	1,96	2,07	2,17	2,28	2,38	2,48	2,59	2,68	2,77	2,94	3,11	3,28	3,44	3,54	3,72	3,86	3,99	4,12	4,24
14°	1,44	1,54	1,64	1,73	1,82	1,92	2,00	2,08	2,17	2,25	2,34	2,42	2,57	2,73	2,86	2,99	3,12	3,24	3,35	3,46	3,57	3,65
15°	1,21	1,29	1,37	1,45	1,53	1,60	1,68	1,75	1,82	1,89	1,97	2,03	2,16	2,28	2,40	2,51	2,61	2,71	2,80	2,89	2,94	3,01
16°	1,00	1,06	1,12	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,54	1,60	1,65	1,75	1,84	1,94	2,02	2,09	2,17	2,23	2,30	2,36	2,42
17°	0,76	0,82	0,86	0,91	0,96	1,00	1,05	1,09	1,14	1,18	1,22	1,25	1,32	1,39	1,46	1,52	1,57	1,63	1,67	1,71	1,75	1,79
18°	0,53	0,56	0,59	0,63	0,65	0,69	0,72	0,74	0,77	0,80	0,82	0,85	0,90	0,95	0,99	1,02	1,06	1,09	1,13	1,16	1,18	1,20
19°	0,28	0,30	0,31	0,33	0,35	0,36	0,38	0,39	0,41	0,42	0,43	0,43	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,55	0,57	0,58	0,59	0,60
20°	0,28	0,29	0,31	0,33	0,34	0,36	0,37	0,39	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,48	0,51	0,54	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,60
21°																						
22°	0,55	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,73	0,76	0,78	0,81	0,84	0,87	0,93	0,97	1,02	1,06	1,09	1,12	1,15	1,17	1,19	1,19
23°	0,85	0,90	0,95	0,99	1,04	1,08	1,12	1,16	1,21	1,25	1,29	1,32	1,39	1,46	1,52	1,58	1,62	1,68	1,72	1,75	1,77	1,79
24°	1,15	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,48	1,54	1,60	1,65	1,71	1,76	1,86	1,95	2,04	2,11	2,17	2,23	2,29	2,33	2,35	2,37
25°	1,44	1,52	1,59	1,67	1,74	1,81	1,88	1,95	2,02	2,09	2,16	2,22	2,34	2,45	2,55	2,64	2,74	2,81	2,87	2,90	2,92	2,96
26°	1,76	1,84	1,93	2,02	2,10	2,18	2,25	2,33	2,41	2,49	2,56	2,64	2,78	2,91	3,03	3,15	3,26	3,37	3,47	3,55	3,62	3,60
27°	2,07	2,16	2,26	2,36	2,46	2,56	2,65	2,74	2,83	2,91	3,00	3,07	3,24	3,39	3,55	3,69	3,82	3,94	4,04	4,14	4,23	4,30
28°	2,39	2,51	2,63	2,74	2,85	2,96	3,06	3,16	3,28	3,38	3,48	3,57	3,75	3,92	4,08	4,23	4,37	4,51	4,62	4,73	4,80	4,86
29°	2,74	2,86	2,97	3,09	3,22	3,34	3,46	3,57	3,69	3,80	3,90	4,00	4,20	4,39	4,58	4,74	4,90	5,05	5,19	5,31	5,40	5,48
30°	3,06	3,21	3,35	3,50	3,63	3,77	3,91	4,02	4,15	4,28	4,40	4,52	4,75	4,96	5,16	5,35	5,52	5,67	5,79	5,91	5,99	6,04

Забележка: Тази таблица може да бъде използвана за преизчисляване на относителната плътност d_{20}^{20} в d_{20}^{20} .



ТАБЛИЦА VII

Температурна корекция (с) на плътността на вина с алкохолно съдържание над 13 об. %, измерена хидрометър или пикнометър от обикновено стъкло при t °C, за съотнасяне на получения резултат към температура 20 °C

$$\rho_{20} = \rho_t \pm \frac{c}{1000} \quad \begin{array}{l} - \text{ ако } t \text{ } ^\circ\text{C е по-ниска от } 20 \text{ } ^\circ\text{C} \\ + \text{ ако } t \text{ } ^\circ\text{C е по-висока от } 20 \text{ } ^\circ\text{C} \end{array}$$

Температура °C	Вина с алкохолно съдържание 13 % об.										Вина с алкохолно съдържание 15 % об.										Вина с алкохолно съдържание 17 % об.									
	Плътност										Плътност										Плътност									
	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120		
10°	2,24	2,58	2,93	3,27	3,59	3,89	4,18	2,51	2,85	3,20	3,54	3,85	4,02	4,46	2,81	3,15	3,50	3,84	4,15	4,45	2,81	3,15	3,50	3,84	4,15	4,45	4,74			
11°	2,06	2,37	2,69	2,97	3,26	3,53	3,78	2,31	2,61	2,93	3,21	3,51	3,64	4,02	2,57	2,89	3,20	3,49	3,77	4,03	2,57	2,89	3,20	3,49	3,77	4,03	4,28			
12°	1,87	2,14	2,42	2,67	2,94	3,17	3,40	2,09	2,36	2,64	2,90	3,16	3,27	3,61	2,32	2,60	2,87	3,13	3,39	3,63	2,32	2,60	2,87	3,13	3,39	3,63	3,84			
13°	1,69	1,93	2,14	2,37	2,59	2,80	3,00	1,88	2,12	2,34	2,56	2,78	2,88	3,19	2,09	2,33	2,55	2,77	2,98	3,19	2,09	2,33	2,55	2,77	2,98	3,19	3,39			
14°	1,49	1,70	1,90	2,09	2,27	2,44	2,61	1,67	1,86	2,06	2,25	2,45	2,51	2,77	1,83	2,03	2,23	2,42	2,61	2,77	1,83	2,03	2,23	2,42	2,61	2,77	2,94			
15°	1,25	1,42	1,59	1,75	1,90	2,05	2,19	1,39	1,56	1,72	1,88	2,03	2,11	2,32	1,54	1,71	1,87	2,03	2,18	2,32	1,54	1,71	1,87	2,03	2,18	2,32	2,47			
16°	1,03	1,17	1,30	1,43	1,55	1,67	1,78	1,06	1,27	1,40	1,53	1,65	1,77	1,88	1,25	1,39	1,52	1,65	1,77	1,89	1,25	1,39	1,52	1,65	1,77	1,89	2,00			
17°	0,80	0,90	1,00	1,09	1,17	1,27	1,36	0,87	0,98	1,08	1,17	1,26	1,35	1,44	0,96	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	0,96	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,52			
18°	0,54	0,61	0,68	0,75	0,81	0,86	0,92	0,60	0,66	0,73	0,80	0,85	0,91	0,97	0,66	0,72	0,79	0,86	0,92	0,97	0,66	0,72	0,79	0,86	0,92	0,97	1,03			
19°	0,29	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,32	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,51	0,35	0,38	0,41	0,45	0,48	0,51	0,35	0,38	0,41	0,45	0,48	0,51	0,53			
20°	0,29	0,32	0,35	0,39	0,42	0,45	0,47	0,32	0,35	0,38	0,42	0,45	0,48	0,50	0,34	0,38	0,41	0,44	0,47	0,50	0,34	0,38	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53			
21°																														
22°	0,57	0,64	0,70	0,76	0,82	0,88	0,93	0,63	0,69	0,75	0,81	0,87	0,93	0,98	0,68	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	0,68	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04			
23°	0,89	0,98	1,08	1,17	1,26	1,34	1,43	0,97	1,06	1,16	1,25	1,34	1,42	1,51	1,06	1,15	1,25	1,34	1,42	1,51	1,06	1,15	1,25	1,34	1,42	1,51	1,59			
24°	1,22	1,34	1,44	1,56	1,68	1,79	1,90	1,32	1,44	1,54	1,66	1,78	1,89	2,00	1,43	1,56	1,65	1,77	1,89	2,00	1,43	1,56	1,65	1,77	1,89	2,00	2,11			
25°	1,61	1,68	1,83	1,98	2,12	2,26	2,40	1,66	1,81	1,96	2,11	2,25	2,39	2,52	1,80	1,94	2,09	2,24	2,39	2,52	1,80	1,94	2,09	2,24	2,39	2,52	2,66			
26°	1,87	2,05	2,22	2,40	2,56	2,71	2,87	2,02	2,20	2,37	2,54	2,70	2,85	3,01	2,18	2,36	2,53	2,71	2,86	3,02	2,18	2,36	2,53	2,71	2,86	3,02	3,17			
27°	2,21	2,42	2,60	2,80	3,00	3,18	3,35	2,39	2,59	2,78	2,98	3,17	3,35	3,52	2,58	2,78	2,97	3,17	3,36	3,54	2,58	2,78	2,97	3,17	3,36	3,54	3,71			
28°	2,56	2,80	3,02	3,25	3,47	3,67	3,89	2,75	2,89	3,22	3,44	3,66	3,86	4,07	2,97	3,21	3,44	3,66	3,88	4,09	2,97	3,21	3,44	3,66	3,88	4,09	4,30			
29°	2,93	3,19	3,43	3,66	3,91	4,14	4,37	3,16	3,41	3,65	3,89	4,13	4,36	4,59	3,40	3,66	3,89	4,13	4,38	4,61	3,40	3,66	3,89	4,13	4,38	4,61	4,82			
30°	3,31	3,57	3,86	4,15	4,41	4,66	4,92	3,55	3,81	4,10	4,38	4,66	4,90	5,16	3,82	4,08	4,37	4,65	4,93	5,17	3,82	4,08	4,37	4,65	4,93	5,17	5,42			

▼B

		Вина с алкохолно съдържание 19 % об.							Вина с алкохолно съдържание 21 % об.						
		Плътност							Плътност						
		1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120	1,000	1,020	1,040	1,060	1,080	1,100	1,120
Температура °C	10°	3,14	3,48	3,83	4,17	4,48	4,78	5,07	3,50	3,84	4,19	4,52	4,83	5,12	5,41
	11°	2,87	3,18	3,49	3,78	4,06	4,32	4,57	3,18	3,49	3,80	4,09	4,34	4,63	4,88
	12°	2,58	2,86	3,13	3,39	3,65	3,88	4,10	2,86	3,13	3,41	3,67	3,92	4,15	4,37
	13°	2,31	2,55	2,77	2,99	3,20	3,41	3,61	2,56	2,79	3,01	3,23	3,44	3,65	3,85
	14°	2,03	2,23	2,43	2,61	2,80	2,96	3,13	2,23	2,43	2,63	2,81	3,00	3,16	3,33
	15°	1,69	1,86	2,02	2,18	2,33	2,48	2,62	1,86	2,03	2,19	2,35	2,50	2,65	2,80
	16°	1,38	1,52	1,65	1,78	1,90	2,02	2,13	1,51	1,65	1,78	1,91	2,03	2,15	2,26
	17°	1,06	1,16	1,26	1,35	1,44	1,53	1,62	1,15	1,25	1,35	1,45	1,54	1,63	1,71
	18°	0,73	0,79	0,85	0,92	0,98	1,03	1,09	0,79	0,85	0,92	0,98	1,05	1,10	1,15
	19°	0,38	0,41	0,44	0,48	0,51	0,52	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
	20°	0,37	0,41	0,44	0,47	0,50	0,53	0,56	0,41	0,44	0,47	0,51	0,54	0,57	0,59
	21°														
	22°	0,75	0,81	0,87	0,93	0,99	1,04	1,10	0,81	0,88	0,94	1,00	1,06	1,10	1,17
	23°	1,15	1,30	1,34	1,43	1,51	1,60	1,68	1,25	1,34	1,44	1,63	1,61	1,70	1,78
	24°	1,55	1,67	1,77	1,89	2,00	2,11	2,23	1,68	1,80	1,90	2,02	2,13	2,25	2,36
	25°	1,95	2,09	2,24	2,39	2,53	2,67	2,71	2,11	2,25	2,40	2,55	2,69	2,83	2,97
26°	2,36	2,54	2,71	2,89	3,04	3,20	3,35	2,55	2,73	2,90	3,07	3,22	3,38	3,54	
27°	2,79	2,99	3,18	3,38	3,57	3,75	3,92	3,01	3,20	3,40	3,59	3,78	3,96	4,13	
28°	3,20	3,44	3,66	3,89	4,11	4,32	4,53	3,46	3,69	3,93	4,15	4,36	4,58	4,77	
29°	3,66	3,92	4,15	4,40	4,64	4,87	5,08	3,95	4,20	4,43	4,68	4,92	5,15	5,36	
30°	4,11	4,37	4,66	4,94	5,22	5,46	5,71	4,42	4,68	4,97	5,25	5,53	5,77	6,02	

▼B**2. ОПРЕДЕЛЯНЕ КОНЦЕНТРАЦИЯТА НА ЗАХАР В МЪСТ, КОНЦЕНТРИРАНА МЪСТ И РЕКТИФИЦИРАНА ГРОЗДОВА МЪСТ С РЕФРАКТОМЕТЪР****1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА**

Коефициентът на рефракция при температура 20 °C, изразен като абсолютна стойност или като процент от масата на захарозата, е даден в съответната таблица с цел да се определи концентрацията на захар в грамове на литър и в грамове на килограм за мът, концентрирана и ректифицирана концентрирана гроздова мът.

2. АПАРАТУРА**2.1. Рефрактометър на Abbe**

Използваният рефрактометър трябва да има скала, по която да се отчита:

- процентът от масата на захарозата с точност до 0,1 % или
- коефициентите на пречупване с точност до четвъртия десетичен знак.

Рефрактометърът трябва да е снабден с термометър, чиято скала обхваща поне интервала от + 15 °C до + 25 °C, както и с приспособление за циркулиране на водата, което дава възможност за провеждането на измервания при температура 20 °C (± 5 °C).

Инструкциите за работа с този апарат трябва да бъдат строго спазвани особено по отношение на калибрацията и светлинния източник.

3. ПОДГОТОВКА НА ПРОБАТА ЗА ИЗПИТВАНЕ**3.1. Мът и концентрирана мът**

При необходимост мътта се прекарва през суха, прегъната на четири марля и след отстраняването на първите капки от филтратата определението се извършва върху филтрирания продукт.

3.2. Ректифицирана и концентрирана мът

В зависимост от концентрацията се използва или ректифицирана концентрирана мът, или разтвор, получен чрез разреждане с вода на 200 g ректифицирана концентрирана мът до 500 g, като всички измервания на теглото трябва да бъдат прецизно проведени.

4. НАЧИН НА РАБОТА

Температурата на пробата се довежда до около 20 °C. Върху долната призма на рефрактометъра се поставя малка проба за анализ, като се внимава (тъй като призмите са плътно притиснати една към друга) тя да покрие равномерно повърхността на стъклото. Измерването се извършва съгласно инструкциите за работа с използвания уред.

Отчита се процентът от масата на захарозата с точност до 0,1 % или коефициентът на рефракция до четвъртия десетичен знак.

Върху една и съща подготвена за анализ проба се провеждат най-малко две определения.

Отбелязва се t °C.

5. ИЗЧИСЛЕНИЯ**5.1. Температурна корекция**

5.1.1. Уреди, градуирани в проценти от масата на захарозата: за корекция на температурата се използва таблица I.

▼B

5.1.2. Уреди, градуирани в коефициенти на рефракция: от таблица II се намира коефициентът, измерен при t °C, за да се получи (графа 1) съответната стойност на процента от масата на захарозата при t °C. Тази стойност се коригира в зависимост от температурата и се изразява като концентрация при температура 20 °C с помощта на таблица I.

5.2. **Концентрация на захар в мът и концентрирана мът**

От таблица II се определя процентът от масата на захарозата при температура 20 °C и от същия ред се отчита концентрацията на захар в грамове на литър и грамове на килограм. Концентрацията на захар се изразява като инвертна захар с точност до първия десетичен знак.

5.3. **Концентрация на захар в ректифицирана концентрирана мът**

От таблица III се определя процентът от масата на захарозата при температура 20 °C и от същия ред се отчита концентрацията на захар в грамове на литър и грамове на килограм. Концентрацията на захар се изразява като инвертна захар с точност до първия десетичен знак.

Ако измерването е извършено върху разрежена ректифицирана концентрирана мът, полученият резултат се умножава по коефициента на разреждане.

5.4. **Коефициент на рефракция на мът, концентрирана мът и ректифицирана концентрирана мът**

От таблица II се определя процентът от масата на захарозата при температура 20 °C и от същия ред се отчита коефициентът на рефракция при температура 20 °C. Този коефициент се изразява с точност до четвъртия десетичен знак.

ТАБЛИЦА I

Корекция, която следва да се направи, когато масата на захарозата, изразена в проценти, е определена при температура, различна от 20 °C

Температура °C	Захароза в грамове на 100 грама продукти									
	5	10	15	20	30	40	50	60	70	75
	Изваждане									
15	0,25	0,27	0,31	0,31	0,34	0,35	0,36	0,37	0,36	0,36
16	0,21	0,23	0,27	0,27	0,29	0,31	0,31	0,32	0,31	0,23
17	0,16	0,18	0,20	0,20	0,22	0,23	0,23	0,23	0,20	0,17
18	0,11	0,12	0,14	0,15	0,16	0,16	0,15	0,12	0,12	0,09
19	0,06	0,07	0,08	0,08	0,08	0,09	0,09	0,08	0,07	0,05
	Добавяне									
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
22	0,42	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14
23	0,18	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,22
24	0,24	0,26	0,26	0,27	0,28	0,28	0,28	0,28	0,29	0,29
25	0,30	0,32	0,32	0,34	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37

Температурата спрямо 20 °C не може да варира с повече от ± 5 °C.



ТАБЛИЦА II

Съдържание на захар ⁽¹⁾ в мът и концентрирана мът в грамове на литър и грамове на килограм, определено с рефрактометър, градуиран в проценти от масата на захарозата или в коефициенти на рефракция при температура 20 °C. Плътноста е определена при температура 20 °C

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
10,0	1,34781	1,0390	82,3	79,2	4,89
10,1	1,34798	1,0394	83,4	80,2	4,95
10,2	1,34814	1,0398	84,5	81,3	5,02
10,3	1,34830	1,0402	85,6	82,2	5,09
10,4	1,34845	1,0406	86,6	83,2	5,14
10,5	1,34860	1,0410	87,6	84,1	5,20
10,6	1,34875	1,0414	88,6	85,1	5,26
10,7	1,34890	1,0419	89,7	86,1	5,33
10,8	1,34906	1,0423	90,8	87,1	5,39
10,9	1,34921	1,0427	91,8	88,1	5,45
11,0	1,34936	1,0431	92,9	89,1	5,52
11,1	1,34952	1,0435	94,0	90,0	5,58
11,2	1,34968	1,0439	95,0	91,0	5,64
11,3	1,34984	1,0443	96,1	92,0	5,71
11,4	1,34999	1,0447	97,1	92,9	5,77
11,5	1,35015	1,0452	98,2	94,0	5,83
11,6	1,35031	1,0456	99,3	95,0	5,90
11,7	1,35046	1,0460	100,3	95,9	5,96
11,8	1,35062	1,0464	101,4	96,9	6,02
11,9	1,35077	1,0468	102,5	97,9	6,09
12,0	1,35092	1,0473	103,6	98,9	6,15
12,1	1,35108	1,0477	104,7	99,9	6,22
12,2	1,35124	1,0481	105,7	100,8	6,28
12,3	1,35140	1,0485	106,8	101,9	6,35
12,4	1,35156	1,0489	107,9	102,9	6,41
12,5	1,35172	1,0494	109,0	103,8	6,47
12,6	1,35187	1,0498	110,0	104,8	6,53
12,7	1,35203	1,0502	111,1	105,8	6,60
12,8	1,35219	1,0506	112,2	106,8	6,66
12,9	1,35234	1,0510	113,2	107,8	6,73
13,0	1,35249	1,0514	114,3	108,7	6,79
13,1	1,35266	1,0519	115,4	109,7	6,86
13,2	1,35282	1,0523	116,5	110,7	6,92
13,3	1,35298	1,0527	117,6	111,7	6,99
13,4	1,35313	1,0531	118,6	112,6	7,05
13,5	1,35329	1,0536	119,7	113,6	7,11
13,6	1,35345	1,0540	120,8	114,6	7,18
13,7	1,35360	1,0544	121,8	115,6	7,24
13,8	1,35376	1,0548	122,9	116,5	7,30
13,9	1,35391	1,0552	124,0	117,5	7,37
14,0	1,35407	1,0557	125,1	118,5	7,43
14,1	1,35424	1,0561	126,2	119,5	7,50
14,2	1,35440	1,0565	127,3	120,5	7,56
14,3	1,35456	1,0569	128,4	121,5	7,63
14,4	1,35472	1,0574	129,5	122,5	7,69
14,5	1,35488	1,0578	130,6	123,4	7,76
14,6	1,35503	1,0582	131,6	124,4	7,82
14,7	1,35519	1,0586	132,7	125,4	7,88
14,8	1,35535	1,0591	133,8	126,3	7,95
14,9	1,35551	1,0595	134,9	127,3	8,01

⁽¹⁾ Съдържанието на захар е изразено като инвертна захар.

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
15,0	1,35567	1,0599	136,0	128,3	8,08
15,1	1,35583	1,0603	137,1	129,3	8,15
15,2	1,35599	1,0608	138,2	130,3	8,21
15,3	1,35615	1,0612	139,3	131,3	8,27
15,4	1,35631	1,0616	140,4	132,3	8,34
15,5	1,35648	1,0621	141,5	133,2	8,41
15,6	1,35664	1,0625	142,6	134,2	8,47
15,7	1,35680	1,0629	143,7	135,2	8,54
15,8	1,35696	1,0633	144,8	136,2	8,60
15,9	1,35712	1,0638	145,9	137,2	8,67
16,0	1,35728	1,0642	147,0	138,1	8,73
16,1	1,35744	1,0646	148,1	139,1	8,80
16,2	1,35760	1,0651	149,2	140,1	8,86
16,3	1,35776	1,0655	150,3	141,1	8,93
16,4	1,35793	1,0660	151,5	142,1	9,00
16,5	1,35809	1,0664	152,6	143,1	9,06
16,6	1,35825	1,0668	153,7	144,1	9,13
16,7	1,35842	1,0672	154,8	145,0	9,20
16,8	1,35858	1,0677	155,9	146,0	9,26
16,9	1,35874	1,0681	157,0	147,0	9,33
17,0	1,35890	1,0685	158,1	148,0	9,39
17,1	1,35907	1,0690	159,3	149,0	9,46
17,2	1,35923	1,0694	160,4	150,0	9,53
17,3	1,35939	1,0699	161,5	151,0	9,59
17,4	1,35955	1,0703	162,6	151,9	9,66
17,5	1,35972	1,0707	163,7	152,9	9,73
17,6	1,35988	1,0711	164,8	153,9	9,79
17,7	1,36004	1,0716	165,9	154,8	9,86
17,8	1,36020	1,0720	167,0	155,8	9,92
17,9	1,36036	1,0724	168,1	156,8	9,99
18,0	1,36053	1,0729	169,3	157,8	10,06
18,1	1,36070	1,0733	170,4	158,8	10,12
18,2	1,36086	1,0738	171,5	159,7	10,19
18,3	1,36102	1,0742	172,6	160,7	10,25
18,4	1,36119	1,0746	173,7	161,6	10,32
18,5	1,36136	1,0751	174,9	162,6	10,39
18,6	1,36152	1,0755	176,0	163,6	10,46
18,7	1,36169	1,0760	177,2	164,6	10,53
18,8	1,36185	1,0764	178,3	165,6	10,59
18,9	1,36201	1,0768	179,4	166,6	10,66
19,0	1,36217	1,0773	180,5	167,6	10,72
19,1	1,36234	1,0777	181,7	168,6	10,80
19,2	1,36251	1,0782	182,8	169,5	10,86
19,3	1,36267	1,0786	183,9	170,5	10,93
19,4	1,36284	1,0791	185,1	171,5	11,00
19,5	1,36301	1,0795	186,3	172,5	11,07
19,6	1,36318	1,0800	187,4	173,5	11,13
19,7	1,36335	1,0804	188,6	174,5	11,21
19,8	1,36351	1,0809	189,7	175,5	11,27
19,9	1,36367	1,0813	190,8	176,5	11,34

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
20,0	1,36383	1,0817	191,9	177,4	11,40
20,1	1,36400	1,0822	193,1	178,4	11,47
20,2	1,36417	1,0826	194,2	179,4	11,54
20,3	1,36434	1,0831	195,3	180,4	11,60
20,4	1,36451	1,0835	196,5	181,4	11,67
20,5	1,36468	1,0840	197,7	182,3	11,75
20,6	1,36484	1,0844	198,8	183,3	11,81
20,7	1,36501	1,0849	200,0	184,3	11,88
20,8	1,36518	1,0853	201,1	185,3	11,96
20,9	1,36534	1,0857	202,2	186,2	12,01
21,0	1,36550	1,0862	203,3	187,2	12,08
21,1	1,36568	1,0866	204,5	188,2	12,15
21,2	1,36585	1,0871	205,7	189,2	12,22
21,3	1,36601	1,0875	206,8	190,2	12,29
21,4	1,36618	1,0880	207,9	191,1	12,35
21,5	1,36635	1,0884	209,1	192,1	12,42
21,6	1,36652	1,0889	210,3	193,1	12,49
21,7	1,36669	1,0893	211,4	194,1	12,56
21,8	1,36685	1,0897	212,5	195,0	12,63
21,9	1,36702	1,0902	213,6	196,0	12,69
22,0	1,36719	1,0906	214,8	196,9	12,76
22,1	1,36736	1,0911	216,0	198,0	12,83
22,2	1,36753	1,0916	217,2	199,0	12,90
22,3	1,36770	1,0920	218,3	199,9	12,97
22,4	1,36787	1,0925	219,5	200,9	13,04
22,5	1,36804	1,0929	220,6	201,8	13,11
22,6	1,36820	1,0933	221,7	202,8	13,17
22,7	1,36837	1,0938	222,9	203,8	13,24
22,8	1,36854	1,0943	224,1	204,8	13,31
22,9	1,36871	1,0947	225,2	205,8	13,38
23,0	1,36888	1,0952	226,4	206,7	13,45
23,1	1,36905	1,0956	227,6	207,7	13,52
23,2	1,36922	1,0961	228,7	208,7	13,59
23,3	1,36939	1,0965	229,9	209,7	13,66
23,4	1,36956	1,0970	231,1	210,7	13,73
23,5	1,36973	1,0975	232,3	211,6	13,80
23,6	1,36991	1,0979	233,4	212,6	13,87
23,7	1,37008	1,0984	234,6	213,6	13,94
23,8	1,37025	1,0988	235,8	214,6	14,01
23,9	1,37042	1,0993	237,0	215,6	14,08
24,0	1,37059	1,0998	238,2	216,6	14,15
24,1	1,37076	1,1007	239,3	217,4	14,22
24,2	1,37093	1,1011	240,3	218,2	14,28
24,3	1,37110	1,1016	241,6	219,4	14,35
24,4	1,37128	1,1022	243,0	220,5	14,44
24,5	1,37145	1,1026	244,0	221,3	14,50
24,6	1,37162	1,1030	245,0	222,1	14,56
24,7	1,37180	1,1035	246,4	223,2	14,64
24,8	1,37197	1,1041	247,7	224,4	14,72
24,9	1,37214	1,1045	248,7	225,2	14,78

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
25,0	1,37232	1,1049	249,7	226,0	14,84
25,1	1,37249	1,1053	250,7	226,8	14,90
25,2	1,37266	1,1057	251,7	227,6	14,96
25,3	1,37283	1,1062	253,0	228,7	15,03
25,4	1,37300	1,1068	254,4	229,9	15,11
25,5	1,37317	1,1072	255,4	230,7	15,17
25,6	1,37335	1,1076	256,4	231,5	15,23
25,7	1,37353	1,1081	257,8	232,6	15,32
25,8	1,37370	1,1087	259,1	233,7	15,39
25,9	1,37387	1,1091	260,1	234,5	15,45
26,0	1,37405	1,1095	261,1	235,3	15,51
26,1	1,37423	1,1100	262,5	236,4	15,60
26,2	1,37440	1,1106	263,8	237,5	15,67
26,3	1,37457	1,1110	264,8	238,3	15,73
26,4	1,37475	1,1114	265,8	239,2	15,79
26,5	1,37493	1,1119	267,2	240,3	15,88
26,6	1,37510	1,1125	268,5	241,4	15,95
26,7	1,37528	1,1129	269,5	242,2	16,01
26,8	1,37545	1,1133	270,5	243,0	16,07
26,9	1,37562	1,1138	271,8	244,1	16,15
27,0	1,37580	1,1144	273,2	245,2	16,23
27,1	1,37598	1,1148	274,2	246,0	16,29
27,2	1,37615	1,1152	275,2	246,8	16,35
27,3	1,37632	1,1157	276,5	247,9	16,43
27,4	1,37650	1,1163	277,9	249,0	16,51
27,5	1,37667	1,1167	278,9	249,8	16,57
27,6	1,37685	1,1171	279,9	250,6	16,63
27,7	1,37703	1,1176	281,3	251,6	16,71
27,8	1,37721	1,1182	282,6	252,7	16,79
27,9	1,37739	1,1186	283,6	253,5	16,85
28,0	1,37757	1,1190	284,6	254,3	16,91
28,1	1,37775	1,1195	286,0	255,4	16,99
28,2	1,37793	1,1201	287,3	256,5	17,07
28,3	1,37810	1,1205	288,3	257,3	17,13
28,4	1,37828	1,1209	289,3	258,1	17,19
28,5	1,37846	1,1214	290,7	259,2	17,27
28,6	1,37863	1,1220	292,0	260,3	17,35
28,7	1,37881	1,1224	293,0	261,0	17,41
28,8	1,37899	1,1228	294,0	261,8	17,47
28,9	1,37917	1,1233	295,3	262,9	17,55
29,0	1,37935	1,1239	296,7	264,0	17,63
29,1	1,37953	1,1244	298,1	265,1	17,71
29,2	1,37971	1,1250	299,4	266,1	17,79
29,3	1,37988	1,1254	300,4	266,9	17,85
29,4	1,38006	1,1258	301,4	267,7	17,91
29,5	1,38024	1,1263	302,8	268,8	17,99
29,6	1,38042	1,1269	304,1	269,9	18,07
29,7	1,38060	1,1273	305,1	270,6	18,13
29,8	1,38078	1,1277	306,1	271,4	18,19
29,9	1,38096	1,1282	307,4	272,5	18,26

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
30,0	1,38114	1,1288	308,8	273,6	18,35
30,1	1,38132	1,1293	310,0	274,5	18,42
30,2	1,38150	1,1298	311,2	275,5	18,49
30,3	1,38168	1,1302	312,4	276,4	18,56
30,4	1,38186	1,1307	313,6	277,3	18,63
30,5	1,38204	1,1312	314,8	278,3	18,70
30,6	1,38222	1,1317	316,0	279,2	18,77
30,7	1,38240	1,1322	317,2	280,2	18,85
30,8	1,38258	1,1327	318,4	281,1	18,92
30,9	1,38276	1,1332	319,6	282,0	18,99
31,0	1,38294	1,1336	320,8	283,0	19,06
31,1	1,38312	1,1341	322,0	283,9	19,13
31,2	1,38330	1,1346	323,2	284,9	19,20
31,3	1,38349	1,1351	324,4	285,8	19,27
31,4	1,38367	1,1356	325,6	286,8	19,35
31,5	1,38385	1,1361	326,8	287,7	19,42
31,6	1,38403	1,1366	328,1	288,6	19,49
31,7	1,38421	1,1371	329,3	289,6	19,56
31,8	1,38440	1,1376	330,5	290,5	19,64
31,9	1,38458	1,1380	331,7	291,5	19,71
32,0	1,38476	1,1385	332,9	292,4	19,78
32,1	1,38494	1,1391	334,2	293,4	19,86
32,2	1,38513	1,1396	335,5	294,4	19,93
32,3	1,38531	1,1401	336,7	295,4	20,00
32,4	1,38550	1,1406	338,0	296,4	20,08
32,5	1,38568	1,1411	339,3	297,3	20,16
32,6	1,38586	1,1416	340,6	298,3	20,24
32,7	1,38605	1,1422	341,9	299,3	20,31
32,8	1,38623	1,1427	343,1	300,3	20,38
32,9	1,38642	1,1432	344,4	301,3	20,46
33,0	1,38660	1,1437	345,7	302,3	20,54
33,1	1,38678	1,1442	346,9	303,2	20,61
33,2	1,38697	1,1447	348,1	304,1	20,68
33,3	1,38715	1,1452	349,3	305,0	20,75
33,4	1,38734	1,1457	350,5	305,9	20,82
33,5	1,38753	1,1461	351,7	306,9	20,90
33,6	1,38771	1,1466	352,9	307,8	20,97
33,7	1,38790	1,1471	354,1	308,7	21,04
33,8	1,38808	1,1476	355,3	309,6	21,11
33,9	1,38827	1,1481	356,5	310,5	21,18
34,0	1,38845	1,1486	357,7	311,4	21,25
34,1	1,38864	1,1491	359,0	312,4	21,33
34,2	1,38882	1,1496	360,3	313,4	21,41
34,3	1,38901	1,1501	361,5	314,3	21,48
34,4	1,38919	1,1506	362,8	315,3	21,55
34,5	1,38938	1,1512	364,1	316,3	21,63
34,6	1,38957	1,1517	365,4	317,3	21,71
34,7	1,38975	1,1522	366,7	318,2	21,79
34,8	1,38994	1,1527	367,9	319,2	21,86
34,9	1,39012	1,1532	369,2	320,2	21,94

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
35,0	1,39031	1,1537	370,5	321,1	22,01
35,1	1,39050	1,1543	371,8	322,1	22,09
35,2	1,39069	1,1548	373,0	323,0	22,16
35,3	1,39087	1,1553	374,3	324,0	22,24
35,4	1,39106	1,1558	375,6	325,0	22,32
35,5	1,39125	1,1563	376,9	325,9	22,39
35,6	1,39144	1,1568	378,1	326,9	22,45
35,7	1,39163	1,1573	379,4	327,8	22,54
35,8	1,39181	1,1579	380,7	328,8	22,62
35,9	1,39200	1,1584	381,9	329,7	22,69
36,0	1,39219	1,1589	383,2	330,7	22,77
36,1	1,39238	1,1594	384,5	331,6	22,85
36,2	1,39257	1,1599	385,8	332,6	22,92
36,3	1,39276	1,1604	387,0	333,5	22,99
36,4	1,39295	1,1610	388,3	334,5	23,07
36,5	1,39314	1,1615	389,6	335,4	23,15
36,6	1,39332	1,1620	390,9	336,4	23,22
36,7	1,39351	1,1625	392,2	337,3	23,30
36,8	1,39370	1,1630	393,4	338,3	23,37
36,9	1,39389	1,1635	394,7	339,2	23,45
37,0	1,39408	1,1641	396,0	340,2	23,53
37,1	1,39427	1,1646	397,3	341,1	23,60
37,2	1,39446	1,1651	398,6	342,1	23,68
37,3	1,39465	1,1656	399,8	343,0	23,75
37,4	1,39484	1,1661	401,1	344,0	23,83
37,5	1,39504	1,1666	402,4	344,9	23,91
37,6	1,39523	1,1672	403,7	345,9	23,99
37,7	1,39542	1,1677	405,0	346,8	24,06
37,8	1,39561	1,1682	406,2	347,7	24,13
37,9	1,39580	1,1687	407,5	348,7	24,21
38,0	1,39599	1,1692	408,8	349,6	24,29
38,1	1,39618	1,1698	410,1	350,6	24,37
38,2	1,39637	1,1703	411,3	351,5	24,44
38,3	1,39657	1,1708	412,6	352,4	24,51
38,4	1,39676	1,1713	413,9	353,4	24,59
38,5	1,39695	1,1718	415,2	354,3	24,67
38,6	1,39714	1,1723	416,4	355,2	24,74
38,7	1,39733	1,1728	417,7	356,1	24,82
38,8	1,39753	1,1733	419,0	357,1	24,90
38,9	1,39772	1,1739	420,2	358,0	24,97
39,0	1,39791	1,1744	421,5	358,9	25,04
39,1	1,39810	1,1749	422,8	359,8	25,12
39,2	1,39830	1,1754	424,1	360,8	25,20
39,3	1,39849	1,1759	425,3	361,7	25,27
39,4	1,39869	1,1764	426,6	362,6	25,35
39,5	1,39888	1,1770	427,9	363,6	25,42
39,6	1,39907	1,1775	429,2	364,5	25,50
39,7	1,39927	1,1780	430,5	365,4	25,58
39,8	1,39946	1,1785	431,7	366,3	25,65
39,9	1,39966	1,1790	433,0	367,3	25,73

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
40,0	1,39985	1,1796	434,3	368,2	25,80
40,1	1,40004	1,1801	435,6	369,2	25,88
40,2	1,40024	1,1806	437,0	370,1	25,96
40,3	1,40043	1,1812	438,3	371,1	26,04
40,4	1,40063	1,1817	439,7	372,1	26,12
40,5	1,40083	1,1823	441,0	373,0	26,20
40,6	1,40102	1,1828	442,3	374,0	26,28
40,7	1,40122	1,1833	443,7	374,9	26,36
40,8	1,40141	1,1839	445,0	375,9	26,44
40,9	1,40161	1,1844	446,4	376,9	26,52
41,0	1,40180	1,1850	447,7	377,8	26,60
41,1	1,40200	1,1855	449,0	378,7	26,68
41,2	1,40219	1,1860	450,2	379,6	26,75
41,3	1,40239	1,1865	451,5	380,5	26,83
41,4	1,40259	1,1870	452,8	381,4	26,90
41,5	1,40279	1,1875	454,1	382,3	26,98
41,6	1,40298	1,1881	455,3	383,2	27,05
41,7	1,40318	1,1886	456,6	384,2	27,13
41,8	1,40338	1,1891	457,9	385,1	27,21
41,9	1,40357	1,1896	459,1	386,0	27,28
42,0	1,40377	1,1901	460,4	386,9	27,35
42,1	1,40397	1,1907	461,7	387,8	27,43
42,2	1,40417	1,1912	463,1	388,8	27,52
42,3	1,40436	1,1917	464,4	389,7	27,59
42,4	1,40456	1,1923	465,8	390,7	27,68
42,5	1,40476	1,1928	467,2	391,6	27,76
42,6	1,40496	1,1934	468,5	392,6	27,84
42,7	1,40516	1,1939	469,9	393,5	27,92
42,8	1,40535	1,1945	471,2	394,5	28,00
42,9	1,40555	1,1950	472,6	395,4	28,08
43,0	1,40575	1,1956	473,9	396,4	28,16
43,1	1,40595	1,1961	475,2	397,3	28,23
43,2	1,40615	1,1967	476,6	398,3	28,32
43,3	1,40635	1,1972	477,9	399,2	28,40
43,4	1,40655	1,1977	479,3	400,1	28,48
43,5	1,40675	1,1983	480,6	401,1	28,56
43,6	1,40695	1,1988	481,9	402,0	28,63
43,7	1,40715	1,1994	483,3	402,9	28,72
43,8	1,40735	1,1999	484,6	403,9	28,79
43,9	1,40755	1,2005	486,0	404,8	28,88
44,0	1,40775	1,2010	487,3	405,7	28,95
44,1	1,40795	1,2015	488,6	406,7	29,03
44,2	1,40815	1,2021	490,0	407,6	29,11
44,3	1,40836	1,2026	491,3	408,5	29,19
44,4	1,40856	1,2032	492,7	409,5	29,27
44,5	1,40876	1,2037	494,0	410,4	29,35
44,6	1,40896	1,2042	495,3	411,3	29,43
44,7	1,40916	1,2048	496,7	412,3	29,51
44,8	1,40937	1,2053	498,0	413,2	29,59
44,9	1,40957	1,2059	499,4	414,1	29,67

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
45,0	1,40977	1,2064	500,7	415,0	29,75
45,1	1,40997	1,2070	502,1	416,0	29,83
45,2	1,41018	1,2076	503,5	417,0	29,92
45,3	1,41038	1,2081	504,9	417,9	30,00
45,4	1,41058	1,2087	506,3	418,9	30,08
45,5	1,41079	1,2093	507,8	419,9	30,17
45,6	1,41099	1,2098	509,2	420,9	30,25
45,7	1,41119	1,2104	510,6	421,8	30,34
45,8	1,41139	1,2110	512,0	422,8	30,42
45,9	1,41160	1,2115	513,4	423,7	30,50
46,0	1,41180	1,2121	514,8	424,7	30,59
46,1	1,41200	1,2127	516,1	425,6	30,66
46,2	1,41221	1,2132	517,5	426,5	30,75
46,3	1,41241	1,2137	518,8	427,5	30,82
46,4	1,41262	1,2143	520,2	428,4	30,91
46,5	1,41282	1,2148	521,5	429,3	30,99
46,6	1,41302	1,2154	522,8	430,2	31,06
46,7	1,41323	1,2159	524,2	431,1	31,15
46,8	1,41343	1,2165	525,5	432,0	31,22
46,9	1,41364	1,2170	526,9	432,9	31,31
47,0	1,41384	1,2175	528,2	433,8	31,38
47,1	1,41405	1,2181	529,6	434,8	31,47
47,2	1,41425	1,2187	531,0	435,7	31,55
47,3	1,41446	1,2192	532,4	436,7	31,63
47,4	1,41466	1,2198	533,8	437,6	31,72
47,5	1,41487	1,2204	535,3	438,6	31,81
47,6	1,41508	1,2210	536,7	439,5	31,89
47,7	1,41528	1,2215	538,1	440,5	31,97
47,8	1,41549	1,2221	539,5	441,4	32,05
47,9	1,41569	1,2227	540,9	442,4	32,14
48,0	1,41590	1,2232	542,3	443,3	32,22
48,1	1,41611	1,2238	543,6	444,2	32,30
48,2	1,41632	1,2243	545,0	445,1	32,38
48,3	1,41652	1,2249	546,3	446,0	32,46
48,4	1,41673	1,2254	547,7	446,9	32,59
48,5	1,41694	1,2260	549,1	447,8	32,63
48,6	1,41715	1,2265	550,4	448,7	32,70
48,7	1,41736	1,2271	551,8	449,7	32,79
48,8	1,41756	1,2276	553,1	450,6	32,86
48,9	1,41777	1,2282	554,5	451,4	32,95
49,0	1,41798	1,2287	555,8	452,3	33,02
49,1	1,41819	1,2293	557,2	453,3	33,11
49,2	1,41840	1,2298	558,6	454,2	33,19
49,3	1,41861	1,2304	560,0	455,1	33,27
49,4	1,41882	1,2310	561,4	456,1	33,36
49,5	1,41903	1,2315	562,8	457,0	33,44
49,6	1,41924	1,2321	564,2	457,9	33,52
49,7	1,41945	1,2327	565,6	458,8	33,61
49,8	1,41966	1,2332	567,0	459,8	33,69
49,9	1,41987	1,2338	568,4	460,7	33,77

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
50,0	1,42008	1,2344	569,8	461,6	33,86
50,1	1,42029	1,2349	571,2	462,5	33,94
50,2	1,42050	1,2355	572,6	463,5	34,02
50,3	1,42071	1,2361	574,0	464,4	34,10
50,4	1,42092	1,2366	575,4	465,3	34,19
50,5	1,42114	1,2372	576,9	466,2	34,28
50,6	1,42135	1,2378	578,3	467,2	34,36
50,7	1,42156	1,2384	579,7	468,1	34,44
50,8	1,42177	1,2389	581,1	469,0	34,53
50,9	1,42198	1,2395	582,5	469,9	34,61
51,0	1,42219	1,2401	583,9	470,9	34,69
51,1	1,42240	1,2407	585,4	471,8	34,78
51,2	1,42261	1,2413	586,9	472,8	34,87
51,3	1,42283	1,2419	588,3	473,8	34,95
51,4	1,42304	1,2425	589,8	474,7	35,04
51,5	1,42325	1,2431	591,3	475,7	35,13
51,6	1,42346	1,2437	592,8	476,6	35,22
51,7	1,42367	1,2443	594,3	477,6	35,31
51,8	1,42389	1,2449	595,7	478,6	35,39
51,9	1,42410	1,2455	597,2	479,5	35,48
52,0	1,42431	1,2461	598,7	480,5	35,57
52,1	1,42452	1,2466	600,1	481,4	35,65
52,2	1,42474	1,2472	601,5	482,3	35,74
52,3	1,42495	1,2478	602,9	483,2	35,82
52,4	1,42517	1,2483	604,3	484,1	35,91
52,5	1,42538	1,2489	605,8	485,0	35,99
52,6	1,42559	1,2495	607,2	485,9	36,08
52,7	1,42581	1,2500	608,6	486,8	36,16
52,8	1,42602	1,2506	610,0	487,7	36,24
52,9	1,42624	1,2512	611,4	488,6	36,33
53,0	1,42645	1,2518	612,8	489,6	36,41
53,1	1,42666	1,2524	614,3	490,5	36,50
53,2	1,42686	1,2530	615,8	491,4	36,59
53,3	1,42707	1,2536	617,2	492,4	36,67
53,4	1,42727	1,2542	618,7	493,3	36,76
53,5	1,42748	1,2548	620,2	494,3	36,85
53,6	1,42769	1,2554	621,7	495,2	36,94
53,7	1,42789	1,2560	623,2	496,2	37,03
53,8	1,42810	1,2566	624,6	497,1	37,11
53,9	1,42830	1,2571	626,1	498,0	37,20
54,0	1,42851	1,2577	627,6	499,0	37,29
54,1	1,42874	1,2583	629,0	499,9	37,37
54,2	1,42897	1,2589	630,4	500,8	37,45
54,3	1,42919	1,2595	631,8	501,7	37,54
54,4	1,42942	1,2600	633,2	502,6	37,62
54,5	1,42965	1,2606	634,7	503,5	37,71
54,6	1,42988	1,2612	636,1	504,3	37,79
54,7	1,43011	1,2617	637,5	505,2	37,88
54,8	1,43033	1,2623	638,9	506,1	37,96
54,9	1,43056	1,2629	640,3	507,0	38,04

▼В

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
55,0	1,43079	1,2635	641,7	507,9	38,11
55,1	1,43101	1,2640	643,2	508,8	38,22
55,2	1,43123	1,2646	644,6	509,7	38,30
55,3	1,43145	1,2652	646,1	510,7	38,39
55,4	1,43167	1,2658	647,6	511,6	38,48
55,5	1,43189	1,2664	649,1	512,5	38,57
55,6	1,43210	1,2670	650,5	513,4	38,65
55,7	1,43232	1,2676	652,0	514,3	38,74
55,8	1,43254	1,2682	653,5	515,3	38,83
55,9	1,43276	1,2688	654,9	516,2	38,91
56,0	1,43298	1,2694	656,4	517,1	39,00
56,1	1,43320	1,2700	657,9	518,0	39,09
56,2	1,43342	1,2706	659,4	518,9	39,18
56,3	1,43364	1,2712	660,8	519,9	39,26
56,4	1,43386	1,2718	662,3	520,8	39,35
56,5	1,43409	1,2724	663,8	521,7	39,44
56,6	1,43431	1,2730	665,3	522,6	39,53
56,7	1,43453	1,2736	666,8	523,5	39,62
56,8	1,43475	1,2742	668,2	524,4	39,70
56,9	1,43497	1,2748	669,7	525,4	39,79
57,0	1,43519	1,2754	671,2	526,3	39,88
57,1	1,43541	1,2760	672,7	527,2	39,97
57,2	1,43563	1,2766	674,3	528,2	40,06
57,3	1,43586	1,2773	675,8	529,1	40,15
57,4	1,43608	1,2779	677,4	530,1	40,25
57,5	1,43630	1,2785	678,9	531,0	40,34
57,6	1,43652	1,2791	680,4	532,0	40,43
57,7	1,43674	1,2797	682,0	532,9	40,52
57,8	1,43697	1,2804	683,5	533,8	40,61
57,9	1,43719	1,2810	685,1	534,8	40,70
58,0	1,43741	1,2816	686,6	535,7	40,80
58,1	1,43763	1,2822	688,1	536,6	40,88
58,2	1,43786	1,2828	689,6	537,5	40,97
58,3	1,43808	1,2834	691,0	538,4	41,06
58,4	1,43831	1,2840	692,5	539,3	41,14
58,5	1,43854	1,2846	694,0	540,2	41,23
58,6	1,43876	1,2852	695,5	541,1	41,32
58,7	1,43899	1,2858	697,0	542,0	41,41
58,8	1,43921	1,2864	698,4	542,9	41,50
58,9	1,43944	1,2870	699,9	543,8	41,58
59,0	1,43966	1,2876	701,4	544,7	41,67
59,1	1,43989	1,2882	702,9	545,7	41,76
59,2	1,44011	1,2888	704,5	546,6	41,86
59,3	1,44034	1,2895	706,0	547,5	41,95
59,4	1,44056	1,2901	707,6	548,5	42,04
59,5	1,44079	1,2907	709,1	549,4	42,13
59,6	1,44102	1,2913	710,6	550,3	42,22
59,7	1,44124	1,2920	712,2	551,2	42,32
59,8	1,44147	1,2926	713,7	552,2	42,41
59,9	1,44169	1,2932	715,3	553,1	42,50

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
60,0	1,44192	1,2938	716,8	554,0	42,59
60,1	1,44215	1,2944	718,3	554,9	42,68
60,2	1,44237	1,2950	719,8	555,8	42,77
60,3	1,44260	1,2956	721,2	556,7	42,85
60,4	1,44283	1,2962	722,7	557,6	42,94
60,5	1,44306	1,2968	724,2	558,4	43,03
60,6	1,44328	1,2974	725,7	559,3	43,12
60,7	1,44351	1,2980	727,2	560,2	43,21
60,8	1,44374	1,2986	728,6	561,1	43,29
60,9	1,44396	1,2992	730,1	562,0	43,38
61,0	1,44419	1,2998	731,6	562,8	43,47
61,1	1,44442	1,3004	733,1	563,8	43,56
61,2	1,44465	1,3011	734,7	564,7	43,65
61,3	1,44488	1,3017	736,2	565,6	43,74
61,4	1,44511	1,3023	737,8	566,5	43,84
61,5	1,44533	1,3030	739,4	567,4	43,93
61,6	1,44556	1,3036	740,9	568,4	44,02
61,7	1,44579	1,3042	742,5	569,3	44,12
61,8	1,44602	1,3048	744,0	570,2	44,21
61,9	1,44625	1,3055	745,6	571,1	44,30
62,0	1,44648	1,3061	747,1	572,0	44,39
62,1	1,44671	1,3067	748,6	572,9	44,48
62,2	1,44694	1,3073	750,2	573,8	44,57
62,3	1,44717	1,3080	751,7	574,7	44,66
62,4	1,44740	1,3086	753,3	575,6	44,76
62,5	1,44764	1,3092	754,8	576,5	44,85
62,6	1,44787	1,3098	756,3	577,4	44,94
62,7	1,44810	1,3104	757,9	578,3	45,03
62,8	1,44833	1,3111	759,4	579,2	45,12
62,9	1,44856	1,3117	761,0	580,1	45,21
63,0	1,44879	1,3123	762,5	581,0	45,31
63,1	1,44902	1,3130	764,1	582,0	45,40
63,2	1,44926	1,3136	765,7	582,9	45,49
63,3	1,44949	1,3143	767,3	583,8	45,59
63,4	1,44972	1,3149	768,9	584,8	45,69
63,5	1,44996	1,3156	770,6	585,7	45,79
63,6	1,45019	1,3162	772,2	586,6	45,88
63,7	1,45042	1,3169	773,8	587,6	45,98
63,8	1,45065	1,3175	775,4	588,5	46,07
63,9	1,45089	1,3182	777,0	589,4	46,17
64,0	1,45112	1,3188	778,6	590,4	46,26
64,1	1,45135	1,3195	780,1	591,3	46,35
64,2	1,45159	1,3201	781,7	592,1	46,45
64,3	1,45183	1,3207	783,2	593,0	46,53
64,4	1,45206	1,3213	784,8	593,9	46,63
64,5	1,45230	1,3219	786,3	594,8	46,72
64,6	1,45253	1,3226	787,8	595,7	46,81
64,7	1,45276	1,3232	789,4	596,6	46,90
64,8	1,45300	1,3238	790,9	597,5	46,99
64,9	1,45324	1,3244	792,5	598,3	47,09

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
65,0	1,45347	1,3251	794,0	599,2	47,18
65,1	1,45371	1,3257	795,6	600,1	47,27
65,2	1,45394	1,3264	797,2	601,1	47,37
65,3	1,45418	1,3270	798,8	602,0	47,46
65,4	1,45441	1,3277	800,4	602,9	47,56
65,5	1,45465	1,3283	802,1	603,8	47,66
65,6	1,45489	1,3290	803,7	604,7	47,75
65,7	1,45512	1,3296	805,3	605,6	47,85
65,8	1,45536	1,3303	806,9	606,6	47,94
65,9	1,45559	1,3309	808,5	607,5	48,04
66,0	1,45583	1,3316	810,1	608,4	48,13
66,1	1,45607	1,3322	811,6	609,3	48,22
66,2	1,45630	1,3328	813,2	610,1	48,32
66,3	1,45654	1,3335	814,8	611,0	48,41
66,4	1,45678	1,3341	816,3	611,9	48,50
66,5	1,45702	1,3347	817,9	612,8	48,60
66,6	1,45725	1,3353	819,4	613,6	48,69
66,7	1,45749	1,3360	820,9	614,5	48,77
66,8	1,45773	1,3366	822,5	615,4	48,87
66,9	1,45796	1,3372	824,1	616,2	48,97
67,0	1,45820	1,3378	825,6	617,1	49,05
67,1	1,45844	1,3385	827,2	618,0	49,15
67,2	1,45868	1,3391	828,8	618,9	49,24
67,3	1,45892	1,3398	830,4	619,8	49,34
67,4	1,45916	1,3404	832,0	620,7	49,43
67,5	1,45940	1,3411	833,7	621,6	49,53
67,6	1,45964	1,3418	835,3	622,5	49,63
67,7	1,45988	1,3424	836,9	623,4	49,73
67,8	1,46012	1,3431	838,5	624,3	49,82
67,9	1,46036	1,3437	840,1	625,2	49,92
68,0	1,46060	1,3444	841,7	626,1	50,01
68,1	1,46084	1,3450	843,4	627,0	50,11
68,2	1,46108	1,3457	845,1	628,0	50,21
68,3	1,46132	1,3464	846,7	628,9	50,31
68,4	1,46156	1,3471	848,4	629,8	50,41
68,5	1,46181	1,3478	850,1	630,8	50,51
68,6	1,46205	1,3484	851,8	631,7	50,61
68,7	1,46229	1,3491	853,5	632,6	50,71
68,8	1,46253	1,3498	855,1	633,5	50,81
68,9	1,46277	1,3505	856,8	634,5	50,91
69,0	1,46301	1,3512	858,5	635,4	51,01
69,1	1,46325	1,3518	860,1	636,3	51,10
69,2	1,46350	1,3525	861,7	637,2	51,20
69,3	1,46374	1,3531	863,3	638,0	51,29
69,4	1,46398	1,3538	864,9	638,9	51,39
69,5	1,46423	1,3544	866,6	639,8	51,49
69,6	1,46447	1,3551	868,2	640,7	51,58
69,7	1,46471	1,3557	869,8	641,6	51,68
69,8	1,46495	1,3564	871,4	642,4	51,78
69,9	1,46520	1,3570	873,0	643,3	51,87

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % при темпе- ратура 20 °C
70,0	1,46544	1,3577	874,6	644,2	51,97
70,1	1,46568	1,3583	876,2	645,1	52,06
70,2	1,46593	1,3590	877,8	645,9	52,15
70,3	1,46618	1,3596	879,4	646,8	52,25
70,4	1,46642	1,3603	881,0	647,7	52,35
70,5	1,46667	1,3609	882,7	648,6	52,45
70,6	1,46691	1,3616	884,3	649,4	52,54
70,7	1,46715	1,2622	885,9	650,3	52,64
70,8	1,46740	1,3629	887,5	651,2	52,73
70,9	1,46765	1,3635	889,1	652,1	52,83
71,0	1,46789	1,3642	890,7	652,9	52,92
71,1	1,46814	1,3649	892,4	653,8	53,02
71,2	1,46838	1,3655	894,1	654,7	53,12
71,3	1,46863	1,3662	895,7	655,6	53,22
71,4	1,46888	1,3669	897,4	656,5	53,32
71,5	1,46913	1,3676	899,1	657,4	53,42
71,6	1,46937	1,3683	900,8	658,3	53,52
71,7	1,46962	1,3689	902,5	659,2	53,62
71,8	1,46987	1,3696	904,1	660,1	53,72
71,9	1,47011	1,3703	905,8	661,0	53,82
72,0	1,47036	1,3710	907,5	661,9	53,92
72,1	1,47061	1,3717	909,2	662,8	54,02
72,2	1,47086	1,3723	910,8	663,7	54,12
72,3	1,47110	1,3730	912,5	664,6	54,22
72,4	1,47135	1,3737	914,2	665,5	54,32
72,5	1,47160	1,3744	915,9	666,4	54,42
72,6	1,47185	1,3750	917,5	667,3	54,51
72,7	1,47210	1,3757	919,2	668,2	54,62
72,8	1,47234	1,3764	920,9	669,0	54,72
72,9	1,47259	1,3771	922,5	669,9	54,81
73,0	1,47284	1,3777	924,2	670,8	54,91
73,1	1,47309	1,3784	925,9	671,7	55,01
73,2	1,47334	1,3791	927,6	672,6	55,11
73,3	1,47359	1,3798	929,2	673,5	55,21
73,4	1,47384	1,3804	930,9	674,4	55,31
73,5	1,47409	1,3811	932,6	675,2	55,41
73,6	1,47434	1,3818	934,3	676,1	55,51
73,7	1,47459	1,3825	936,0	677,0	55,61
73,8	1,47484	1,3832	937,6	677,9	55,71
73,9	1,47509	1,3838	939,3	678,8	55,81
74,0	1,47534	1,3845	941,0	679,7	55,91
74,1	1,47559	1,3852	942,7	680,5	56,01
74,2	1,47584	1,3859	944,4	681,4	56,11
74,3	1,47609	1,3866	946,0	682,3	56,21
74,4	1,47634	1,3872	947,7	683,2	56,31
74,5	1,47660	1,3879	949,4	684,0	56,41
74,6	1,47685	1,3886	951,1	684,9	56,51
74,7	1,47710	1,3893	952,8	685,8	56,61
74,8	1,47735	1,3900	954,4	686,7	56,71
74,9	1,47760	1,3906	956,1	687,5	56,81



ТАБЛИЦА III

Съдържание на захар⁽¹⁾ в ректифицирана концентрирана мъст в грамове на литър и грамове на килограм, определено с рефрактометър, градуиран в проценти от масата на захарозата или в коефициенти на рефракция при температура 20 °С. Плътноста е определена при температура 20 °С

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °С	Плътност 20 °С	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % 20 °С
50,0	1,42008	1,2342	627,6	508,5	37,28
50,1	1,42029	1,2348	629,3	509,6	37,38
50,2	1,42050	1,2355	630,9	510,6	37,48
50,3	1,42071	1,2362	632,4	511,6	37,56
50,4	1,42092	1,2367	634,1	512,7	37,66
50,5	1,42113	1,2374	635,7	513,7	37,76
50,6	1,42135	1,2381	637,3	514,7	37,85
50,7	1,42156	1,2386	638,7	515,7	37,94
50,8	1,42177	1,2391	640,4	516,8	38,04
50,9	1,42198	1,2396	641,9	517,8	38,13
51,0	1,42219	1,2401	643,4	518,8	38,22
51,1	1,42240	1,2406	645,0	519,9	38,31
51,2	1,42261	1,2411	646,5	520,9	38,40
51,3	1,42282	1,2416	648,1	522,0	38,50
51,4	1,42304	1,2421	649,6	523,0	38,59
51,5	1,42325	1,2427	651,2	524,0	38,68
51,6	1,42347	1,2434	652,9	525,1	38,78
51,7	1,42368	1,2441	654,5	526,1	38,88
51,8	1,42389	1,2447	656,1	527,1	38,97
51,9	1,42410	1,2454	657,8	528,2	39,07
52,0	1,42432	1,2461	659,4	529,2	39,17
52,1	1,42453	1,2466	661,0	530,2	39,26
52,2	1,42475	1,2470	662,5	531,3	39,35
52,3	1,42496	1,2475	664,1	532,3	39,45
52,4	1,42517	1,2480	665,6	533,3	39,54
52,5	1,42538	1,2486	667,2	534,4	39,63
52,6	1,42560	1,2493	668,9	535,4	39,73
52,7	1,42581	1,2500	670,5	536,4	39,83
52,8	1,42603	1,2506	672,2	537,5	39,93
52,9	1,42624	1,2513	673,8	538,5	40,02
53,0	1,42645	1,2520	675,5	539,5	40,12
53,1	1,42667	1,2525	677,1	540,6	40,22
53,2	1,42689	1,2530	678,5	541,5	40,30
53,3	1,42711	1,2535	680,2	542,6	40,40
53,4	1,42733	1,2540	681,8	543,7	40,50
53,5	1,42754	1,2546	683,4	544,7	40,59
53,6	1,42776	1,2553	685,1	545,8	40,69
53,7	1,42797	1,2560	686,7	546,7	40,79
53,8	1,42819	1,2566	688,4	547,8	40,89
53,9	1,42840	1,2573	690,1	548,9	40,99
54,0	1,42861	1,2580	691,7	549,8	41,09
54,1	1,42884	1,2585	693,3	550,9	41,18
54,2	1,42906	1,2590	694,9	551,9	41,28
54,3	1,42927	1,2595	696,5	553,0	41,37
54,4	1,42949	1,2600	698,1	554,0	41,47
54,5	1,42971	1,2606	699,7	555,1	41,56
54,6	1,42993	1,2613	701,4	556,1	41,66
54,7	1,43014	1,2620	703,1	557,1	41,76
54,8	1,43036	1,2625	704,7	558,2	41,86
54,9	1,43058	1,2630	706,2	559,1	41,95

(¹) Съдържанието на захар е изразено като инвертна захар.

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % 20 °C
55,0	1,43079	1,2635	707,8	560,2	42,04
55,1	1,43102	1,2639	709,4	561,3	42,14
55,2	1,43124	1,2645	711,0	562,3	42,23
55,3	1,43146	1,2652	712,7	563,3	42,33
55,4	1,43168	1,2659	714,4	564,3	42,44
55,5	1,43189	1,2665	716,1	565,4	42,54
55,6	1,43211	1,2672	717,8	566,4	42,64
55,7	1,43233	1,2679	719,5	567,5	42,74
55,8	1,43255	1,2685	721,1	568,5	42,83
55,9	1,43277	1,2692	722,8	569,5	42,93
56,0	1,43298	1,2699	724,5	570,5	43,04
56,1	1,43321	1,2703	726,1	571,6	43,13
56,2	1,43343	1,2708	727,7	572,6	43,23
56,3	1,43365	1,2713	729,3	573,7	43,32
56,4	1,43387	1,2718	730,9	574,7	43,42
56,5	1,43409	1,2724	732,6	575,8	43,52
56,6	1,43431	1,2731	734,3	576,8	43,62
56,7	1,43454	1,2738	736,0	577,8	43,72
56,8	1,43476	1,2744	737,6	578,8	43,81
56,9	1,43498	1,2751	739,4	579,9	43,92
57,0	1,43519	1,2758	741,1	580,9	44,02
57,1	1,43542	1,2763	742,8	582,0	44,12
57,2	1,43564	1,2768	744,4	583,0	44,22
57,3	1,43586	1,2773	745,9	584,0	44,31
57,4	1,43609	1,2778	747,6	585,1	44,41
57,5	1,43631	1,2784	749,3	586,1	44,51
57,6	1,43653	1,2791	751,0	587,1	44,61
57,7	1,43675	1,2798	752,7	588,1	44,71
57,8	1,43698	1,2804	754,4	589,2	44,81
57,9	1,43720	1,2810	756,1	590,2	44,91
58,0	1,43741	1,2818	757,8	591,2	45,01
58,1	1,43764	1,2822	759,5	592,3	45,11
58,2	1,43784	1,2827	761,1	593,4	45,21
58,3	1,43809	1,2832	762,6	594,3	45,30
58,4	1,43832	1,2837	764,3	595,4	45,40
58,5	1,43854	1,2843	766,0	596,4	45,50
58,6	1,43877	1,2850	767,8	597,5	45,61
58,7	1,43899	1,2857	769,5	598,5	45,71
58,8	1,43922	1,2863	771,1	599,5	45,80
58,9	1,43944	1,2869	772,9	600,6	45,91
59,0	1,43966	1,2876	774,6	601,6	46,01
59,1	1,43988	1,2882	776,3	602,6	46,11
59,2	1,44011	1,2889	778,1	603,7	46,22
59,3	1,44034	1,2896	779,8	604,7	46,32
59,4	1,44057	1,2902	781,6	605,8	46,43
59,5	1,44079	1,2909	783,3	606,8	46,53
59,6	1,44102	1,2916	785,2	607,9	46,64
59,7	1,44124	1,2921	786,8	608,9	46,74
59,8	1,44147	1,2926	788,4	609,9	46,83
59,9	1,44169	1,2931	790,0	610,9	46,93

▼В

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % 20 °C
60,0	1,44192	1,2936	791,7	612,0	47,03
60,1	1,44215	1,2942	793,3	613,0	47,12
60,2	1,44238	1,2949	795,2	614,1	47,23
60,3	1,44260	1,2956	796,9	615,1	47,34
60,4	1,44283	1,2962	798,6	616,1	47,44
60,5	1,44305	1,2969	800,5	617,2	47,55
60,6	1,44328	1,2976	802,2	618,2	47,65
60,7	1,44351	1,2981	803,9	619,3	47,75
60,8	1,44374	1,2986	805,5	620,3	47,85
60,9	1,44397	1,2991	807,1	621,3	47,94
61,0	1,44419	1,2996	808,7	622,3	48,04
61,1	1,44442	1,3002	810,5	623,4	48,14
61,2	1,44465	1,3009	812,3	624,4	48,25
61,3	1,44488	1,3016	814,2	625,5	48,36
61,4	1,44511	1,3022	815,8	626,5	48,46
61,5	1,44534	1,3029	817,7	627,6	48,57
61,6	1,44557	1,3036	819,4	628,6	48,67
61,7	1,44580	1,3042	821,3	629,7	48,79
61,8	1,44603	1,3049	823,0	630,7	48,89
61,9	1,44626	1,3056	824,8	631,7	48,99
62,0	1,44648	1,3062	826,6	632,8	49,10
62,1	1,44672	1,3068	828,3	633,8	49,20
62,2	1,44695	1,3075	830,0	634,8	49,30
62,3	1,44718	1,3080	831,8	635,9	49,40
62,4	1,44741	1,3085	833,4	636,9	49,50
62,5	1,44764	1,3090	835,1	638,0	49,60
62,6	1,44787	1,3095	836,8	639,0	49,71
62,7	1,44810	1,3101	838,5	640,0	49,81
62,8	1,44833	1,3108	840,2	641,0	49,91
62,9	1,44856	1,3115	842,1	642,1	50,02
63,0	1,44879	1,3121	843,8	643,1	50,12
63,1	1,44902	1,3128	845,7	644,2	50,23
63,2	1,44926	1,3135	847,5	645,2	50,34
63,3	1,44949	1,3141	849,3	646,3	50,45
63,4	1,44972	1,3148	851,1	647,3	50,56
63,5	1,44995	1,3155	853,0	648,4	50,67
63,6	1,45019	1,3161	854,7	649,4	50,77
63,7	1,45042	1,3168	856,5	650,4	50,88
63,8	1,45065	1,3175	858,4	651,5	50,99
63,9	1,45088	1,3180	860,0	652,5	51,08
64,0	1,45112	1,3185	861,6	653,5	51,18
64,1	1,45135	1,3190	863,4	654,6	51,29
64,2	1,45158	1,3195	865,1	655,6	51,39
64,3	1,45181	1,3201	866,9	656,7	51,49
64,4	1,45205	1,3208	868,7	657,7	51,60
64,5	1,45228	1,3215	870,6	658,8	51,71
64,6	1,45252	1,3221	872,3	659,8	51,81
64,7	1,45275	1,3228	874,1	660,8	51,92
64,8	1,45299	1,3235	876,0	661,9	52,03
64,9	1,45322	1,3241	877,8	662,9	52,14

▼B

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % 20 °C
65,0	1,45347	1,3248	879,7	664,0	52,25
65,1	1,45369	1,3255	881,5	665,0	52,36
65,2	1,45393	1,3261	883,2	666,0	52,46
65,3	1,45416	1,3268	885,0	667,0	52,57
65,4	1,45440	1,3275	886,9	668,1	52,68
65,5	1,45463	1,3281	888,8	669,2	52,79
65,6	1,45487	1,3288	890,6	670,2	52,90
65,7	1,45510	1,3295	892,4	671,2	53,01
65,8	1,45534	1,3301	894,2	672,3	53,12
65,9	1,45557	1,3308	896,0	673,3	53,22
66,0	1,45583	1,3315	898,0	674,4	53,34
66,1	1,45605	1,3320	899,6	675,4	53,44
66,2	1,45629	1,3325	901,3	676,4	53,54
66,3	1,45652	1,3330	903,1	677,5	53,64
66,4	1,45676	1,3335	904,8	678,5	53,75
66,5	1,45700	1,3341	906,7	679,6	53,86
66,6	1,45724	1,3348	908,5	680,6	53,96
66,7	1,45747	1,3355	910,4	681,7	54,08
66,8	1,45771	1,3361	912,2	682,7	54,18
66,9	1,45795	1,3367	913,9	683,7	54,29
67,0	1,45820	1,3374	915,9	684,8	54,40
67,1	1,45843	1,3380	917,6	685,8	54,51
67,2	1,45867	1,3387	919,6	686,9	54,62
67,3	1,45890	1,3395	921,4	687,9	54,73
67,4	1,45914	1,3400	923,1	688,9	54,83
67,5	1,45938	1,3407	925,1	690,0	54,95
67,6	1,45962	1,3415	927,0	691,0	55,06
67,7	1,45986	1,3420	928,8	692,1	55,17
67,8	1,46010	1,3427	930,6	693,1	55,28
67,9	1,46034	1,3434	932,6	694,2	55,40
68,0	1,46060	1,3440	934,4	695,2	55,50
68,1	1,46082	1,3447	936,2	696,2	55,61
68,2	1,46106	1,3454	938,0	697,2	55,72
68,3	1,46130	1,3460	939,9	698,3	55,83
68,4	1,46154	1,3466	941,8	699,4	55,94
68,5	1,46178	1,3473	943,7	700,4	56,06
68,6	1,46202	1,3479	945,4	701,4	56,16
68,7	1,46226	1,3486	947,4	702,5	56,28
68,8	1,46251	1,3493	949,2	703,5	56,38
68,9	1,46275	1,3499	951,1	704,6	56,50
69,0	1,46301	1,3506	953,0	705,6	56,61
69,1	1,46323	1,3513	954,8	706,6	56,72
69,2	1,46347	1,3519	956,7	707,7	56,83
69,3	1,46371	1,3526	958,6	708,7	56,94
69,4	1,46396	1,3533	960,6	709,8	57,06
69,5	1,46420	1,3539	962,4	710,8	57,17
69,6	1,46444	1,3546	964,3	711,9	57,28
69,7	1,46468	1,3553	966,2	712,9	57,39
69,8	1,46493	1,3560	968,2	714,0	57,51
69,9	1,46517	1,3566	970,0	715,0	57,62

▼В

Захароза % (m/m)	Коефициент на рефракция 20 °C	Плътност 20 °C	Захар в g/l	Захар в g/kg	Алкохолно съдържание % 20 °C
70,0	1,46544	1,3573	971,8	716,0	57,72
70,1	1,46565	1,3579	973,8	717,1	57,84
70,2	1,46590	1,3586	975,6	718,1	57,95
70,3	1,46614	1,3593	977,6	719,2	58,07
70,4	1,46639	1,3599	979,4	720,2	58,18
70,5	1,46663	1,3606	981,3	721,2	58,29
70,6	1,46688	1,3613	983,3	722,3	58,41
70,7	1,46712	1,3619	985,2	723,4	58,52
70,8	1,46737	1,3626	987,1	724,4	58,63
70,9	1,46761	1,3633	988,9	725,4	58,74
71,0	1,46789	1,3639	990,9	726,5	58,86
71,1	1,46810	1,3646	992,8	727,5	58,97
71,2	1,46835	1,3653	994,8	728,6	59,09
71,3	1,46859	1,3659	996,6	729,6	59,20
71,4	1,46884	1,3665	998,5	730,7	59,31
71,5	1,46908	1,3672	1 000,4	731,7	59,42
71,6	1,46933	1,3678	1 002,2	732,7	59,53
71,7	1,46957	1,3685	1 004,2	733,8	59,65
71,8	1,46982	1,3692	1 006,1	734,8	59,76
71,9	1,47007	1,3698	1 008,0	735,9	59,88
72,0	1,47036	1,3705	1 009,9	736,9	59,99
72,1	1,47056	1,3712	1 012,0	738,0	60,11
72,2	1,47081	1,3718	1 013,8	739,0	60,22
72,3	1,47106	1,3725	1 015,7	740,0	60,33
72,4	1,47131	1,3732	1 017,7	741,1	60,45
72,5	1,47155	1,3738	1 019,5	742,1	60,56
72,6	1,47180	1,3745	1 021,5	743,2	60,68
72,7	1,47205	1,3752	1 023,4	744,2	60,79
72,8	1,47230	1,3758	1 025,4	745,3	60,91
72,9	1,47254	1,3765	1 027,3	746,3	61,02
73,0	1,47284	1,3772	1 029,3	747,4	61,14
73,1	1,47304	1,3778	1 031,2	748,4	61,25
73,2	1,47329	1,3785	1 033,2	749,5	61,37
73,3	1,47354	1,3792	1 035,1	750,5	61,48
73,4	1,47379	1,3798	1 037,1	751,6	61,60
73,5	1,47404	1,3805	1 039,0	752,6	61,72
73,6	1,47429	1,3812	1 040,9	753,6	61,83
73,7	1,47454	1,3818	1 042,8	754,7	61,94
73,8	1,47479	1,3825	1 044,8	755,7	62,06
73,9	1,47504	1,3832	1 046,8	756,8	62,18
74,0	1,47534	1,3838	1 048,6	757,8	62,28
74,1	1,47554	1,3845	1 050,7	758,9	62,41
74,2	1,47579	1,3852	1 052,6	759,9	62,52
74,3	1,47604	1,3858	1 054,6	761,0	62,64
74,4	1,47629	1,3865	1 056,5	762,0	62,76
74,5	1,47654	1,3871	1 058,5	763,1	62,87
74,6	1,47679	1,3878	1 060,4	764,1	62,99
74,7	1,47704	1,3885	1 062,3	765,1	63,10
74,8	1,47730	1,3892	1 064,4	766,2	63,23
74,9	1,47755	1,3898	1 066,3	767,2	63,33
75,0	1,47785	1,3905	1 068,3	768,3	63,46

▼ B**3. АЛКОХОЛНО СЪДЪРЖАНИЕ****1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

Алкохолното съдържание е равно на литрите етилов алкохол, съдържащи се в 100 литра вино, измерени при температура 20 ° C, и се обозначава се със символа „об. %“.

Забележка:

Хомолозите на етиловия алкохол заедно с производните му като етилови естери се включват в алкохолното съдържание, тъй като те присъстват и в дестилата.

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

2.1. Дестилация на вино, алкализирано чрез суспензия на калциев хидроксид. Измерване алкохолното съдържание на дестилата.

▼ M12**2.2. Референтни методи:**

- определяне на алкохолното съдържание на дестилата чрез пикнометър,
- определяне на алкохолното съдържание на вината с помощта на хидростатични везни,
- определяне на алкохолното съдържание на вината чрез електронна денсиметрия, като се използва честотен осцилатор.

▼ B**2.3. Обичайни методи:**

2.3.1. *Измерване на алкохолното съдържание на дестилата с помощта на ареометър.*

▼ M11**▼ B**

2.3.3. *Определяне алкохолното съдържание на дестилата чрез рефрактометрия.*

Забележка:

За изчисляване на алкохолното съдържание от плътността на дестилата се използват таблици I, II и III от допълнение II към това приложение. Те са получени въз основа на *Международните таблици за алкохолно съдържание*, публикувани през 1972 г. от Международната организация за законодателна метрология в Препоръка № 22, и приети от OIV (Обща асамблея, 1974 г.)

Таблица I представя общата формула, изразяваща връзката между алкохолното съдържание и плътността на смеси на алкохол и вода като функция на температурата.

3. ПОЛУЧАВАНЕ НА ДЕСТИЛАТ**3.1. Апаратура**

3.1.1. Дестилационен апарат, състоящ се от:

- колба с вместимост един литър с кръгло дъно и съединителни елементи от шлифовано стъкло;
- ректификационна колона с височина около 20 cm или друго устройство, предотвратяващо загубата на веществото;
- източник на топлина: чрез подходяща конструкция да се избегне възникването на пиролиза на извлеченото вещество;
- хладник с изтеглен край, който отвежда дестилата до дъното на мерителна колба-приемник, съдържаща няколко милилитра вода.

▼B

3.1.2. Апарат за парна дестилация:

1. парогенератор;
2. парна тръба;
3. ректификационна колона;
4. хладник.

За целите на анализа може да бъде използван апарат за дестилация или парна дестилация от всякакъв тип, при условие че той отговаря на следните изисквания:

провеждат се пет поредни дестилации на смес от етилов алкохол и вода с алкохолно съдържание 10 об. %. След петата процедура дестилатът трябва да бъде с алкохолно съдържание от поне 9,9 об.%, т.е. загубата на алкохол при всяка отделна дестилация да не надхвърля 0,02 об. %

3.2. **Реагенти**

- 3.2.1. Суспензия на 2M калциев хидроксид, получена чрез внимателното заливане на 120 g негасена вар (CaO) с един литър вода при температура 60—70 °C.

3.3. **Подготовка на пробата**

Основната част от въглеродния двуокис в младите и газирани вина се отстранява чрез разбъркване на 250—300 ml вино в колба с вместимост 500 ml.

3.4. **Начин на работа**

В мерителна колба от 200 ml се отмерват 200 ml вино.

Записва се температурата на виното.

Виното се прелива в дестилационна колба, към която се прикача парната тръба на апарата за парна дестилация. Градуираната колба се изплаква с четири последователни промивки с вода (5 ml) на дестилационната колба или барбутьора. Добавят се 10 ml калциев хидроксид (3.2.1) и няколко стъклени перли.

Дестилатът се събира в колба от 200 ml, която се използва за измерване на виното.

Ако се използва обикновена дестилация, в колбата се поставят около три четвърти от първоначалния обем и 198—199 ml от дестилата в случай на парна дестилация. Съдържанието се допълва с дестилирана вода до 200 ml, като температурата на дестилата се поддържа в границите на 2 °C от първоначалната температура.

Разбърква се много внимателно с кръгови движения.

Забележка:

В случаите когато вината съдържат изключително големи концентрации на амониев йони, дестилатът може да бъде повторно дестилиран при посочените условия, като суспензията на калциев хидроксид се заменя с един милилитър сярна киселина, разрежена в съотношение 10:100 (v/v).

▼M12

4. РЕФЕРЕНТНИ МЕТОДИ

- 4.A. **Определяне на алкохолното съдържание на дестилата чрез пикнометър**

▼B4.1. **Апаратура**

- 4.1.1. Еталониран пикнометър съгласно описанието в „Определяне на плътността и относителната плътност“ от това приложение, глава 1.

▼ B**4.2. Начин на работа**

Измерва се наблюдаваната плътност на дестилата (точка 3.4) при t °C, както е описано в „Определяне на плътността и относителната плътност“ от това приложение, глава 1, точки 4.3.1 и 4.3.2. Плътността се обозначава с ρ_t .

4.3. Изразяване на резултатите**4.3.1. Изчисление**

С помощта на таблица се определя алкохолното съдържание при температура 20 °C. В хоризонталния ред на таблицата, съответстващ на температурата T (изразена като цяло число), непосредствено под t °C, се намира най-малката стойност на плътността, която е по-голяма от ρ_t , и като се отчита табличната разлика непосредствено под тази плътност се изчислява плътността ρ при температура T .

В реда за температурата T се определя плътността ρ , която е непосредствено по-висока от ρ' , и се изчислява разликата между плътностите ρ и ρ' . Разликата се разделя на табличната разлика, вдясно от плътността ρ' . Частното дава десетичната част от алкохолното съдържание, а цялата част на съдържанието е посочена в началото на колоната, в която се намира плътността ρ' .

Пример за изчисляване на алкохолното съдържание е даден в края на настоящата глава от това приложение.

Забележка:

Температурните корекции са включени в компютърна програма и могат да се извършват автоматично.

4.3.2. Повторяемост, r :

$r = 0,10$ об. %.

4.3.3. Възпроизводимост, R :

$R = 0,19$ об. %.

▼ M12**4.B. Определяне на алкохолното съдържание на вината с помощта на хидростатични везни****▼ M11****1. МЕТОД НА ИЗМЕРВАНЕ****1.1. Увод**

Алкохолното съдържание за единица обем (TAV) на вината трябва да бъде измерено преди тяхната продажба, за да се провери съответствието с правилата за етикетирание.

Алкохолното съдържание за единица обем е равно на броя литри етанол, съдържащи се в 100 литра вино, като и двата обема се измерват при температура от 20 °C. Нейният символ е „об. %“.

1.2. Предмет и област на приложение

Описаният метод за измерване е денсиметрията с използване на хидростатична везна.

В съответствие с разпоредбите на регламентите, които са в сила, за опита е избрана температура 20 °C.

1.3. Принцип и дефиниции

Принципът на метода се състои първо в дестилирането на виното обем по обем. Методът на дестилирането е описан в настоящата глава. Тази дестилация позволява да се елиминират нелетливите вещества. Хомолозите на етанола, както и етанолът и хомолозите на етанола, анга-

▼ **M11**

жирани в естерите, се съдържат в алкохолното съдържание, защото се намират в дестилата.

На второ място се измерва единицата маса на получения дестилат. Тя за една течност при дадена температура е равна на частното от масата и обема ѝ: $\rho = m/V$, за вино тя се изразява в g/ml.

Алкохолното съдържание на вината може да бъде измерено с денсиметър върху хидростатична везна според принципа на Архимед, според който всяко тяло, потопено във флуид, търпи вертикален тласък, насочен отдолу нагоре, равен на теглото на преместения флуид.

1.4. Реагенти

По време на анализа, освен при обратни указания, да се използват само реагенти с аналитично признато качество и вода от минимум 3 клас, отговарящи на дефиницията на стандарт ISO 3696:1987.

1.4.1. *Разтвор за промивки на поплавък (натриев хидроокис, 30 % p/v)*

За да се приготви разтвор от 100 ml, измерете 30 g натриев хидроокис и получите необходимия обем с помощта на етанол на 96 % от обема.

1.5. Апарати и материали

Обичайните лабораторни апарати, а именно:

- 1.5.1. Хидростатични везни моно плато с чувствителност от 1 mg.
- 1.5.2. Поплавък с обем от най-малко 20 ml, специално приспособен за везните, окачен на конец с диаметър по-малък или равен на 0,1 mm.
- 1.5.3. Цилиндрична епруветка с репер за отчитане на нивото. Поплавъкът трябва да може да заеме изцяло обема на епруветката, разположен под репера, повърхността на течността може да бъде пресичана само от надвесения конец. Цилиндричната епруветка трябва да има вътрешен диаметър, по-голям с най-малко 6 mm от диаметъра на поплавката.
- 1.5.4. Термометър (или сонда за измерване на температурата), по който могат да се отчитат градуси и десети от градуса, от 10 до 40 °C, с отклонение от $\pm 0,05$ °C приблизително.
- 1.5.5. Теглилки, еталонирани от признат орган за сертификация.

1.6. Начин на действие

След всяко измерване, поплавъкът и епруветката трябва да бъдат измивани с дестилирана вода, избърсвани с мека лабораторна хартия, без да се изгубят влакната ѝ, и изплакнати с разтвора, чиято единица обем трябва да се определи. Измерванията трябва да бъдат извършени след като апаратът е достигнал максимално ниво на стабилност, за да се ограничат загубите на алкохол от изпарение.

1.6.1. *Еталониране на везните*

Въпреки че везните обикновено са снабдени с вътрешна система за еталониране, хидростатичните везни трябва да могат да се еталонирант с теглилки, контролирани от официален орган за сертификация.

1.6.2. *Еталониране на поплавката*

- 1.6.2.1. Да се напълни цилиндричната епруветка до репера с дестилирана вода (или с еквивалентна чистота, например

▼ M11

— микрофилтрирана вода с проводимост от 18,2 MΩ/cm), чиято температура ще бъде между 15 и 25 °C, но за предпочитане е да е около 20 °C.

1.6.2.2. Да се потопи поплавъкът и термометърът в течността, да се разклати, да се отчете единицата маса на течността върху апарата и, ако е необходимо, да се поправи това отчитане, за да бъде то равно на отчитането на водата при температурата за измерване.

1.6.3. *Контрол с помощта на хидроалкохолен разтвор*

1.6.3.1. Да се напълни цилиндричната епруветка до репера с хидроалкохолна смес с позната концентрация, чиято температура ще бъде между 15 и 25 °C, но за предпочитане е да е около 20 °C.

1.6.3.2. Да се потопят поплавъкът и термометърът в течността, да се разклати, да се отчете масата за единица обем на течността върху апарата (или алкохолна концентрация, ако последният позволява това). Така установеното алкохолно съдържание трябва да бъде равно на алкохолното съдържание, установено преди това.

Забележка: Този разтвор с познато алкохолно съдържание може също така да замести дестилираната вода за еталонирането на поплавъка.

1.6.4. *Измерване на масата за единица обем на дестилат (или на неговата алкохолно съдържание, ако апаратът позволява това)*

1.6.4.1. Да се изсипе пробният образец в цилиндричната епруветка до репера за отчитане на нивото.

1.6.4.2. Да се потопят поплавъкът и термометърът в течността, тя да се разклати, да се отчете масата за единица обем на течността върху апарата (или алкохолно съдържание, ако последният позволява това). Да се отбележи температурата, ако масата за единица обем е измерена при температура °C ρ_t .

1.6.4.3. Да се коригира ρ_t с помощта на таблица за масите за единица обем ρ_t на хидроалкохолните смеси (таблица II на приложение II към настоящата глава).

1.6.5. *Почистване на поплавъка и на цилиндричната епруветка*

1.6.5.1. Да се потопи поплавъкът в разтвора за промивки, изсипан в епруветката.

1.6.5.2. Да се остави потопен за един час, като се върти равномерно.

1.6.5.3. Да се изплакне обилно с вода от чешмата, след това с дестилирана вода.

1.6.5.4. Да се избърше с мека лабораторна хартия, без да се изгубят влакната ѝ.

Тези операции да се извършат по време на първото използване на поплавъка, а след това — редовно, когато е необходимо.

1.6.6. *Резултат*

С помощта на масата за единица обем ρ_{20} да се изчисли реалното алкохолно съдържание за единица обем, като се използва таблицата, която показва стойността на алкохолното съдържание за единица обем (об. %) при 20 °C в зависимост от масата за единица обем при 20 °C на алкохолните смеси. Става дума за международната алкохолметрична таблица, приета от Международната организация по легална метрология, в нейната Препоръка № 22.

▼ **M11**

2. СРАВНЕНИЕ НА ИЗМЕРВАНИЯТА, ИЗВЪРШЕНИ С ПОМОЩТА НА ХИДРОСТАТИЧНИ ВЕЗНИ, С ИЗМЕРВАНИЯТА, ПОЛУЧЕНИ ОТ ЕЛЕКТРОННА ДЕНСИМЕТРИЯ

От пробата, чието алкохолно съдържание е между 4 об. % и 18 об. %, се предприема измерване на повторемостта и на възпроизводимостта след опит в лаборатория. Става дума за сравнение на измерванията на алкохолното съдържание на различните проби с хидростатични везни и с електронен денсиметър, включващ стойности, свързани с повторемост и възпроизводимост, които произтичат от многогодишни опити за сравнение, извършени в голям мащаб.

2.1. **Образци**

Става дума за вина с различна алкохолна и концентрации, подготвяни всеки месец в промишлен мащаб, взети от складова наличност от бутилки, запазени при нормални условия и доставени анонимно на лабораториите.

2.2. **Лаборатории**

Лаборатории, участващи в месечните опити, организирани от *Unione Italiana Vini* (Verona, Italy) в съответствие с нормативните актове ISO 5725 (UNI 9225) и „International Protocol of Proficiency test for chemical analysis laboratories“, установен от AOAC, ISO и UPAC и според главните ориентации ISO 43 и ILAC G13. На всички участници се представя годишен доклад от цитираното дружество.

2.3. **Апарати:**

2.3.1. Електронни хидростатични везни (чиято точност позволява да се отчита петия десетичен знак на плътността), снабдени евентуално с апарат за обработка на данните.

2.3.2. Електронен денсиметър, евентуално снабден с автоматичен разпределител на образците.

2.4. **Анализи**

Според нормите за легализиране на методите за анализ всеки образец се анализира два последователни пъти, за да се определи алкохолната проба.

2.5. **Резултати**

На таблица 1 са показани резултатите от измерването, получени от лабораториите, които използват хидростатични везни.

На таблица 2 са показани резултатите, получени от лабораториите, които използват електронен денсиметър.

2.6. **Определяне на резултатите**

2.6.1. Резултатите от тези опити са разгледани, за да се изтъкне системната индивидуална грешка ($p < 0,025$), като се използват последователно тестовете на *Cochran* и на *Grubbs* според процедурите, описани в „Protocol international for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance studies“.

2.6.2. *Повторемост (r) и възпроизводимост (R)*

Изчисленията на повторемостта (r) и възпроизводимостта (R), определени в протокола, са извършени според резултатите, които остават след елиминиране на абсурдните стойности. При преценка на нов метод често се случва да не съществува метод за легализирана референция или

▼ **M11**

законен метод за сравнение на критериите за прецизност; следователно, за да се сравнят данните за прецизност, получени при опити, направени в екип, можем да се позовем на „преценени“ нива на прецизност. Тези „преценени“ нива се определят според формулата на *Horwitz*. Сравняването на резултатите от опитите и предвидените нива показва дали методът е достатъчно прецизен за измереното ниво на анализ. Предварително посочената стойност на *Horwitz* се изчислява по формулата на *Horwitz*

$$RSDR = 2^{(1-0,5 \log C)},$$

Където C = измерената концентрация на анализа, изразена в десетични знаци (например $1 \text{ g}/100 \text{ g} = 0,01$)

Стойността *Horrat* дава възможност за сравняване на сегашната прецизност, определена с предварително посочената стойност по формулата на *Horwitz* за метода и на конкретно ниво на концентрация; тя се изчислява, както следва:

$$HoR = RSDR(\text{измерено})/RSDR(\text{Horwitz})$$

2.6.3. *Прецизност, получена в лабораторни условия*

Стойност *Horrat* 1 обикновено посочва задоволителна прецизност, получена в лаборатория, докато стойност, по-голяма от 2, посочва обикновено незадоволителна прецизност, т.е. прекалено променлива прецизност заради аналитични причини или когато полученото колебание е по-високо от колебанието, изчислено по използвания метод. Ног също така се изчислява и използва, за да определи прецизността, получена в лаборатория, като се използва следната апроксимация:

$$RSDr(\text{Horwitz}) = 0,66 RSDR(\text{Horwitz}) \text{ (което предполага следната апроксимация } r = 0,66 R).$$

На таблица 3 са показани разликите между измерванията, получени от лаборатории, използвали електронния денсиметър, и лаборатории, използвали хидростатичните везни. Извън образеца 2000/3, който има много слабо алкохолно съдържание и за който двете техники показват слаба възпроизводимост, при другите образци се наблюдава добро съответствие.

2.6.4. *Параметри за точност*

На таблица 4 е показана средната стойност на параметрите за точност, изчислена на основата на всички месечни опити, които са били направени между януари 1999 г. и май 2001 г.

По конкретно:

Повторяемост (r) = 0,074 (об. %) за хидростатичните везни и 0,06 (об. %) за електронния денсиметър.

Възпроизводимост (R) = 0,229 (об. %) за хидростатичните везни и 0,174 (об. %) за електронния денсиметър.

2.7. **Извод**

Резултатите, които се отнасят до определяне на алкохолното съдържание на широка гама вина, показват, че измерванията, направени с хидростатични везни съвпадат с тези, направени от електронен денсиметър, използващ резонатор за флексия и че стойностите на параметрите за легализиране са близки за двата метода.

▼ M11

Легенда на таблиците:

— Средна стойност	Средна стойност на данните, използвана при статистическите анализи
— N	Общ брой на групите данни
— Nc	Брой на резултатите, изключени от статистическите анализи поради несъответствие
— аномални стойности	Брой на резултатите, изключени от статистическите анализи след определяне на аномалните стойности чрез тестовете на <i>Cochran</i> или <i>Grubbs</i>
— nl	Брой на резултатите, използвани при статистическите анализи
— R	Граница на повторяемост
— Sr	Отклонение според типа повторяемост
— RSDr	Отклонение според типа повторяемост ($Sr \times 100 /$ средна стойност)
— Hor	Стойността <i>Horrat</i> за повторяемостта е RSDr, разделена от стойността RSDr, изчислена по формулата на <i>Horwitz</i> , използвайки апроксимацията $r = 0,66R$
— R	Граница на възпроизводимост
— SR	Отклонение според типа възпроизводимост
— HoR	Стойността <i>Horrat</i> за възпроизводимост е стойността на RSDr разделена от RSDr, изчислена от $HoR = RSDr(\text{измерена})/RSDr$.

Таблица 1: Хидростатични везни (НВ)

	Средна стойност	n	Аномални	nl	г	Sr	RSDr	Hor	R	sR	RSDR	HoR	Брой двоен анализ	Критична разлика CrD95
1999/1	11,043	17	1	16	0,0571	0,0204	0,1846	0,1004	0,1579	0,0564	0,5107	0,18	2	0,1080
1999/2	11,247	14	1	13	0,0584	0,0208	0,1854	0,1011	0,1803	0,0644	0,5727	0,21	2	0,1241
1999/3	11,946	16	0	16	0,0405	0,0145	0,1211	0,0666	0,1593	0,0569	0,4764	0,17	2	0,1108
1999/4	7,653	17	1	16	0,0502	0,0179	0,2344	0,1206	0,1537	0,0549	0,7172	0,24	2	0,1057
1999/5	11,188	17	0	17	0,0871	0,0311	0,2780	0,1515	0,2701	0,0965	0,8622	0,31	2	0,1860
1999/6	11,276	19	0	19	0,0846	0,0302	0,2680	0,1462	0,2957	0,1056	0,9365	0,34	2	0,2047
1999/7	8,018	17	0	17	0,0890	0,0318	0,3964	0,2054	0,2573	0,0919	1,1462	0,39	2	0,1764
1999/9	11,226	17	0	17	0,0580	0,0207	0,1846	0,1423	0,2796	0,0999	0,8896	0,45	2	0,1956
1999/10	11,026	17	0	17	0,0606	0,0216	0,1961	0,1066	0,2651	0,0947	0,8588	0,31	2	0,1850
1999/11	7,701	16	1	15	0,0643	0,0229	0,2980	0,1535	0,2330	0,0832	1,0805	0,37	2	0,1616
1999/12	10,987	17	2	15	0,0655	0,0234	0,2128	0,1156	0,1258	0,0449	0,4089	0,15	2	0,0827
2000/1	11,313	16	0	16	0,0986	0,0352	0,3113	0,1699	0,2577	0,0920	0,8135	0,29	2	0,1754
2000/2	11,232	17	0	17	0,0859	0,0307	0,2731	0,1489	0,2535	0,0905	0,8060	0,29	2	0,1740
2000/3	0,679	10	0	10	0,0680	0,0243	3,5773	1,2783	0,6529	0,2332	34,3395	8,10	2	0,4604
2000/4	11,223	18	0	18	0,0709	0,0253	0,2257	0,1230	0,2184	0,0780	0,6951	0,25	2	0,1503
2000/5	7,439	19	1	18	0,0630	0,0225	0,3023	0,1549	0,1522	0,0544	0,7307	0,25	2	0,1029
2000/6	11,181	19	0	19	0,0536	0,0191	0,1710	0,0932	0,2783	0,0994	0,8890	0,32	2	0,1950
2000/7	10,858	16	0	16	0,0526	0,0188	0,1731	0,0939	0,1827	0,0653	0,6011	0,22	2	0,1265
2000/9	12,031	17	1	16	0,0602	0,0215	0,1787	0,0985	0,2447	0,0874	0,7263	0,26	2	0,1704
2000/10	11,374	18	0	18	0,0814	0,0291	0,2555	0,1395	0,2701	0,0965	0,8482	0,31	2	0,1866
2000/11	7,644	18	0	18	0,0827	0,0295	0,3863	0,1988	0,2289	0,0817	1,0694	0,36	2	0,1565
2000/12	11,314	19	1	18	0,0775	0,0277	0,2447	0,1336	0,2421	0,0864	0,7641	0,28	2	0,1667
2001/1	11,415	19	0	19	0,0950	0,0339	0,2971	0,1623	0,2410	0,0861	0,7539	0,27	2	0,1636
2001/2	11,347	19	0	19	0,0792	0,0283	0,2493	0,1361	0,1944	0,0694	0,6119	0,22	2	0,1316
2001/3	11,818	16	0	16	0,0659	0,0235	0,1990	0,1093	0,2636	0,0941	0,7965	0,29	2	0,1834
2001/4	11,331	17	0	17	0,1067	0,0381	0,3364	0,1836	0,1895	0,0677	0,5971	0,22	2	0,1229
2001/5	8,063	19	1	18	0,0782	0,0279	0,3465	0,1797	0,1906	0,0681	0,8442	0,29	2	0,1290

Таблица 2: Електронен денсиметър (ЕН)

	Средна стойност n1	n	Аномални	nl	г	sr	RSDr	Hor	R	sR	RSDR	HoR	Брой двоен анализ	Критична разлика CrD95
D1999/1	11,019	18	1	17	0,0677	0,0242	0,2196	0,1193	0,1996	0,0713	0,6470	0,23	2	0,1370
D1999/2	11,245	19	2	17	0,0448	0,0160	0,1423	0,0776	0,1311	0,0468	0,4165	0,15	2	0,0900
D1999/3	11,967	21	0	21	0,0701	0,0250	0,2091	0,1151	0,1552	0,0554	0,4631	0,17	2	0,1040
D1999/4	7,643	19	1	18	0,0610	0,0218	0,2852	0,1467	0,1340	0,0479	0,6262	0,21	2	0,0897
D1999/5	11,188	21	3	18	0,0260	0,0093	0,0829	0,0452	0,2047	0,0731	0,6536	0,24	2	0,1442
D1999/6	11,303	21	0	21	0,0652	0,0233	0,2061	0,1125	0,1466	0,0523	0,4631	0,17	2	0,0984
D1999/7	8,026	21	0	21	0,0884	0,0316	0,3935	0,2039	0,1708	0,0610	0,7600	0,26	2	0,1124
D1999/9	11,225	17	0	17	0,0372	0,0133	0,1183	0,0645	0,1686	0,0602	0,5366	0,19	2	0,1178
D1999/10	11,011	19	0	19	0,0915	0,0327	0,2969	0,1613	0,1723	0,0615	0,5588	0,20	2	0,1129
D1999/11	7,648	21	1	20	0,0615	0,0220	0,2872	0,1478	0,1538	0,0549	0,7183	0,24	2	0,1043
D1999/12	10,999	16	1	15	0,0428	0,0153	0,1389	0,0755	0,2015	0,0720	0,6541	0,23	2	0,1408
D2000/1	11,248	22	1	21	0,0697	0,0249	0,2212	0,1206	0,1422	0,0508	0,4516	0,16	2	0,0944
D2000/2	11,240	19	3	16	0,0448	0,0160	0,1424	0,0776	0,1619	0,0578	0,5145	0,19	2	0,1123
D2000/3	0,526	12	1	11	0,0327	0,0117	2,2185	0,7630	0,9344	0,3337	63,4009	14,39	2	0,6605
D2000/4	11,225	19	1	18	0,0476	0,0170	0,1514	0,0825	0,1350	0,0482	0,4295	0,15	2	0,0924
D2000/5	7,423	21	0	21	0,0628	0,0224	0,3019	0,1547	0,2635	0,0941	1,2677	0,43	2	0,1836
D2000/6	11,175	23	2	21	0,0606	0,0217	0,1938	0,1056	0,1697	0,0606	0,5424	0,20	2	0,1161
D2000/7	10,845	21	5	16	0,0440	0,0157	0,1449	0,0786	0,1447	0,0517	0,4766	0,17	2	0,0999
D2000/9	11,983	22	1	21	0,0841	0,0300	0,2507	0,1380	0,2410	0,0861	0,7183	0,26	2	0,1651
D2000/10	11,356	22	1	21	0,0635	0,0227	0,1997	0,1090	0,1865	0,0666	0,5866	0,21	2	0,1280
D2000/11	7,601	27	0	27	0,0521	0,0186	0,2448	0,1258	0,1685	0,0602	0,7916	0,27	2	0,1162
D2000/12	11,322	25	1	24	0,0476	0,0170	0,1503	0,0820	0,1594	0,0569	0,5028	0,18	2	0,1102
D2001/1	11,427	29	0	29	0,0706	0,0252	0,2207	0,1206	0,1526	0,0545	0,4771	0,17	2	0,1020
D2001/2	11,320	29	1	28	0,0675	0,0241	0,2128	0,1161	0,1570	0,0561	0,4952	0,18	2	0,1057
D2001/3	11,826	34	1	33	0,0489	0,0175	0,1476	0,0811	0,1762	0,0629	0,5322	0,19	2	0,1222
D2001/4	11,339	31	2	29	0,0639	0,0228	0,2012	0,1099	0,1520	0,0543	0,4788	0,17	2	0,1026
D2001/5	8,058	28	0	28	0,0473	0,0169	0,2098	0,1088	0,2025	0,0723	0,8976	0,31	2	0,1412

Таблица 3: Сравняване на резултатите между хидростатичните везни (НВ) и електронния денсиметър (ДЕ)

	Средна стойност (НВ)	n	Аномални	nl	Средна стойност (ЕД)	n	Аномални	nl	ΔТАУ(НВ-ЕД)
1999/1	11,043	17	1	16	D1999/1	18	1	17	0,024
1999/2	11,247	14	1	13	D1999/2	19	2	17	0,002
1999/3	11,946	16	0	16	D1999/3	21	0	21	-0,021
1999/4	7,653	17	1	16	D1999/4	19	1	18	0,010
1999/5	11,188	17	0	17	D1999/5	21	3	18	0,000
1999/6	11,276	19	0	19	D1999/6	21	0	21	-0,028
1999/7	8,018	17	0	17	D1999/7	21	0	21	-0,008
1999/9	11,226	17	0	17	D1999/9	17	0	17	0,002
1999/10	11,026	17	0	17	D1999/10	19	0	19	0,015
1999/11	7,701	16	1	15	D1999/11	21	1	20	0,052
1999/12	10,987	17	2	15	D1999/12	16	1	15	-0,013
2000/1	11,313	16	0	16	D2000/1	22	1	21	0,065
2000/2	11,232	17	0	17	D2000/2	19	3	16	-0,008
2000/3	0,679	10	0	10	2000/3	12	1	11 (*)	0,153
2000/4	11,223	18	0	18	D2000/4	19	1	18	-0,002
2000/5	7,439	19	1	18	D2000/5	21	0	21	0,016
2000/6	11,181	19	0	19	D2000/6	23	2	21	0,006
2000/7	10,858	16	0	16	D2000/7	21	5	16	0,013
2000/9	12,031	17	1	16	D2000/9	22	1	21	0,049
2000/10	11,374	18	0	18	D2000/10	22	1	21	0,018
2000/11	7,644	18	0	18	D2000/11	27	0	27	0,043
2000/12	11,314	19	1	18	D2000/12	25	1	24	-0,008
2001/1	11,415	19	0	19	D2001/1	29	0	29	-0,012
2001/2	11,347	19	0	19	D2001/2	29	1	28	0,027
2001/3	11,818	16	0	16	D2001/3	34	1	33	-0,008
2001/4	11,331	17	0	17	D2001/4	31	2	29	-0,008
2001/5	8,063	19	1	18	D2001/5	28	0	28	0,004



Средна стойност (HB)	n	Аномални	nl	Средна стойност (ED)	n	Аномални	nl	ΔTAV(HB-ED)
Обща разлика/TAV (HV-ED)								
Отклонение в типа според разликата								
								0,014
								0,036

(*) Опитът през 2000/3 не е взет предвид.

▼ **M11****Таблица 4: Параметри за точност**

	Хидростатични везни	Електронен денсиметър
n1	441	557
Относително отклонение в повторемостта	0,309	0,267
R	0,074	0,061
Sr	0,026	0,022
Относително отклонение във възпроизводимостта	2,948	2,150
R	0,229	0,174
SR	0,082	0,062

▼ **M12**

4.B. **Определяне на алкохолното съдържание за единица обем на вината чрез електронна денсиметрия, като се използва честотен осцилатор**

1. **Метод на измерване**

1.1. **Заглавие и увод**

Алкохолното съдържание за единица обем (TAV) на вината трябва да се измерва преди тяхното търгуване, за да се вземат предвид правилата за етикетирание.

Алкохолното съдържание за единица обем е определено в точка 1 от настоящата глава.

1.2. **Предмет и сфера на приложение**

Описаният метод на измерване е електронната денсиметрия, която използва честотен осцилатор.

Въз основа на действащите разпоредби температурата на опита е определена на 20 °C.

1.3. **Принцип и дефиниции**

Принципът на метода се състои първо в дестилирането на виното обем по обем. Методът на дестилирането е описан в точка 3 от настоящата глава. Тази дестилация позволява да се елиминират нелетливите вещества. Хомолозите на етанола, както и етанолът и хомолозите на етанола, ангажирани в естерите, влизат в алкохолното съдържание, защото се намират в дестилата.

На един следващ етап се измерва плътността на получения дестилат. Плътността на една течност при дадена температура е равна на частното на нейната маса и обема:

$$P = m/V, \text{ за вино тя се изразява в g/ml.}$$

За хидроалкохолен разтвор, като дестилата, ако се знае температурата, таблиците позволяват да се съпостави алкохолното съдържание с дадена плътност. Това алкохолно съдържание съответства на концентрацията на виното (дестилация от обем на обем).

При настоящия метод плътността на дестилата се измерва чрез електронна денсиметрия, която използва честотен осцилатор. Принципът се състои в измерването на периода на осцилация на епруветка, която съдържа контролна проба, подложена на електромагнитно

▼ **M12**

възбуждане. Тогава се изчислява плътността, тя е свързана с периода на осцилация със следната формула:

$$\rho = T^2 \times \left(\frac{C}{4\pi^2 V} \right) - \left(\frac{M}{V} \right) \quad (1)$$

ρ = плътност на контролната проба

T = период на индуцирана вибрация

M = маса на празната епруветка

C = константа на възстановяване

V = обем на контролната проба при вибрация

Това съотношение приема формата $\rho = A T^2 - B(2)$; следователно съществува линейна връзка между плътността и периода на квадрат. Константите A и B са специфични за всеки осцилатор и се изчисляват, като се измери периодът на флуидите на известната плътност.

1.4. Реактиви и продукти

1.4.1. Референтни флуиди

Два референтни флуида служат за регулиране на денсиметъра. Плътността на референтните флуиди трябва да включва тази на дестилатите, които ще се измерват. Препоръчва се отклонение на плътността между референтните флуиди, която да е по-голяма от 0,01000 g/ml. Тяхната плътност трябва да бъде известна с отклонение, по-малко от +/- 0,00005 g/ml, за температура от 20,00 °C +/- 0,05 °C.

Референтните флуиди за измерването на TAV на вината чрез електронен денсиметър са:

- сухият въздух (незамърсен),
- водата от клас 3 минимум, която отговаря на определението на стандарт ISO 3696:1987,
- хидроалкохолни разтвори с референтна плътност,
- разтвори, свързани с националните еталони за вискозност, по-ниска от 2 mm²/s.

1.4.2. Продукти за почистване и изсушаване

- детергенти, киселини,
- органични разтворители: етанол 96 % vol, чист ацетон.

1.5. Апаратура

1.5.1. Електронен денсиметър с честотен осцилатор

Електронният денсиметър съдържа следните елементи:

- измервателен елемент с епруветка и термостатна камера,
- система за привеждане в състояние на осцилация на епруветката и за измерване на периода на осцилация,
- часовник,
- цифров дисплей и евентуално калкулатор.

Денсиметърът се поставя на съвсем стабилна стойка и се изолира от всякакви вибрации.

1.5.2. Контрол на температурата на измервателния елемент

Епруветката е разположена в термостатна камера. Температурата трябва да показва по-малко отклонение от +/- 0,02 °C.

Когато денсиметърът позволява, необходимо е да се контролира температурата на измервателния елемент,

▼ M12

защото тя оказва силно влияние на резултатите на изчисленията. Плътноста на даден хидроалкохолен разтвор при TAV 10 % vol е 0,98471 g/ml при 20 °C и 0,98447 g/ml при 21 °C, т.е. отклонението е 0,00024 g/ml.

Температурата при опита е 20 °C. Измерването на температурата на нивото на измервателния елемент се осъществява с термометър с разделителна способност по-малко от 0,01 °C, която отговаря на националните еталони. Той трябва да гарантира измерване на температурата с отклонение, по-малко от +/- 0,07 °C.

1.5.3. Калибриране на апарата

Апаратът трябва да бъде калибриран преди първото му използване, след това на всеки шест месеца или когато проверката не покаже задоволителни резултати. Целта е да се използват два референтни флуида, за да се изчислят константите А и В [виж съотношение (2)]. Практическото осъществяване на калибрирането се извършва според инструкциите за употреба на апарата. По принцип това калибриране се извършва със сух въздух (трябва да се държи сметка за атмосферното налягане) и с много чиста вода (двойно дестилирана и/или микрофилтрирана с много високо специфично съпротивление > 18 MΩ).

1.5.4. Проверка на калибрирането

За да се провери калибрирането, се измерва плътността на референтните флуиди.

Всеки ден се прави проверка на плътността на въздуха. Отклонение между теоретичната и наблюдаваната плътност, по-голямо от 0,00008 g/ml, може да означава, че епруветката е замърсена. В такъв случай тя трябва да се почисти. След почистването се проверява отново плътността на въздуха; ако тази проверка не даде резултат, апаратът трябва да се регулира.

Проверява се също така плътността на водата; ако отклонението между теоретичната и наблюдаваната плътност е по-голямо от 0,00008 g/ml, апаратът се регулира.

Ако е трудно да се провери температурата на измервателния елемент, възможно е да се провери направо плътността на хидроалкохолен разтвор при TAV, която може да се сравни с анализирани дестилати.

1.5.5. Контрол

Когато разликата между теоретичната плътност на даден референтен разтвор (познат с отклонение от +/- 0,00005 g/ml) и измерването е по-голяма от 0,00008 g/ml, трябва да се провери температурата в измервателния елемент.

1.6. Определяне и приготвяне на контролни проби

(виж точка 3 „Получаване на дестилат“ от тази глава)

1.7. Начин на работа

След получаване на дестилата се измерва неговата плътност или TAV чрез денсиметър.

Операторът проверява стабилността на температурата и на измервателния елемент. Дестилатът в измервателния елемент на денсиметъра не трябва да съдържа въздушни мехури и трябва да е хомогенен. Ако е налице осветителна система, която позволява да се провери липсата на мехури, тя трябва да бъде изключена веднага след проверката, защото светлината от лампата влияе на температурата на измерване.

▼ **M12**

Ако апаратът отчита само периода, плътността се изчислява благодарение на константите А и В (виж точка 1.3.). Ако апаратът не показва направо TAV, то тя се получава с помощта на таблици и като се знае плътността.

1.8. **Изразяване на резултатите**

Алкохолното съдържание за единица обем на виното е полученото за дестилата. То се изразява в „%vol“.

Ако не са спазени условията за температура, необходимо е да се направи корекция на резултата, за да бъде той валиден при 20 °C. Изразява се с два десетични знака.

1.9. **Забележки**

Обемът, вкаран в измервателния елемент, трябва да бъде достатъчно голям, за да се избегне евентуална зараза, предизвикана от предишна контролна проба. Следователно трябва да се направят поне две измервания. Ако те не дадат резултатите, включени в границата на повторемостта, е необходимо да се направи трето измерване. Обикновено резултатите от двете последни измервания са хомогенни и се елиминира първата стойност.

1.10. **Точност**

За контролните проби на TAV между 4 и 18 % vol

$$\text{Повторемост (r)} = 0,067 (\% \text{ vol}),$$

$$\text{Възпроизводимост (R)} = 0,0454 + 0,0105 \times \text{TAV}$$

2. Експеримент, осъществен между няколко лаборатории. Вярност и точност (с добавки на алкохол)

Характеристиките на резултатите според метода, описан в точка 1.10, се дължат на един експеримент, осъществен в съответствие с процедурите, установени на международно ниво върху 6 контролни проби и от 11 лаборатории.

Всички подробности и изчисления за повторемост и възпроизводимост, извършени в рамките на този експеримент, са описани в глава „TITRE ALCOOMETRIQUE VOLUMIQUE“ (Алкохолно съдържание по обем) (точка 4.Б.2) на „Recueil international des méthodes d'analyse“ на Международната организация по лозята и виното (издание 2004 г.).

▼ **M8**▼ **B**

6. ПРИМЕР ЗА ИЗЧИСЛЯВАНЕ АЛКОХОЛНОТО СЪДЪРЖАНИЕ НА ВИНО

6.1. **Измерване чрез пикнометър на везни с еднакви блюда**

6.1.1. Константите на пикнометъра са определени и изчислени по начина, описан в глава 1 „Определяне на плътността и относителната плътност“, точка 6.1.1.

6.1.2. *Премерване на пикнометър, пълен с дестилат*

	Числен пример
Тара = пикнометър + дестилат при t °C + p ''	
$\left\{ \begin{array}{l} t \text{ °C} \\ t \text{ °C коригирана} \\ p'' \end{array} \right.$	$\left\{ \begin{array}{l} = 18,90 \text{ °C} \\ = 18,70 \text{ °C} \\ = 2,8074 \text{ g} \end{array} \right.$

▼ **B**

$p + m - p'' =$ масата на дестилата при температура t °C: $105,0698 - 2,8074 = 102,2624$ g.

Измерената плътност при температура t °C:

$$\rho_t = \frac{p + m - p''}{\text{обем на пикнометъра при температура } 20^\circ\text{C}} \left\{ \begin{array}{l} \rho_{18,70^\circ\text{C}} = \frac{102,2624}{104,0229} = 0,983076 \end{array} \right.$$

6.1.3. *Изчисляване на алкохолното съдържание*

Използва се таблицата за измерените стойности на плътността на водоалкохолни смеси, отчетени при различна температура, както е посочено по-горе

На ред „18 °C“ от таблицата за измерените стойности на плътността най-малката плътност, която е по-голяма от наблюдаваната плътност от 0,983076, е 0,98398 в колона „11 об. %“

Плътността при 18 °C е: $(98307,6 + 0,7 \times 22) 10^{-5} = 0,98323$.

$0,98398 - 0,98323 = 0,00075$.

Десетичната част на алкохолното съдържание в об. % е $75/114 = 0,65$.

Алкохолното съдържание е 11,65 об. %

6.2. **Измерване с пикнометър на везни с едно блюдо**

6.2.1. Константите на пикнометъра са определени и изчислени по начина, описан в глава 1 „Определяне на плътността и относителната плътност“, точка 6.2.1

6.2.2. *Претегляне на пикнометър, пълен с дестилат*

Тегло на тарата по време на измерването в грамове: $T_1 = 171,9178$

Пикнометър, пълен с дестилат при температура 20,50 °C, в грамове: $P_2 = 167,8438$

Корекция в теглото на въздушния стълб: $dT = 171,9178 - 171,9160 = + 0,0018$.

Маса на дестилата при температура 20,50 °C: $L_t = 167,8438 - (67,6695 + 0,0018) = 100,1725$.

Наблюдавана плътност на дестилата: $\rho_{20,50^\circ\text{C}} = \frac{100,1725}{100,8194} = 0,983825$

6.2.3. *Изчисляване на алкохолното съдържание*

Прилага се таблицата за наблюдаваните стойности на плътността на водоалкохолните смеси, измерени при различна температура, както е показано по-горе

На ред „20 °C“ от таблицата за наблюдаваните стойности на плътността най-малката плътност, по-голяма от 0,983825, е 0,98471 в колона „10 об. %“.

Плътността при температура 20 °C: $(98382,5 + 0,5 \times 24) 10^{-5} = 0,983945$.

$0,98471 - 0,983945 = 0,000765$.

Десетичната част на алкохолното съдържание в об.% е $76,5/119 = 0,64$ об. %.

Алкохолното съдържание е 10,64 об. %.

▼B

ФОРМУЛА ЗА ИЗЧИСЛЯВАНЕ НА АЛКОХОЛНОТО СЪДЪРЖАНИЕ ОТ
ТАБЛИЦИТЕ ЗА СМЕСИТЕ НА ЕТИЛОВ АЛКОХОЛ И ВОДА

Плътноста ρ , изразена в килограми на кубически метър (kg/m^3), за смес от етилов алкохол и вода при температура t в градуси по Целзий се изчислява по следната формула като функция от:

— тегловното съдържание, изразено като десетично число ⁽¹⁾;

— температурата t в градуси по Целзий (*EIPT* 68);

— посочените по-долу числени коефициенти.

Формулата е валидна за температури от $-20\text{ }^\circ\text{C}$ до $+40\text{ }^\circ\text{C}$.

$$\rho = A_1 + \sum_{k=2}^{12} A_k p^{k-1} + \sum_{k=1}^6 B_k (t - 20\text{ }^\circ\text{C})^k + \sum_{i=1}^n \sum_{k=1}^m C_{i,k} p^{k(t - 20\text{ }^\circ\text{C})^i} \quad \begin{matrix} n = 5 & m_3 = 9 \\ m_1 = 11 & m_4 = 4 \\ m_2 = 10 & m_5 = 2 \end{matrix}$$

Стойност на факторите в уравнението

k	A_k kg/m^3	B_k
1	9,982 012 300 · 10 ²	- 2,061 851 3 · 10 ⁻¹ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C})$
2	- 1,929 769 495 · 10 ²	- 5,268 254 2 · 10 ⁻³ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C}^2)$
3	3,891 238 958 · 10 ²	3,613 001 3 · 10 ⁻⁵ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C}^3)$
4	- 1,668 103 923 · 10 ³	- 3,895 770 2 · 10 ⁻⁷ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C}^4)$
5	1,352 215 441 · 10 ⁴	7,169 354 0 · 10 ⁻⁹ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C}^5)$
6	- 8,829 278 388 · 10 ⁴	- 9,973 923 1 · 10 ⁻¹¹ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C}^6)$
7	3,062 874 042 · 10 ⁵	
8	- 6,138 381 234 · 10 ⁵	
9	7,470 172 998 · 10 ⁵	
10	- 5,478 461 354 · 10 ⁵	
11	2,234 460 334 · 10 ⁵	
12	- 3,903 285 426 · 10 ⁴	

k	$C_{1,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C})$	$C_{2,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C}^2)$
1	1,693 443 461 530 087 · 10 ⁻¹	- 1,193 013 005 057 010 · 10 ⁻²
2	- 1,046 914 743 455 169 · 10 ¹	2,517 399 633 803 461 · 10 ⁻¹
3	7,196 353 469 546 523 · 10 ¹	- 2,170 575 700 536 993
4	- 7,047 478 054 272 792 · 10 ²	1,353 034 988 843 029 · 10 ¹
5	3,924 090 430 035 045 · 10 ³	- 5,029 988 758 547 014 · 10 ¹
6	- 1,210 164 659 068 747 · 10 ⁴	1,096 355 666 577 570 · 10 ²
7	2,248 646 550 400 788 · 10 ⁴	- 1,422 753 946 421 155 · 10 ²
8	- 2,605 562 982 188 164 · 10 ⁴	1,080 435 942 856 230 · 10 ²
9	1,852 373 922 069 467 · 10 ⁴	- 4,414 153 236 817 392 · 10 ¹
10	- 7,420 201 433 430 137 · 10 ³	7,442 971 530 188 783
11	1,285 617 841 998 974 · 10 ³	

k	$C_{3,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C}^3)$	$C_{4,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C}^4)$	$C_{5,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \cdot ^\circ\text{C}^5)$
1	- 6,802 995 733 503 803 · 10 ⁻⁴	4,075 376 675 622 027 · 10 ⁻⁶	- 2,788 074 354 782 409 · 10 ⁻⁸
2	1,876 837 790 289 664 · 10 ⁻²	- 8,763 058 573 471 110 · 10 ⁻⁶	1,345 612 883 493 354 · 10 ⁻⁸
3	- 2,002 561 813 734 156 · 10 ⁻¹	6,515 031 360 099 368 · 10 ⁻⁶	
4	1,022 992 966 719 220	- 1,515 784 836 987 210 · 10 ⁻⁶	
5	- 2,895 696 483 903 638		
6	4,810 060 584 300 675		
7	- 4,672 147 440 794 683		
8	2,458 043 105 903 461		
9	- 5,411 227 621 436 812 · 10 ⁻¹		

⁽¹⁾ Пример: за 12 тегловни части алкохол в 100 тегловни части смес алкохол-вода $p = 0,12$.

ТАБЛИЦА I

МЕЖДУНАРОДНА ТАБЛИЦА ЗА ОТЧИТАНЕ НА АЛКОХОЛНОТО СЪДЪРЖАНИЕ ПРИ ТЕМПЕРАТУРА 20 °С
Таблица за измерените стойности на плътността на водоалкохолни смеси, измерени с пикнометър от стъкло Рухт.

Плътностите при t °С, коригирани с отчитане теллото на въздушния стълб

t	Алкохолно съдържание в %																								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11													
0°	999,64	1,50	998,14	1,44	996,70	1,40	995,30	1,35	993,95	1,30	992,65	1,24	991,41	1,19	990,22	1,14	989,08	1,10	987,98	1,05	986,93	1,00	985,93	0,95	
1°	-0,07	999,71	1,51	998,20	1,44	996,76	1,40	995,36	1,35	994,01	1,30	992,71	1,24	991,47	1,20	990,27	1,15	989,12	1,11	988,01	1,06	986,95	1,01	985,94	0,97
2°	-0,05	999,76	1,51	998,25	1,45	996,80	1,40	995,40	1,35	994,05	1,30	992,75	1,25	991,50	1,20	990,30	1,16	989,14	1,11	988,03	1,07	986,96	1,02	985,94	0,98
3°	-0,03	999,79	1,51	998,28	1,45	996,83	1,41	995,42	1,35	994,07	1,30	992,77	1,25	991,52	1,21	990,31	1,16	989,15	1,12	988,03	1,08	986,95	1,03	985,92	1,00
4°	-0,02	999,81	1,51	998,30	1,46	996,84	1,40	995,44	1,36	994,08	1,30	992,78	1,26	991,52	1,21	990,31	1,17	989,14	1,13	988,01	1,09	986,92	1,04	985,88	1,00
5°	0,00	999,81	1,51	998,30	1,46	996,84	1,40	995,44	1,37	994,07	1,31	992,78	1,26	991,50	1,21	990,29	1,17	989,12	1,14	987,98	1,10	986,88	1,05	985,83	1,01
6°	0,01	999,80	1,51	998,29	1,46	996,83	1,41	995,42	1,36	994,06	1,32	992,74	1,27	991,47	1,22	990,25	1,18	989,07	1,14	987,93	1,10	986,83	1,06	985,77	1,03
7°	0,03	999,77	1,51	998,26	1,46	996,80	1,41	995,39	1,37	994,02	1,32	992,70	1,27	991,43	1,23	990,20	1,19	989,01	1,15	987,86	1,11	986,75	1,07	985,68	1,03
8°	0,05	999,72	1,50	998,22	1,46	996,76	1,42	995,34	1,37	993,97	1,32	992,65	1,27	991,38	1,24	990,14	1,19	988,95	1,16	987,79	1,12	986,67	1,08	985,59	1,05
9°	0,05	999,67	1,51	998,16	1,46	996,70	1,42	995,28	1,37	993,91	1,32	992,59	1,28	991,31	1,24	990,07	1,20	988,87	1,17	987,70	1,13	986,57	1,09	985,48	1,06
10°	0,07	999,60	1,51	998,09	1,46	996,63	1,42	995,21	1,37	993,84	1,33	992,51	1,28	991,23	1,25	989,98	1,20	988,78	1,17	987,60	1,14	986,46	1,10	985,36	1,06
11°	0,09	999,51	1,51	998,00	1,46	996,54	1,41	995,13	1,38	993,75	1,33	992,42	1,29	991,13	1,25	989,88	1,21	988,67	1,18	987,49	1,15	986,34	1,11	985,23	1,07
12°	0,10	999,41	1,50	997,91	1,46	996,45	1,42	995,03	1,38	993,65	1,34	992,31	1,29	991,02	1,25	989,77	1,22	988,55	1,19	987,36	1,15	986,21	1,12	985,09	1,09
13°	0,11	999,30	1,50	997,80	1,46	996,34	1,42	994,92	1,38	993,54	1,34	992,20	1,30	990,90	1,25	989,65	1,23	988,42	1,20	987,22	1,16	986,06	1,13	984,93	1,09
14°	0,12	999,18	1,50	997,68	1,46	996,22	1,43	994,79	1,38	993,41	1,34	992,07	1,30	990,77	1,26	989,51	1,23	988,28	1,21	987,07	1,17	985,90	1,13	984,77	1,11
	0,13																								

r	Алкохолно съдържание в %																							
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11												
15°	999,05	1,51	997,54	1,46	996,08	1,42	994,66	1,38	993,28	1,35	991,93	1,30	990,63	1,27	989,36	1,24	988,12	1,21	986,91	1,18	985,73	1,14	984,59	1,12
	0,15	0,14	0,14	0,15	0,15	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,17	0,17	0,17	0,17	0,18	0,18	0,19	0,19
16°	998,90	1,50	997,40	1,46	995,94	1,43	994,51	1,38	993,13	1,35	991,78	1,31	990,47	1,27	989,20	1,25	987,95	1,21	986,74	1,19	985,55	1,15	984,40	1,13
	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,17	0,17	0,17	0,17	0,18	0,18	0,18	0,18	0,19	0,19	0,19	0,19	0,20	0,20
17°	998,74	1,50	997,24	1,46	995,78	1,43	994,35	1,38	992,97	1,36	991,61	1,31	990,30	1,28	989,02	1,25	987,77	1,22	986,55	1,19	985,36	1,16	984,20	1,14
	0,17	0,17	0,17	0,16	0,17	0,17	0,16	0,17	0,17	0,17	0,17	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,19	0,19	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,22
18°	998,57	1,50	997,07	1,46	995,61	1,42	994,19	1,39	992,80	1,36	991,44	1,32	990,12	1,28	988,84	1,26	987,58	1,23	986,35	1,20	985,15	1,17	983,98	1,14
	0,18	0,18	0,18	0,19	0,18	0,18	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,22
19°	998,39	1,50	996,89	1,46	995,43	1,43	994,00	1,39	992,61	1,36	991,25	1,32	989,93	1,29	988,64	1,26	987,38	1,23	986,15	1,21	984,94	1,10	983,76	1,16
	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,19	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,24
20°	998,20	1,50	996,70	1,46	995,24	1,43	993,81	1,39	992,42	1,36	991,06	1,33	989,73	1,29	988,44	1,27	987,17	1,24	985,93	1,22	984,71	1,19	983,52	1,16

r	Алкохолно съдържание в %																							
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11												
20°	998,20	1,50	996,70	1,46	995,24	1,43	993,81	1,39	992,42	1,36	991,06	1,33	989,73	1,29	988,44	1,27	987,17	1,24	985,93	1,22	984,71	1,19	983,52	1,16
	0,20	0,20	0,20	0,20	0,21	0,21	0,20	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24
21°	998,00	1,50	996,50	1,46	995,04	1,43	993,61	1,40	992,21	1,36	990,85	1,33	989,52	1,30	988,22	1,27	986,95	1,25	985,70	1,23	984,47	1,19	983,28	1,18
	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,26	0,26
22°	997,79	1,50	996,29	1,46	994,83	1,43	993,40	1,40	992,00	1,37	990,63	1,33	989,30	1,31	987,99	1,28	986,71	1,25	985,46	1,23	984,23	1,21	983,02	1,18
	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,25	0,25	0,26	0,26	0,25	0,25
23°	997,57	1,50	996,07	1,47	994,60	1,43	993,17	1,40	991,77	1,37	990,40	1,34	989,06	1,31	987,75	1,28	986,47	1,26	985,21	1,24	983,97	1,20	982,77	1,20
	0,24	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,25	0,25	0,26	0,26	0,26	0,26	0,27	0,27	0,29	0,29
24°	997,33	1,49	995,84	1,47	994,37	1,43	992,94	1,41	991,53	1,37	990,16	1,34	988,82	1,32	987,50	1,29	986,21	1,26	984,95	1,25	983,70	1,22	982,48	1,20
	0,24	0,25	0,24	0,25	0,24	0,24	0,25	0,25	0,24	0,24	0,25	0,25	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,27	0,27	0,28	0,28	0,28	0,28
25°	997,09	1,50	995,59	1,46	994,13	1,44	992,69	1,40	991,29	1,38	989,91	1,35	988,56	1,32	987,24	1,29	985,95	1,27	984,68	1,26	983,42	1,22	982,20	1,21
	0,25	0,25	0,26	0,25	0,26	0,26	0,25	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,30	0,30
26°	996,84	1,50	995,34	1,47	993,87	1,43	992,44	1,41	991,03	1,38	989,65	1,35	988,30	1,32	986,98	1,31	985,67	1,27	984,40	1,26	983,14	1,24	981,90	1,22
	0,26	0,26	0,26	0,27	0,26	0,26	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,28	0,28	0,28	0,28	0,29	0,29	0,30	0,30	0,30	0,30
27°	996,58	1,50	995,08	1,47	993,61	1,44	992,17	1,41	990,76	1,38	989,38	1,35	988,03	1,33	986,70	1,31	985,39	1,28	984,11	1,27	982,84	1,24	981,60	1,23
	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,28	0,28	0,28	0,28	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,32	0,32
28°	996,31	1,50	994,81	1,47	993,34	1,44	991,90	1,42	990,48	1,38	989,10	1,36	987,74	1,33	986,41	1,31	985,10	1,29	983,81	1,28	982,53	1,25	981,28	1,23
	0,28	0,28	0,28	0,29	0,28	0,28	0,29	0,29	0,28	0,28	0,29	0,29	0,29	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32
29°	996,03	1,50	994,53	1,47	993,06	1,45	991,61	1,41	990,20	1,39	988,81	1,36	987,45	1,34	986,11	1,32	984,79	1,29	983,50	1,28	982,22	1,26	980,96	1,24
	0,28	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32	0,33	0,33



r°	Алкохолно съдържание в %																							
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11												
30°	995,75	1,51	994,24	1,47	992,77	1,45	991,32	1,42	989,90	1,39	988,51	1,37	987,14	1,34	985,80	1,32	984,48	1,30	983,18	1,28	981,90	1,27	980,63	1,25
	0,30	0,30	0,30	0,30	0,31	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,33	0,33	0,34	0,34	0,34
31°	995,45	1,51	993,94	1,47	992,47	1,45	991,02	1,43	989,59	1,39	988,20	1,37	986,83	1,34	985,49	1,33	984,16	1,31	982,85	1,29	981,56	1,27	980,29	1,26
	0,31	0,31	0,31	0,32	0,31	0,32	0,32	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,33	0,33	0,33	0,33	0,34	0,34	0,35	0,35	0,36	0,36
32°	995,14	1,51	993,63	1,47	992,16	1,46	990,70	1,42	989,28	1,40	987,88	1,37	986,51	1,35	985,16	1,33	983,83	1,32	982,51	1,30	981,21	1,28	979,93	1,26
	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,32	0,33	0,33	0,33	0,33	0,34	0,34	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
33°	994,83	1,51	993,32	1,48	991,84	1,46	990,38	1,42	988,96	1,41	987,55	1,37	986,18	1,36	984,82	1,34	983,48	1,32	982,16	1,30	980,86	1,28	979,58	1,28
	0,32	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,35	0,35	0,34	0,34	0,35	0,35	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35	0,35	0,36	0,36	0,37	0,37
34°	994,51	1,52	992,99	1,48	991,51	1,46	990,05	1,44	988,61	1,40	987,21	1,38	985,83	1,36	984,47	1,33	983,14	1,33	981,81	1,31	980,50	1,29	979,21	1,28
	0,33	0,33	0,33	0,35	0,34	0,34	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37	0,37
35°	994,18	1,52	992,66	1,49	991,17	1,47	989,70	1,43	988,27	1,41	986,86	1,38	985,48	1,36	984,12	1,34	982,78	1,33	981,45	1,31	980,14	1,30	978,84	1,29
	0,34	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38	0,38
36°	993,84	1,53	992,31	1,49	990,82	1,47	989,35	1,43	987,92	1,41	986,51	1,38	985,13	1,37	983,76	1,34	982,42	1,34	981,08	1,31	979,77	1,31	978,46	1,29
	0,35	0,35	0,35	0,36	0,36	0,36	0,35	0,35	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38	0,38	0,37	0,37	0,39	0,39	0,39	0,39
37°	993,49	1,53	991,96	1,50	990,46	1,46	989,00	1,44	987,56	1,41	986,15	1,39	984,76	1,37	983,39	1,35	982,04	1,33	980,71	1,33	979,38	1,31	978,07	1,30
	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38	0,38	0,38	0,39	0,39	0,38	0,38	0,39	0,39
38°	993,13	1,53	991,60	1,50	990,10	1,47	988,63	1,44	987,19	1,41	985,78	1,39	984,39	1,37	983,02	1,36	981,66	1,34	980,32	1,32	979,00	1,32	977,68	1,31
	0,36	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,39	0,39	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40
39°	992,77	1,54	991,23	1,50	989,73	1,47	988,26	1,45	986,81	1,41	985,40	1,39	984,01	1,38	982,63	1,35	981,28	1,35	979,93	1,33	978,60	1,32	977,28	1,32
	0,37	0,37	0,37	0,39	0,38	0,38	0,39	0,39	0,38	0,38	0,39	0,39	0,39	0,39	0,39	0,39	0,40	0,40	0,39	0,39	0,40	0,40	0,41	0,41
40°	992,40	1,54	990,86	1,51	989,35	1,48	987,87	1,44	986,43	1,42	985,01	1,39	983,62	1,38	982,24	1,36	980,88	1,34	979,54	1,34	978,20	1,33	976,87	1,32

r°	Алкохолно съдържание в %																							
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21												
0	986,93	1,00	985,93	0,95	984,98	0,92	984,06	0,88	983,18	0,84	982,34	0,80	981,54	0,78	980,76	0,75	980,01	0,73	979,28	0,72	978,56	0,70	977,86	0,70
	-0,02	-0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,03	0,03	0,04	0,04	0,07	0,07	0,08	0,08	0,10	0,10	0,10	0,12	0,12	0,14	0,17	0,17
1	986,95	1,01	985,94	0,97	984,97	0,92	984,05	0,90	983,15	0,85	982,30	0,83	981,47	0,79	980,68	0,77	979,91	0,75	979,16	0,74	978,42	0,73	977,69	0,72
	-0,01	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01	0,03	0,03	0,04	0,04	0,07	0,07	0,08	0,10	0,10	0,10	0,12	0,12	0,14	0,14	0,16	0,16	0,18	0,18
2	986,96	1,02	985,94	0,98	984,96	0,94	984,02	0,91	983,11	0,88	982,23	0,84	981,39	0,81	980,58	0,79	979,79	0,77	979,02	0,76	978,26	0,75	977,51	0,74
	0,01	0,02	0,02	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06	0,06	0,07	0,07	0,09	0,09	0,11	0,11	0,13	0,13	0,15	0,15	0,17	0,17	0,19	0,19
3	986,95	1,03	985,92	1,00	984,92	0,95	983,97	0,92	983,05	0,89	982,16	0,86	981,30	0,83	980,47	0,81	979,66	0,79	978,87	0,78	978,09	0,77	977,32	0,77
	0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,06	0,06	0,07	0,07	0,09	0,09	0,10	0,10	0,12	0,12	0,14	0,14	0,16	0,16	0,18	0,18	0,20	0,20
4	986,92	1,04	985,88	1,00	984,88	0,97	983,91	0,93	982,98	0,91	982,07	0,87	981,20	0,85	980,35	0,83	979,52	0,81	978,71	0,80	977,91	0,79	977,12	0,79
	0,04	0,05	0,06	0,07	0,09	0,06	0,07	0,07	0,09	0,09	0,10	0,10	0,12	0,12	0,14	0,14	0,15	0,15	0,17	0,17	0,19	0,19	0,22	0,22



Алкохолно съдържание в %

№	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
5	986,88 0,05	985,83 0,06	984,82 0,08	983,84 0,09	982,89 0,10	981,97 0,12	981,08 0,13	980,21 0,14	979,37 0,17	978,54 0,19	977,72 0,21	976,90 0,22
6	986,83 0,08	985,77 0,09	984,74 0,09	983,75 0,10	982,79 0,12	981,85 0,13	980,95 0,15	980,07 0,16	979,20 0,18	978,35 0,19	977,51 0,21	976,68 0,23
7	986,75 0,08	985,68 0,09	984,65 0,11	983,65 0,13	982,67 0,13	981,72 0,14	980,80 0,15	979,91 0,18	979,02 0,19	978,16 0,21	977,30 0,23	976,45 0,25
8	986,67 0,10	985,59 0,11	984,54 0,12	983,52 0,12	982,54 0,14	981,58 0,16	980,65 0,18	979,73 0,19	978,83 0,21	977,95 0,22	977,07 0,24	976,20 0,26
9	986,57 0,11	985,48 0,12	984,42 0,12	983,40 0,14	982,40 0,16	981,42 0,17	980,47 0,18	979,54 0,20	978,62 0,20	977,73 0,23	976,83 0,24	975,94 0,26
10	986,46 0,12	985,36 0,13	984,30 0,14	983,26 0,16	982,24 0,16	981,25 0,17	980,29 0,19	979,34 0,20	978,42 0,23	977,50 0,25	976,59 0,27	975,68 0,29
11	986,34 0,13	985,23 0,14	984,16 0,16	983,10 0,16	982,08 0,18	981,08 0,19	980,10 0,21	979,14 0,22	978,19 0,24	977,25 0,25	976,32 0,27	975,39 0,28
12	986,21 0,15	985,09 0,16	984,00 0,16	982,94 0,18	981,90 0,19	980,89 0,20	979,89 0,21	978,92 0,23	977,95 0,24	977,00 0,26	976,05 0,28	975,11 0,30
13	986,06 0,16	984,93 0,16	983,84 0,18	982,76 0,18	981,71 0,20	980,69 0,22	979,68 0,23	978,69 0,24	977,71 0,26	976,74 0,27	975,77 0,28	974,81 0,30
14	985,90 0,17	984,77 0,18	983,66 0,19	982,58 0,20	981,51 0,21	980,47 0,22	979,45 0,24	978,45 0,25	977,45 0,26	976,47 0,28	975,49 0,30	975,51 0,32
15	985,73 0,18	984,59 0,19	983,47 0,20	982,38 0,22	981,30 0,22	960,25 0,24	979,21 0,24	978,20 0,27	977,19 0,28	976,19 0,30	975,19 0,31	974,19 0,32
16	985,55 0,19	984,40 0,20	983,27 0,21	982,16 0,22	981,08 0,23	980,01 0,24	978,97 0,26	977,93 0,27	976,91 0,29	975,89 0,30	974,88 0,32	973,87 0,33
17	985,36 0,21	984,20 0,22	983,06 0,22	981,94 0,23	980,85 0,25	979,77 0,26	978,71 0,27	977,66 0,28	976,62 0,29	975,59 0,31	974,56 0,32	973,54 0,35
18	985,15 0,21	983,98 0,22	982,84 0,24	981,71 0,24	980,60 0,25	979,51 0,26	978,44 0,28	977,38 0,29	976,33 0,31	975,28 0,32	974,24 0,34	973,19 0,35
19	984,94 0,23	983,76 0,24	982,60 0,24	981,47 0,26	980,35 0,27	979,25 0,28	978,16 0,29	977,09 0,30	976,02 0,31	974,96 0,33	973,90 0,34	972,84 0,36
20	984,71 0,24	983,52 0,24	982,36 0,26	981,21 0,26	980,08 0,27	978,97 0,28	977,87 0,29	976,79 0,30	975,71 0,31	974,63 0,33	973,56 0,34	972,48 0,36

Алкохолно съдържание в %

№	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
20°	984,71 0,24	983,52 0,24	982,36 0,26	981,21 0,26	980,08 0,27	978,97 0,28	977,87 0,29	976,79 0,31	975,71 0,33	974,63 0,34	973,56 0,36	972,48 0,37

r	Алкохолно съдържание в %											
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
19	973,90 0,34	972,84 0,36	971,78 0,38	970,70 0,39	969,62 0,41	968,52 0,42	967,41 0,45	966,27 0,46	965,11 0,47	963,93 0,49	962,72 0,51	961,47 0,52
20	973,56	972,48	971,40	970,31	969,21	968,10	966,96	965,81	964,64	963,44	962,21	960,95

r	Алкохолно съдържание в %											
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
20	973,56 0,36	972,48 0,37	971,40 0,38	970,31 0,40	969,21 0,42	968,10 0,44	966,96 0,45	965,81 0,46	964,64 0,49	963,44 0,50	962,21 0,52	960,95 0,53
21	973,20 0,36	972,11 0,37	971,02 0,40	969,91 0,41	968,79 0,42	967,66 0,44	966,51 0,45	965,35 0,48	964,15 0,49	962,94 0,51	961,69 0,52	960,42 0,54
22	972,84 0,37	971,74 0,39	970,62 0,40	969,50 0,42	968,37 0,43	967,22 0,45	966,06 0,47	964,87 0,48	963,66 0,49	962,43 0,51	961,17 0,53	959,88 0,55
23	972,47 0,38	971,35 0,40	970,22 0,41	969,08 0,42	967,94 0,44	966,77 0,45	965,59 0,47	964,39 0,49	963,17 0,51	961,92 0,52	960,64 0,54	959,33 0,55
24	972,09 0,39	970,95 0,40	969,81 0,42	968,66 0,43	967,50 0,45	966,32 0,47	965,12 0,48	963,90 0,49	962,66 0,51	961,40 0,53	960,10 0,54	958,78 0,55
25	971,70 0,40	970,55 0,41	969,39 0,42	968,23 0,44	967,05 0,46	965,85 0,47	964,64 0,49	963,41 0,50	962,15 0,51	960,87 0,53	959,56 0,54	958,23 0,57
26	971,30 0,40	970,14 0,42	968,97 0,43	967,79 0,45	966,59 0,46	965,38 0,48	964,15 0,49	962,91 0,51	961,64 0,53	960,34 0,54	959,02 0,56	957,66 0,56
27	970,90 0,41	969,72 0,43	968,54 0,45	967,34 0,46	966,13 0,47	964,90 0,48	963,66 0,50	962,40 0,52	961,11 0,54	959,80 0,56	958,46 0,57	957,10 0,59
28	970,49 0,42	969,29 0,43	968,09 0,45	966,88 0,47	965,66 0,49	964,42 0,50	963,16 0,52	961,88 0,53	960,57 0,53	959,24 0,55	957,89 0,56	956,51 0,58
29	970,07 0,44	968,86 0,45	967,64 0,46	966,41 0,47	965,17 0,49	963,92 0,50	962,64 0,51	961,35 0,53	960,04 0,55	958,69 0,55	957,33 0,58	955,93 0,58
30	969,63 0,44	968,41 0,45	967,18 0,46	965,94 0,48	964,68 0,49	963,42 0,51	962,13 0,52	960,82 0,53	959,49 0,55	958,14 0,57	956,75 0,58	955,35 0,60
31	969,19 0,44	967,96 0,46	966,72 0,47	965,46 0,48	964,19 0,50	962,91 0,51	961,61 0,53	960,29 0,54	958,94 0,55	957,57 0,57	956,17 0,58	954,75 0,59
32	968,75 0,45	967,50 0,46	966,25 0,48	964,98 0,49	963,69 0,50	962,40 0,52	961,08 0,53	959,75 0,55	958,39 0,57	957,00 0,57	955,59 0,59	954,16 0,61
33	968,30 0,46	967,04 0,47	965,77 0,49	964,49 0,50	963,19 0,51	961,88 0,53	960,55 0,54	959,20 0,56	957,82 0,56	956,43 0,59	955,00 0,59	953,55 0,60

№	Алкохолно съдържание в %																								
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31													
34	967,84 0,46	966,57 0,48	965,28 0,49	963,99 0,51	962,68 0,52	961,35 0,53	960,01 0,55	958,64 0,56	957,26 0,58	955,84 0,58	954,41 0,60	952,95 0,62	1,29	1,29	1,29	1,31	1,33	1,34	1,37	1,38	1,42	1,43	1,46	1,49	
35	967,38	966,09	964,79	963,48	962,16	960,82	959,46	958,08	956,68	955,26	953,81	952,33	1,30	1,31	1,32	1,36	1,38	1,40	1,42	1,45	1,48	1,50	1,50	1,50	1,50
36	966,91	965,61	964,29	962,97	961,63	960,28	958,91	957,51	956,10	954,66	953,20	951,71	1,30	1,32	1,32	1,37	1,40	1,41	1,44	1,46	1,49	1,51	1,51	1,51	1,51
37	966,43	965,12	963,79	962,45	961,10	959,73	958,35	956,94	955,51	954,06	952,59	951,09	1,31	1,33	1,34	1,38	1,41	1,43	1,45	1,47	1,50	1,50	1,53	1,53	1,53
38	965,94	964,62	963,28	961,93	960,56	959,18	957,78	956,36	954,92	953,46	951,97	950,46	1,32	1,34	1,35	1,40	1,42	1,44	1,46	1,49	1,51	1,51	1,54	1,54	1,54
39	965,45	964,12	962,76	961,40	960,02	958,62	957,21	955,78	954,32	952,85	951,35	949,82	1,36	1,36	1,36	1,41	1,43	1,46	1,47	1,50	1,53	1,53	1,55	1,55	1,55
40	964,96	963,61	962,24	960,86	959,47	958,06	956,63	955,19	953,72	952,23	950,72	949,18	1,37	1,37	1,38	1,43	1,44	1,47	1,49	1,51	1,54	1,54	1,57	1,57	1,57



ТАБЛИЦА II

МЕЖДУНАРОДНА ТАБЛИЦА ЗА ОТЧИТАНЕ НА АЛКОХОЛНОТО СЪДЪРЖАНИЕ ПРИ ТЕМПЕРАТУРА 20 °С

Корекция на измереното алкохолно съдържание в зависимост от температурата

Показаните по-долу корекции и прибавят или изваждат от отчетеното алкохолно съдържание при t °С (спиртомер от обикновено стъкло)

Температура (°С)	Привидно алкохолно съдържание в °С																
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
0°	0,76	0,77	0,82	0,87	0,95	1,04	1,16	1,31	1,49	1,70	1,95	2,26	2,62	3,03	3,49	4,02	4,56
1°	0,81	0,83	0,87	0,92	1,00	1,09	1,20	1,35	1,52	1,73	1,97	2,26	2,59	2,97	3,40	3,87	4,36
2°	0,85	0,87	0,92	0,97	1,04	1,13	1,24	1,38	1,54	1,74	1,97	2,24	2,54	2,89	3,29	3,72	4,17
3°	0,88	0,91	0,95	1,00	1,07	1,15	1,26	1,39	1,55	1,73	1,95	2,20	2,48	2,80	3,16	3,55	3,95
4°	0,90	0,92	0,97	1,02	1,09	1,17	1,27	1,40	1,55	1,72	1,92	2,15	2,41	2,71	3,03	3,38	3,75
5°	0,91	0,93	0,98	1,03	1,10	1,17	1,27	1,39	1,53	1,69	1,87	2,08	2,33	2,60	2,89	3,21	3,54
6°	0,92	0,94	0,98	1,02	1,09	1,16	1,25	1,37	1,50	1,65	1,82	2,01	2,23	2,47	2,74	3,02	3,32
7°	0,91	0,93	0,97	1,01	1,07	1,14	1,23	1,33	1,45	1,59	1,75	1,92	2,12	2,34	2,58	2,83	3,10
8°	0,89	0,91	0,94	0,98	1,04	1,11	1,19	1,28	1,39	1,52	1,66	1,82	2,00	2,20	2,42	2,65	2,88
9°	0,86	0,88	0,91	0,95	1,01	1,07	1,14	1,23	1,33	1,44	1,57	1,71	1,87	2,05	2,24	2,44	2,65
10°	0,82	0,84	0,87	0,91	0,96	1,01	1,08	1,16	1,25	1,35	1,47	1,60	1,74	1,89	2,06	2,24	2,43
11°	0,78	0,79	0,82	0,86	0,90	0,95	1,01	1,08	1,16	1,25	1,36	1,47	1,60	1,73	1,88	2,03	2,20
12°	0,72	0,74	0,76	0,79	0,83	0,88	0,93	0,99	1,07	1,15	1,24	1,34	1,44	1,56	1,69	1,82	1,96
13°	0,66	0,67	0,69	0,72	0,76	0,80	0,84	0,90	0,96	1,03	1,11	1,19	1,28	1,38	1,49	1,61	1,73
14°	0,59	0,60	0,62	0,64	0,67	0,71	0,74	0,79	0,85	0,91	0,97	1,04	1,12	1,20	1,29	1,39	1,49
15°	0,51	0,52	0,53	0,55	0,58	0,61	0,64	0,68	0,73	0,77	0,83	0,89	0,95	1,02	1,09	1,16	1,24
16°	0,42	0,43	0,44	0,46	0,48	0,50	0,53	0,56	0,60	0,63	0,67	0,72	0,77	0,82	0,88	0,94	1,00
17°	0,33	0,33	0,34	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,46	0,48	0,51	0,55	0,59	0,62	0,67	0,71	0,75
18°	0,23	0,23	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27	0,29	0,31	0,33	0,35	0,37	0,40	0,42	0,45	0,48	0,51
19°	0,12	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,23	0,24	0,25

Температура (°C)	Привидно алкохолно съдържание в °C																
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
21°		0,13	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,19	0,20	0,22	0,23	0,25	0,26
22°		0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,44	0,47	0,49	0,52
23°		0,40	0,41	0,42	0,44	0,45	0,47	0,49	0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70	0,74	0,78
24°		0,55	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,67	0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94	0,99	1,04
25°		0,69	0,71	0,73	0,76	0,79	0,82	0,85	0,89	0,93	0,97	1,02	1,07	1,13	1,19	1,25	1,31
26°		0,85	0,87	0,90	0,93	0,96	1,00	1,04	1,08	1,13	1,18	1,24	1,30	1,36	1,43	1,50	1,57
27°			1,03	1,07	1,11	1,15	1,19	1,23	1,28	1,34	1,40	1,46	1,53	1,60	1,68	1,76	1,84
28°			1,21	1,25	1,29	1,33	1,38	1,43	1,49	1,55	1,62	1,69	1,77	1,85	1,93	2,02	2,11
29°			1,39	1,43	1,47	1,52	1,58	1,63	1,70	1,76	1,84	1,92	2,01	2,10	2,19	2,29	2,39
30°			1,57	1,61	1,66	1,72	1,78	1,84	1,91	1,98	2,07	2,15	2,25	2,35	2,45	2,56	2,67
31°			1,75	1,80	1,86	1,92	1,98	2,05	2,13	2,21	2,30	2,39	2,49	2,60	2,71	2,83	2,94
32°			1,94	2,00	2,06	2,13	2,20	2,27	2,35	2,44	2,53	2,63	2,74	2,86	2,97	3,09	3,22
33°				2,20	2,27	2,34	2,42	2,50	2,58	2,67	2,77	2,88	2,99	3,12	3,24	3,37	3,51
34°				2,41	2,48	2,56	2,64	2,72	2,81	2,91	3,02	3,13	3,25	3,38	3,51	3,65	3,79
35°				2,62	2,70	2,78	2,86	2,95	3,05	3,16	3,27	3,39	3,51	3,64	3,78	3,93	4,08
36°				2,83	2,91	3,00	3,09	3,19	3,29	3,41	3,53	3,65	3,78	3,91	4,05	4,21	4,37
37°					3,13	3,23	3,33	3,43	3,54	3,65	3,78	3,91	4,04	4,18	4,33	4,49	4,65
38°					3,36	3,47	3,57	3,68	3,79	3,91	4,03	4,17	4,31	4,46	4,61	4,77	4,94
39°					3,59	3,70	3,81	3,93	4,05	4,17	4,30	4,44	4,58	4,74	4,90	5,06	5,23
40°					3,82	3,94	4,06	4,18	4,31	4,44	4,57	4,71	4,86	5,02	5,19	5,36	5,53

Температура (°C)		Привидно алкохолно съдържание в °C																
		14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
0°		3,49	4,02	4,56	5,11	5,65	6,16	6,63	7,05	7,39	7,67	7,91	8,07	8,20	8,30	8,36	8,39	8,40
1°		3,40	3,87	4,36	4,86	5,35	5,82	6,26	6,64	6,96	7,23	7,45	7,62	7,75	7,85	7,91	7,95	7,96
2°		3,29	3,72	4,17	4,61	5,05	5,49	5,89	6,25	6,55	6,81	7,02	7,18	7,31	7,40	7,47	7,51	7,53
3°		3,16	3,55	3,95	4,36	4,77	5,17	5,53	5,85	6,14	6,39	6,59	6,74	6,86	6,97	7,03	7,07	7,09
4°		3,03	3,38	3,75	4,11	4,48	4,84	5,17	5,48	5,74	5,97	6,16	6,31	6,43	6,53	6,59	6,63	6,66
5°		2,89	3,21	3,54	3,86	4,20	4,52	4,83	5,11	5,35	5,56	5,74	5,89	6,00	6,10	6,16	6,20	6,23
6°		2,74	3,02	3,32	3,61	3,91	4,21	4,49	4,74	4,96	5,16	5,33	5,47	5,58	5,67	5,73	5,77	5,80
7°		2,58	2,83	3,10	3,36	3,63	3,90	4,15	4,38	4,58	4,77	4,92	5,05	5,15	5,24	5,30	5,34	5,37
8°		2,42	2,65	2,88	3,11	3,35	3,59	3,81	4,02	4,21	4,38	4,52	4,64	4,74	4,81	4,87	4,92	4,95
9°		2,24	2,44	2,65	2,86	3,07	3,28	3,48	3,67	3,84	3,99	4,12	4,23	4,32	4,39	4,45	4,50	4,53
10°		2,06	2,24	2,43	2,61	2,80	2,98	3,16	3,33	3,48	3,61	3,73	3,83	3,91	3,98	4,03	4,08	4,11
11°		1,88	2,03	2,20	2,36	2,52	2,68	2,83	2,98	3,12	3,24	3,34	3,43	3,50	3,57	3,62	3,66	3,69
12°		1,69	1,82	1,96	2,10	2,24	2,38	2,51	2,64	2,76	2,87	2,96	3,04	3,10	3,16	3,21	3,25	3,27
13°		1,49	1,61	1,73	1,84	1,96	2,08	2,20	2,31	2,41	2,50	2,58	2,65	2,71	2,76	2,80	2,83	2,85
14°		1,29	1,39	1,49	1,58	1,68	1,78	1,88	1,97	2,06	2,13	2,20	2,26	2,31	2,36	2,39	2,42	2,44
15°		1,09	1,16	1,24	1,32	1,40	1,48	1,56	1,64	1,71	1,77	1,83	1,88	1,92	1,96	1,98	2,01	2,03
16°		0,88	0,94	1,00	1,06	1,12	1,19	1,25	1,31	1,36	1,41	1,46	1,50	1,53	1,56	1,58	1,60	1,62
17°		0,67	0,71	0,75	0,80	0,84	0,89	0,94	0,98	1,02	1,05	1,09	1,12	1,14	1,17	1,18	1,20	1,21
18°		0,45	0,48	0,51	0,53	0,56	0,59	0,62	0,65	0,68	0,70	0,72	0,74	0,76	0,78	0,79	0,80	0,81
19°		0,23	0,24	0,25	0,27	0,28	0,30	0,31	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,39	0,40	0,40	0,41
	Дюваине																	

Температура (°C)		Привидно алкохолно съдържание в °C																
		14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
21°	0,23	0,25	0,26	0,28	0,29	0,30	0,31	0,33	0,34	0,35	0,35	0,35	0,37	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40
22°	0,47	0,49	0,52	0,55	0,57	0,60	0,62	0,65	0,67	0,70	0,72	0,74	0,74	0,75	0,76	0,78	0,79	0,80
23°	0,70	0,74	0,78	0,82	0,86	0,90	0,93	0,97	1,01	1,04	1,07	1,10	1,10	1,12	1,15	1,17	1,18	1,19
24°	0,94	0,99	1,04	1,10	1,15	1,20	1,25	1,29	1,34	1,39	1,43	1,46	1,46	1,50	1,53	1,55	1,57	1,59
25°	1,19	1,25	1,31	1,37	1,43	1,49	1,56	1,62	1,68	1,73	1,78	1,83	1,83	1,87	1,90	1,94	1,97	1,99
26°	1,43	1,50	1,57	1,65	1,73	1,80	1,87	1,94	2,01	2,07	2,13	2,19	2,19	2,24	2,28	2,32	2,35	2,38
27°	1,68	1,76	1,84	1,93	2,01	2,10	2,18	2,26	2,34	2,41	2,48	2,55	2,55	2,61	2,66	2,70	2,74	2,77
28°	1,93	2,02	2,11	2,21	2,31	2,40	2,49	2,58	2,67	2,76	2,83	2,90	2,90	2,98	3,03	3,08	3,13	3,17
29°	2,19	2,29	2,39	2,50	2,60	2,70	2,81	2,91	3,00	3,09	3,18	3,26	3,26	3,34	3,40	3,46	3,51	3,55
30°	2,45	2,56	2,67	2,78	2,90	3,01	3,12	3,23	3,34	3,44	3,53	3,62	3,62	3,70	3,77	3,84	3,90	3,95
31°	2,71	2,83	2,94	3,07	3,19	3,31	3,43	3,55	3,67	3,78	3,88	3,98	3,98	4,07	4,15	4,22	4,28	4,33
32°	2,97	3,09	3,22	3,36	3,49	3,62	3,74	3,87	4,00	4,11	4,22	4,33	4,33	4,43	4,51	4,59	4,66	4,72
33°	3,24	3,37	3,51	3,65	3,79	3,92	4,06	4,20	4,33	4,45	4,57	4,68	4,68	4,79	4,88	4,97	5,04	5,10
34°	3,51	3,65	3,79	3,94	4,09	4,23	4,37	4,52	4,66	4,79	4,91	5,03	5,03	5,15	5,25	5,34	5,42	5,49
35°	3,78	3,93	4,08	4,23	4,38	4,53	4,69	4,84	4,98	5,12	5,26	5,38	5,38	5,50	5,61	5,71	5,80	5,87
36°	4,05	4,21	4,37	4,52	4,68	4,84	5,00	5,16	5,31	5,46	5,60	5,73	5,73	5,86	5,97	6,08	6,17	6,25
37°	4,33	4,49	4,65	4,82	4,98	5,15	5,31	5,48	5,64	5,80	5,95	6,09	6,09	6,22	6,33	6,44	6,54	6,63
38°	4,61	4,77	4,94	5,12	5,29	5,46	5,63	5,80	5,97	6,13	6,29	6,43	6,43	6,57	6,69	6,81	6,92	7,01
39°	4,90	5,06	5,23	5,41	5,59	5,77	5,94	6,12	6,30	6,47	6,63	6,78	6,78	6,93	7,06	7,18	7,29	7,39
40°	5,19	5,36	5,53	5,71	5,90	6,08	6,26	6,44	6,62	6,80	6,97	7,13	7,13	7,28	7,41	7,54	7,66	7,76

ТАБЛИЦА Ш

МЕЖДУНАРОДНА ТАБЛИЦА ЗА ОТЧИТАНЕ НА АЛКОХОЛНОТО СЪДЪРЖАНИЕ ПРИ ТЕМПЕРАТУРА 20 °С

Таблица с отчетените плътности на смеси от алкохол и вода, измерени с апарати от обикновено стъкло

Плътността при t °С се коригира с теглото на въздушния стълб

ρ	Алкохолно съдържание в %																							
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11												
0	999,34	1,52	997,82	1,45	996,37	1,39	994,98	1,35	993,63	1,29	992,34	1,24	991,10	1,18	989,92	1,15	988,77	1,09	987,68	1,05	986,63	1,00	985,63	0,96
1	999,43	1,52	997,91	1,45	996,46	1,40	995,06	1,35	993,71	1,29	992,42	1,25	991,17	1,20	989,97	1,15	988,82	1,10	987,72	1,06	986,66	1,01	985,65	0,97
2	999,49	1,52	997,97	1,40	996,52	1,40	995,12	1,35	993,77	1,30	992,47	1,25	991,22	1,21	990,01	1,16	988,85	1,11	987,74	1,06	986,68	1,02	985,66	0,98
3	999,54	1,52	998,02	1,46	996,56	1,40	995,16	1,35	993,81	1,30	992,51	1,26	991,25	1,21	990,04	1,16	988,88	1,12	987,76	1,08	986,68	1,03	985,65	0,99
4	999,57	1,52	998,05	1,46	996,59	1,40	995,19	1,36	993,83	1,30	992,53	1,26	991,27	1,22	990,05	1,17	988,88	1,13	987,75	1,08	986,67	1,04	985,63	1,00
5	999,59	1,52	998,07	1,46	996,61	1,40	995,21	1,36	993,85	1,31	992,54	1,27	991,27	1,22	990,05	1,17	988,88	1,14	987,74	1,09	986,65	1,05	985,60	1,02
6	999,59	1,52	998,07	1,46	996,61	1,41	995,20	1,36	993,84	1,31	992,53	1,27	991,26	1,23	990,03	1,18	988,85	1,14	987,71	1,10	986,61	1,07	985,54	1,02
7	999,58	1,52	998,06	1,46	996,60	1,41	995,19	1,36	993,83	1,32	992,51	1,27	991,24	1,23	990,01	1,19	988,82	1,15	987,67	1,11	986,56	1,08	985,48	1,04
8	999,55	1,52	998,03	1,46	996,57	1,41	995,16	1,37	993,79	1,32	992,47	1,28	991,19	1,23	989,96	1,20	988,76	1,16	987,60	1,11	986,49	1,09	985,40	1,05
9	999,51	1,52	997,99	1,46	996,53	1,41	995,12	1,37	993,75	1,32	992,43	1,29	991,14	1,24	989,90	1,20	988,70	1,16	987,54	1,13	986,41	1,09	985,32	1,06
10	999,45	1,52	997,93	1,46	996,47	1,41	995,06	1,37	993,69	1,33	992,36	1,29	991,07	1,24	989,83	1,21	988,62	1,17	987,45	1,14	986,31	1,10	985,21	1,07
11	999,38	1,51	997,87	1,46	996,41	1,42	994,99	1,37	993,62	1,33	992,29	1,29	991,00	1,25	989,75	1,22	988,53	1,18	987,35	1,14	986,21	1,11	985,10	1,08
12	999,29	1,51	997,78	1,46	996,32	1,42	994,90	1,37	993,53	1,33	992,20	1,30	990,90	1,26	989,64	1,22	988,42	1,18	987,24	1,15	986,09	1,12	984,97	1,09
13	999,20	1,51	997,69	1,46	996,23	1,42	994,81	1,38	993,43	1,33	992,10	1,30	990,80	1,26	989,54	1,23	988,31	1,19	987,12	1,16	985,96	1,13	984,83	1,10
14	999,09	1,51	997,58	1,46	996,12	1,42	994,70	1,38	993,32	1,34	991,98	1,30	990,68	1,27	989,41	1,23	988,18	1,20	986,98	1,17	985,81	1,14	984,67	1,11
0,12			0,12		0,12		0,12		0,12		0,12		0,13		0,13		0,14		0,14		0,15		0,16	

r	Алкохолно съдържание в %											
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
15	998,97 0,13	997,46 0,13	996,00 0,13	994,58 0,13	993,20 0,14	991,86 0,14	990,55 0,14	989,28 0,15	988,04 0,15	986,84 0,17	985,66 0,17	984,51 0,18
16	998,84 0,14	997,33 0,14	995,87 0,14	994,45 0,14	993,06 0,14	991,72 0,15	990,41 0,15	989,13 0,15	987,89 0,16	986,67 0,17	985,49 0,17	984,33 0,18
17	998,70 0,15	997,19 0,15	995,73 0,16	994,31 0,16	992,92 0,16	991,57 0,16	990,26 0,17	988,98 0,17	987,73 0,18	986,50 0,18	985,32 0,19	984,15 0,19
18	998,55 0,17	997,04 0,16	995,57 0,16	994,15 0,16	992,76 0,16	991,41 0,16	990,09 0,17	988,81 0,18	987,55 0,18	986,32 0,19	985,13 0,20	983,96 0,21
19	998,38 0,18	996,88 0,18	995,41 0,18	993,99 0,18	992,60 0,19	991,25 0,19	989,92 0,19	988,63 0,20	987,37 0,21	986,13 0,22	984,93 0,22	983,75 0,23
20	998,20 0,18	996,70 0,18	995,23 0,18	993,81 0,18	992,41 0,19	991,06 0,19	989,73 0,19	988,43 0,20	987,16 0,21	985,92 0,22	984,71 0,22	983,52 0,23

r	Алкохолно съдържание в %											
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
20	998,20 0,19	996,70 0,19	995,23 0,19	993,81 0,19	992,41 0,19	991,06 0,20	989,73 0,20	988,43 0,21	987,16 0,21	985,92 0,22	984,71 0,23	983,52 0,23
21	998,01 0,20	996,51 0,20	995,04 0,19	993,62 0,20	992,22 0,20	990,86 0,20	989,53 0,21	988,22 0,21	986,95 0,22	985,70 0,22	984,48 0,23	983,29 0,24
22	987,81 0,21	996,31 0,21	994,85 0,21	993,42 0,21	992,02 0,21	990,66 0,22	989,32 0,22	988,01 0,22	986,73 0,23	985,48 0,24	984,25 0,24	983,05 0,25
23	997,60 0,21	996,10 0,21	994,64 0,22	993,21 0,22	991,81 0,22	990,44 0,22	989,10 0,23	987,79 0,23	986,50 0,23	985,24 0,24	984,01 0,25	982,80 0,26
24	997,39 0,23	995,89 0,23	994,42 0,23	992,99 0,23	991,59 0,24	990,22 0,24	988,87 0,24	987,56 0,25	986,27 0,25	985,00 0,25	983,76 0,26	982,54 0,27
25	997,16 0,23	995,66 0,23	994,19 0,23	992,76 0,24	991,35 0,24	989,98 0,24	988,63 0,24	987,31 0,25	986,02 0,26	984,75 0,27	983,50 0,27	982,27 0,28
26	996,93 0,25	995,43 0,25	993,96 0,25	992,52 0,25	991,11 0,25	989,74 0,26	988,39 0,26	987,06 0,26	985,76 0,27	984,48 0,28	983,23 0,29	981,99 0,29
27	996,68 0,25	995,18 0,25	993,71 0,26	992,27 0,26	990,86 0,26	989,48 0,26	988,13 0,27	986,80 0,28	985,49 0,28	984,20 0,28	982,94 0,29	981,70 0,30
28	996,43 0,26	994,93 0,27	993,45 0,27	992,01 0,27	990,60 0,27	989,22 0,28	987,86 0,28	986,52 0,28	985,21 0,29	983,92 0,29	982,65 0,30	981,40 0,31
29	996,17 0,27	994,66 0,27	993,18 0,27	991,74 0,28	990,33 0,28	988,94 0,28	987,58 0,28	986,24 0,29	984,92 0,29	983,63 0,30	982,35 0,31	981,09 0,32

r	Алкохолно съдържание в %																								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11													
30	995,90	1,51	994,39	1,48	992,91	1,45	991,46	1,41	990,05	1,39	988,66	1,37	987,29	1,34	985,95	1,32	984,63	1,30	983,33	1,29	982,04	1,27	980,77	1,25	
	0,29		0,29		0,29		0,29		0,30		0,30		0,30		0,31		0,31		0,31		0,32		0,32		0,32
31	995,61	1,51	994,10	1,48	992,62	1,45	991,17	1,42	989,75	1,39	988,36	1,37	986,99	1,35	985,64	1,33	984,31	1,30	983,01	1,29	981,72	1,27	980,45	1,26	
	0,29		0,29		0,29		0,29		0,30		0,31		0,31		0,31		0,31		0,31		0,32		0,33		0,34
32	995,32	1,51	993,81	1,48	992,33	1,45	990,88	1,42	989,45	1,40	988,05	1,37	986,68	1,35	985,33	1,33	984,00	1,31	982,69	1,30	981,39	1,28	980,11	1,26	
	0,30		0,31		0,31		0,31		0,31		0,31		0,31		0,32		0,33		0,33		0,33		0,34		0,34
33	995,02	1,52	993,50	1,48	992,02	1,45	990,57	1,43	989,14	1,40	987,74	1,37	986,37	1,36	985,01	1,34	983,67	1,31	982,36	1,31	981,05	1,28	979,77	1,27	
	0,30		0,31		0,31		0,31		0,31		0,32		0,33		0,33		0,33		0,34		0,34		0,34		0,35
34	994,72	1,53	993,19	1,48	991,71	1,45	990,26	1,43	988,83	1,41	987,42	1,38	986,04	1,36	984,68	1,34	983,34	1,32	982,02	1,31	980,71	1,29	979,42	1,28	
	0,32		0,32		0,33		0,33		0,33		0,33		0,33		0,33		0,33		0,33		0,34		0,34		0,35
35	994,40	1,53	992,87	1,48	991,39	1,46	989,93	1,43	988,50	1,41	987,09	1,38	985,71	1,36	984,35	1,34	983,01	1,33	981,68	1,31	980,37	1,30	979,07	1,29	
	0,32		0,32		0,33		0,33		0,33		0,33		0,34		0,34		0,35		0,35		0,35		0,36		0,37
36	994,08	1,53	992,55	1,49	991,06	1,46	989,60	1,43	988,17	1,41	986,76	1,39	985,37	1,36	984,01	1,35	982,66	1,33	981,33	1,32	980,01	1,31	978,70	1,29	
	0,33		0,34		0,34		0,34		0,35		0,35		0,35		0,35		0,36		0,36		0,36		0,36		0,37
37	993,75	1,54	992,21	1,49	990,72	1,46	989,26	1,44	987,82	1,41	986,41	1,39	985,02	1,37	983,65	1,35	982,30	1,33	980,97	1,32	979,65	1,32	978,33	1,30	
	0,34		0,34		0,35		0,36		0,36		0,36		0,36		0,36		0,37		0,37		0,38		0,38		0,38
38	993,41	1,54	991,87	1,50	990,37	1,47	988,90	1,44	987,46	1,41	986,05	1,39	984,66	1,37	983,29	1,36	981,93	1,34	980,59	1,32	979,27	1,32	977,95	1,31	
	0,35		0,35		0,36		0,36		0,36		0,37		0,37		0,37		0,37		0,38		0,38		0,38		0,39
39	993,06	1,54	991,52	1,51	990,01	1,47	988,54	1,44	987,10	1,41	985,68	1,39	984,29	1,37	982,92	1,36	981,56	1,34	980,22	1,33	978,89	1,33	977,56	1,31	
	0,35		0,36		0,36		0,37		0,38		0,38		0,38		0,38		0,38		0,38		0,39		0,39		0,39
40	992,71	1,55	991,16	1,51	989,65	1,48	988,17	1,45	986,72	1,42	985,30	1,39	983,91	1,37	982,54	1,36	981,18	1,35	979,83	1,33	978,50	1,33	977,17	1,32	

r	Алкохолно съдържание в %																								
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21													
0	986,63	1,00	985,63	0,96	984,67	0,92	983,75	0,87	982,88	0,84	982,04	0,81	981,23	0,77	980,46	0,75	979,71	0,73	978,98	0,72	978,26	0,70	977,56	0,70	
	-0,03		-0,02		-0,01		0,00		0,02		0,04		0,05		0,07		0,09		0,09		0,11		0,13		0,15
1	986,66	1,01	985,65	0,97	984,68	0,93	983,75	0,89	982,86	0,86	982,00	0,82	981,18	0,79	980,39	0,77	979,62	0,75	978,87	0,74	978,13	0,72	977,41	0,72	
	-0,02		-0,01		0,00		0,01		0,03		0,04		0,06		0,08		0,10		0,10		0,12		0,14		0,17
2	986,68	1,02	985,66	0,98	984,68	0,94	983,74	0,91	982,83	0,87	981,96	0,84	981,12	0,81	980,31	0,79	979,52	0,77	978,75	0,76	977,99	0,75	977,24	0,74	
	0,00		0,01		0,02		0,04		0,05		0,06		0,08		0,10		0,12		0,12		0,14		0,16		0,18
3	986,68	1,03	985,65	0,99	984,66	0,96	983,70	0,92	982,78	0,88	981,90	0,86	981,04	0,83	980,21	0,81	979,40	0,79	978,61	0,78	977,83	0,77	977,06	0,76	
	0,01		0,02		0,03		0,04		0,05		0,07		0,08		0,10		0,12		0,12		0,14		0,16		0,18
4	986,67	1,04	985,63	1,00	984,63	0,97	983,66	0,93	982,73	0,90	981,83	0,87	980,96	0,85	980,11	0,83	979,28	0,81	978,47	0,80	977,67	0,79	976,88	0,79	
	0,02		0,03		0,05		0,06		0,08		0,09		0,11		0,13		0,14		0,16		0,16		0,18		0,20

r	Алкохолно съдържание в %																							
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21												
5	986,65	1,05	985,60	1,02	984,58	0,98	983,60	0,95	982,65	0,91	981,74	0,89	980,85	0,87	979,98	0,84	979,14	0,83	978,31	0,82	977,49	0,81	976,68	0,81
6	986,61	1,07	985,54	1,02	984,52	0,99	983,53	0,96	982,57	0,93	981,64	0,90	980,74	0,89	979,85	0,86	978,99	0,85	978,14	0,84	977,30	0,83	976,47	0,83
7	986,56	1,08	985,48	1,04	984,44	1,00	983,44	0,97	982,47	0,95	981,52	0,92	980,60	0,90	979,70	0,88	978,82	0,87	977,95	0,85	977,10	0,85	976,25	0,85
8	986,49	1,09	985,40	1,05	984,35	1,01	983,34	0,98	982,36	0,96	981,40	0,94	980,46	0,92	979,54	0,90	978,64	0,88	977,76	0,87	976,89	0,87	976,02	0,87
9	986,41	1,09	985,32	1,06	984,26	1,03	983,23	1,00	982,23	0,97	981,26	0,95	980,31	0,93	979,38	0,92	978,48	0,90	977,56	0,89	976,67	0,89	975,78	0,89
10	986,31	1,10	985,21	1,07	984,14	1,04	983,10	1,01	982,09	0,99	981,10	0,96	980,14	0,94	979,20	0,93	978,27	0,92	977,35	0,91	976,44	0,91	975,53	0,91
11	986,21	1,11	985,10	1,08	984,02	1,05	982,97	1,03	981,94	1,00	980,94	0,97	979,97	0,96	979,01	0,95	978,06	0,94	977,12	0,93	976,19	0,93	975,26	0,92
12	986,09	1,12	984,97	1,09	983,88	1,06	982,82	1,04	981,78	1,01	980,77	0,99	979,78	0,98	978,80	0,96	977,84	0,96	976,88	0,95	975,93	0,94	974,99	0,94
13	985,96	1,13	984,83	1,10	983,73	1,07	982,66	1,05	981,61	1,03	980,58	1,00	979,58	0,99	978,59	0,98	977,61	0,97	976,64	0,97	975,67	0,96	974,71	0,96
14	985,81	1,14	984,67	1,11	983,56	1,08	982,48	1,06	981,42	1,04	980,38	1,02	979,36	1,00	978,36	0,99	977,37	0,99	976,38	0,98	975,40	0,98	974,42	0,98
15	985,66	1,15	984,51	1,12	983,39	1,09	982,30	1,07	981,23	1,05	980,18	1,04	979,14	1,02	978,12	1,01	977,11	1,00	976,11	0,99	975,12	1,00	974,12	1,00
16	985,49	1,16	984,33	1,13	983,20	1,10	982,10	1,08	981,02	1,06	979,96	1,05	978,91	1,04	977,87	1,02	976,85	1,02	975,83	1,01	974,82	1,01	973,81	1,02
17	985,32	1,17	984,15	1,14	983,01	1,11	981,90	1,09	980,81	1,08	979,73	1,06	978,67	1,05	977,62	1,04	976,58	1,04	975,54	1,02	974,52	1,02	973,50	1,04
18	985,13	1,17	983,96	1,15	982,81	1,13	981,68	1,11	980,57	1,09	979,48	1,07	978,41	1,06	977,35	1,05	976,30	1,05	975,25	1,04	974,21	1,04	973,17	1,05
19	984,93	1,18	983,75	1,16	982,59	1,14	981,45	1,12	980,33	1,10	979,23	1,08	978,15	1,07	977,08	1,07	976,01	1,06	974,94	1,05	973,89	1,06	972,83	1,06
20	984,71	1,19	983,52	1,17	982,35	1,14	981,21	1,13	980,08	1,11	978,97	1,10	977,87	1,08	976,79	1,08	975,71	1,08	974,63	1,07	973,56	1,08	972,48	1,08

Алкохолно съдържание в %

r	Алкохолно съдържание в %																							
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
40	0,78,50	1,33	0,77,17	1,32	0,75,85	1,32	0,74,53	1,32	0,73,21	1,31	0,71,90	1,32	0,70,58	1,33	0,69,25	1,33	0,67,92	1,33	0,66,59	1,34	0,65,25	1,35	0,63,90	1,37

Алкохолно съдържание в %

r	Алкохолно съдържание в %																														
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31							
0	0,78,26	0,70	0,77,56	0,70	0,76,86	0,69	0,76,17	0,70	0,75,47	0,72	0,74,75	0,72	0,74,03	0,74	0,73,29	0,77	0,72,52	0,80	0,71,72	0,83	0,70,89	0,87	0,70,02	0,90							
1	0,13	0,15	0,17	0,20	0,22	0,24	0,25	0,27	0,28	0,30	0,31	0,32	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,39	0,40	0,41	0,42	0,43	0,44							
2	0,14	0,17	0,19	0,21	0,24	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,62							
3	0,16	0,18	0,20	0,23	0,25	0,27	0,29	0,31	0,33	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,45	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57	0,59	0,61	0,63							
4	0,16	0,18	0,21	0,23	0,25	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64							
5	0,18	0,20	0,22	0,24	0,26	0,28	0,30	0,33	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,45	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57	0,59	0,61	0,63	0,65							
6	0,19	0,21	0,23	0,25	0,27	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,66							
7	0,20	0,22	0,24	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,66							
8	0,21	0,23	0,25	0,27	0,29	0,31	0,33	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,45	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57	0,59	0,61	0,63	0,65	0,67							
9	0,22	0,24	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,66	0,68							
10	0,22	0,24	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,66	0,68							
11	0,23	0,25	0,27	0,29	0,31	0,33	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,45	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57	0,59	0,61	0,63	0,65	0,67	0,69							
12	0,25	0,27	0,29	0,31	0,33	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,45	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57	0,59	0,61	0,63	0,65	0,67	0,69	0,71							
13	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,66	0,68	0,70	0,72							
14	0,27	0,29	0,31	0,33	0,35	0,37	0,39	0,41	0,43	0,45	0,47	0,49	0,51	0,53	0,55	0,57	0,59	0,61	0,63	0,65	0,67	0,69	0,71	0,73							
15	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,66	0,68	0,70	0,72	0,74							

r	Алкохолно съдържание в %																							
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31												
15	975,12	1,00	974,12	1,00	973,12	1,00	972,12	1,02	971,10	1,03	970,07	1,04	969,03	1,06	967,97	1,09	966,88	1,12	965,76	1,14	964,62	1,17	963,45	1,20
	0,30	0,31	0,33	0,35	0,36	0,38	0,38	0,38	0,36	0,36	0,38	0,40	0,40	0,40	0,42	0,42	0,44	0,44	0,45	0,45	0,47	0,47	0,49	0,49
16	974,82	1,01	973,81	1,02	972,79	1,02	971,77	1,03	970,74	1,05	969,69	1,06	968,63	1,08	967,55	1,11	966,44	1,13	965,31	1,16	964,15	1,19	962,96	1,22
	0,30	0,31	0,33	0,35	0,37	0,38	0,38	0,38	0,37	0,37	0,38	0,40	0,40	0,40	0,42	0,42	0,43	0,43	0,45	0,45	0,47	0,47	0,49	0,49
17	974,52	1,02	973,50	1,04	972,46	1,04	971,42	1,05	970,37	1,06	969,31	1,08	968,23	1,10	967,13	1,12	966,01	1,15	964,86	1,18	963,68	1,21	962,47	1,24
	0,31	0,33	0,34	0,36	0,38	0,38	0,36	0,36	0,38	0,38	0,40	0,42	0,42	0,42	0,43	0,45	0,45	0,45	0,47	0,47	0,48	0,48	0,50	0,50
18	974,21	1,04	973,17	1,05	972,12	1,06	971,06	1,07	969,99	1,08	968,91	1,10	967,81	1,11	966,70	1,14	965,56	1,17	964,39	1,19	963,20	1,23	961,97	1,26
	0,32	0,34	0,35	0,36	0,38	0,38	0,36	0,36	0,38	0,38	0,40	0,42	0,42	0,42	0,44	0,46	0,46	0,46	0,47	0,47	0,49	0,49	0,50	0,50
19	973,89	1,06	972,83	1,06	971,77	1,07	970,70	1,09	969,61	1,10	968,51	1,11	967,39	1,13	966,26	1,16	965,10	1,18	963,92	1,21	962,71	1,24	961,47	1,28
	0,33	0,35	0,37	0,39	0,40	0,40	0,39	0,39	0,40	0,40	0,41	0,42	0,42	0,42	0,45	0,46	0,46	0,46	0,48	0,48	0,50	0,50	0,52	0,52
20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,13	966,97	1,14	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29

r	Алкохолно съдържание в %																							
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31												
20°	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,13	966,97	1,16	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,26	960,95	1,29
	0,35	0,36	0,37	0,39	0,40	0,40	0,39	0,39	0,40	0,40	0,42	0,42	0,44	0,44	0,45	0,46	0,47	0,47	0,49	0,49	0,50	0,50	0,52	0,52
21°	973,21	1,09	972,12	1,09	971,03	1,11	969,92	1,11	968,81	1,13	967,68	1,15	966,53	1,17	965,36	1,19	964,17	1,22	962,95	1,24	961,71	1,28	960,43	1,31
	0,35	0,36	0,38	0,38	0,41	0,41	0,39	0,39	0,41	0,41	0,43	0,44	0,44	0,46	0,46	0,48	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,51	0,52	0,52
22	972,86	1,10	971,76	1,11	970,65	1,12	969,53	1,13	968,40	1,15	967,25	1,16	966,09	1,19	964,90	1,21	963,69	1,23	962,46	1,26	961,20	1,29	959,91	1,32
	0,35	0,37	0,39	0,40	0,42	0,42	0,40	0,40	0,42	0,42	0,43	0,45	0,45	0,46	0,46	0,48	0,48	0,48	0,50	0,50	0,52	0,52	0,53	0,53
23	972,51	1,12	971,39	1,13	970,26	1,13	969,13	1,15	967,98	1,16	966,82	1,18	965,64	1,20	964,44	1,23	963,21	1,25	961,96	1,28	960,68	1,30	959,38	1,33
	0,36	0,38	0,39	0,41	0,42	0,42	0,41	0,41	0,42	0,42	0,44	0,44	0,46	0,46	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,51	0,53	0,53	0,54	0,54
24	972,15	1,14	971,01	1,14	969,87	1,15	968,72	1,16	967,56	1,18	966,38	1,20	965,18	1,22	963,96	1,24	962,72	1,27	961,45	1,29	960,16	1,32	958,84	1,34
	0,38	0,39	0,40	0,42	0,44	0,44	0,42	0,42	0,44	0,44	0,45	0,46	0,46	0,48	0,48	0,50	0,50	0,50	0,51	0,51	0,53	0,53	0,54	0,54
25	971,77	1,15	970,62	1,15	969,47	1,17	968,30	1,18	967,12	1,19	965,93	1,21	964,72	1,24	963,48	1,26	962,22	1,28	960,94	1,31	959,63	1,33	958,30	1,36
	0,38	0,39	0,41	0,42	0,44	0,44	0,42	0,42	0,44	0,44	0,46	0,46	0,48	0,48	0,49	0,49	0,50	0,50	0,52	0,52	0,53	0,53	0,55	0,55
26	971,39	1,16	970,23	1,17	969,06	1,18	967,88	1,20	966,68	1,21	965,47	1,23	964,24	1,25	962,99	1,27	961,72	1,30	960,42	1,32	959,10	1,35	957,75	1,38
	0,39	0,41	0,42	0,44	0,45	0,45	0,44	0,44	0,45	0,45	0,46	0,48	0,48	0,50	0,50	0,51	0,51	0,51	0,52	0,52	0,53	0,53	0,55	0,55
27	971,00	1,18	969,82	1,18	968,64	1,20	967,44	1,21	966,23	1,22	965,01	1,25	963,76	1,27	962,49	1,28	961,21	1,31	959,90	1,33	958,57	1,37	957,20	1,40
	0,40	0,41	0,43	0,44	0,46	0,46	0,44	0,44	0,46	0,46	0,48	0,48	0,49	0,50	0,50	0,52	0,52	0,52	0,53	0,53	0,55	0,55	0,56	0,56
28	970,60	1,19	969,41	1,20	968,21	1,21	967,00	1,23	965,77	1,24	964,53	1,26	963,27	1,28	961,99	1,30	960,69	1,32	959,37	1,35	958,02	1,38	956,64	1,41
	0,40	0,42	0,43	0,45	0,46	0,46	0,45	0,45	0,46	0,46	0,48	0,48	0,49	0,50	0,50	0,52	0,52	0,52	0,54	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56
29	970,20	1,21	968,99	1,21	967,78	1,23	966,55	1,24	965,31	1,26	964,05	1,27	962,78	1,29	961,49	1,32	960,17	1,34	958,83	1,36	957,47	1,39	956,08	1,43
	0,42	0,43	0,45	0,46	0,47	0,47	0,46	0,46	0,47	0,47	0,48	0,48	0,50	0,50	0,52	0,52	0,53	0,53	0,54	0,54	0,56	0,56	0,58	0,58

r	Алкохолно съдържание в %																							
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31												
30	969,78	1,22	968,56	1,23	967,33	1,24	966,09	1,25	964,84	1,27	963,57	1,29	962,28	1,31	960,97	1,33	959,64	1,35	958,29	1,38	956,91	1,41	955,50	1,44
	0,42	0,43	0,44	0,45	0,47	0,48	0,49	0,51	0,52	0,54	0,55	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69
31	969,36	1,23	968,13	1,24	966,89	1,25	965,64	1,27	964,37	1,29	963,08	1,31	961,77	1,32	960,45	1,34	959,11	1,37	957,74	1,39	956,35	1,43	954,92	1,45
	0,43	0,45	0,46	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68
32	968,93	1,25	967,68	1,25	966,43	1,27	965,16	1,28	963,88	1,30	962,58	1,32	961,26	1,33	959,93	1,36	958,57	1,39	957,18	1,40	955,78	1,44	954,34	1,47
	0,43	0,45	0,47	0,48	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69
33	968,50	1,27	967,23	1,27	965,96	1,28	964,68	1,30	963,38	1,31	962,07	1,33	960,74	1,35	959,39	1,37	958,02	1,40	956,62	1,42	955,20	1,45	953,75	1,48
	0,45	0,45	0,47	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69
34	968,05	1,27	966,78	1,29	965,49	1,30	964,19	1,31	962,88	1,32	961,56	1,34	960,22	1,37	958,85	1,38	957,47	1,41	956,06	1,44	954,62	1,47	953,15	1,49
	0,45	0,47	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69
35	967,60	1,29	966,31	1,30	965,01	1,31	963,70	1,32	962,38	1,34	961,04	1,36	959,68	1,38	958,30	1,40	956,90	1,42	955,48	1,45	954,03	1,48	952,55	1,50
	0,45	0,47	0,48	0,49	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70
36	967,15	1,31	965,84	1,31	964,53	1,32	963,21	1,34	961,87	1,36	960,51	1,37	959,14	1,39	957,75	1,42	956,33	1,44	954,89	1,46	953,43	1,49	951,94	1,51
	0,46	0,47	0,48	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71
37	966,69	1,32	965,37	1,32	964,05	1,34	962,71	1,36	961,35	1,37	959,98	1,39	958,59	1,40	957,19	1,43	955,76	1,45	954,31	1,48	952,83	1,50	951,33	1,52
	0,47	0,48	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71
38	966,22	1,33	964,89	1,34	963,55	1,35	962,20	1,37	960,83	1,39	959,44	1,40	958,04	1,42	956,62	1,44	955,18	1,46	953,72	1,49	952,23	1,51	950,72	1,54
	0,48	0,49	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71	0,72
39	965,74	1,34	964,40	1,36	963,04	1,36	961,68	1,38	960,30	1,40	958,90	1,42	957,48	1,43	956,05	1,45	954,60	1,48	953,12	1,50	951,62	1,52	950,10	1,55
	0,49	0,50	0,51	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71	0,72	0,73
40	965,25	1,35	963,90	1,37	962,53	1,38	961,15	1,39	959,76	1,41	958,35	1,43	956,92	1,45	955,47	1,47	954,00	1,49	952,51	1,51	951,00	1,54	949,49	1,56
	0,49	0,50	0,51	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71	0,72	0,73

▼B

ТАБЛИЦА IV

Таблица за отношението между коефициентите на рефракция при температура 20 °C и алкохолното съдържание при температура 20 °C на водоалкохолни смеси и дестилати

Коефициент на рефракция 20 °C	Алкохолно съдържание при 20 °C		Коефициент на рефракция 20 °C	Алкохолно съдържание при 20 °C					
	Водоалкохолни смеси	Дестилати		Водоалкохолни смеси	Дестилати				
1,33628	6,54	0,25	6,48	0,26	1,34222	16,76	0,23	16,65	0,23
1,33642	6,79	0,26	6,74	0,26	1,34236	16,99	0,23	16,88	0,24
1,33656	7,05	0,25	7,00	0,27	1,34250	17,22	0,22	17,12	0,22
1,33670	7,30	0,28	7,27	0,27	1,34264	17,44	0,24	17,34	0,22
1,33685	7,58	0,25	7,54	0,25	1,34278	17,68	0,21	17,54	0,22
1,33699	7,83	0,26	7,79	0,26	1,34291	17,89	0,23	17,78	0,23
1,33713	8,09	0,25	8,05	0,25	1,34305	18,12	0,24	18,01	0,22
1,33727	8,34	0,28	8,30	0,26	1,34319	18,36	0,28	18,23	0,23
1,33742	8,62	0,25	8,56	0,25	1,34333	18,59	0,23	18,46	0,24
1,33756	8,87	0,25	8,81	0,25	1,34347	18,82	0,23	18,70	0,24
1,33770	9,12	0,24	9,06	0,24	1,34361	19,05	0,23	18,82	0,22
1,33784	9,36	0,27	9,30	0,25	1,34375	19,28	0,23	19,17	0,23
1,33799	9,63	0,24	9,55	0,26	1,34389	19,51	0,24	19,40	0,22
1,33813	9,87	0,25	9,81	0,24	1,34403	19,75	0,23	19,62	0,24
1,33827	10,12	0,25	10,05	0,24	1,34417	19,98	0,24	19,86	0,23
1,33841	10,35	0,26	10,29	0,25	1,34431	20,22	0,22	20,09	0,24
1,33856	10,61	0,25	10,54	0,24	1,34445	20,44	0,21	20,33	0,21
1,33870	10,86	0,24	10,78	0,24	1,34458	20,65	0,24	20,54	0,22
1,33884	11,10	0,23	11,02	0,24	1,34472	20,89	0,22	20,76	0,23
1,33898	11,33	0,24	11,26	0,24	1,34486	21,11	0,23	20,99	0,22
1,33912	11,47	0,24	11,50	0,24	1,34500	21,34	0,21	21,21	0,23
1,33926	11,81	0,24	11,74	0,24	1,34513	21,55	0,23	21,44	0,21
1,33940	12,05	0,25	11,98	0,24	1,34527	21,78	0,22	21,65	0,22
1,33955	12,30	0,23	12,22	0,24	1,34541	22,00	0,23	21,87	0,23
1,33969	12,53	0,23	12,46	0,23	1,34555	22,23	0,21	22,10	0,21
1,33983	12,76	0,24	12,69	0,23	1,34568	22,44	0,23	22,31	0,23
1,33997	13,00	0,23	12,92	0,23	1,34582	22,67	0,23	22,54	0,21
1,34011	13,23	0,24	13,15	0,25	1,34596	22,90	0,23	23,75	0,21
1,34025	13,47	0,23	13,40	0,22	1,34610	23,13	0,20	22,96	0,21
1,34029	13,70	0,23	13,62	0,24	1,34623	23,33	0,24	23,17	0,23
1,34053	13,93	0,23	13,86	0,23	1,34637	23,57	0,24	23,40	0,21
1,34067	14,16	0,25	14,09	0,23	1,34651	23,81	0,23	23,61	0,24
1,34081	14,41	0,25	14,32	0,25	1,34665	24,04	0,22	23,85	0,24
1,34096	14,66	0,23	14,57	0,24	1,34678	24,26	0,22	24,09	0,22
1,34110	14,89	0,24	14,81	0,25	1,34692	24,48	0,24	24,31	0,25
1,34124	15,13	0,23	15,06	0,22	1,34706	24,72	0,23	24,56	0,22
1,34138	15,36	0,23	15,28	0,22	1,34720	24,95	0,21	24,78	0,22
1,34152	15,59	0,24	15,50	0,24	1,34733	25,16	0,24	25,00	0,23
1,34166	15,83	0,23	15,74	0,22	1,34747	25,40	0,22	25,23	0,22
1,34180	16,06	0,23	16,96	0,23	1,34760	25,62	0,24	25,45	0,25
1,34194	16,29	0,23	16,19	0,22	1,34774	25,86	0,24	25,70	0,23
1,34208	16,52	0,24	16,41	0,24	1,34788	26,10	0,22	25,93	0,22



4. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ОБЩИЯ СУХ ЕКСТРАКТ

Общо сухо вещество

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Общият сух екстракт или общото сухо вещество включва цялото количество вещества, които са нелетливи при определени физически условия. Тези условия трябва да бъдат такива, че веществата, които участват в екстракта, да са подложени на възможно най-малки изменения по време на провеждане на теста.

Беззахарният екстракт е разликата между общия сух екстракт и общото количество захар.

Редуцираният екстракт е разликата между общия сух екстракт и общото количество захари, надхвърлящи един грам на литър, калиев сулфат над един грам на литър, евентуално наличие на манитол и всички други химически вещества, които е възможно да са били добавени към виното.

Остатъчният екстракт е разликата между беззахарния екстракт и измерената киселинност, изразена като винена киселина.

Екстрактът се изразява в грамове на литър с точност до 0,5 g.

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Единичен метод: измерване чрез дензиметър.

Общият сух екстракт се изчислява по косвен начин от относителното тегло на мъстта, а при виното - от относителното тегло на обезалкохоленото вино.

Сухият екстракт се изразява като количеството захароза, която, когато бъде разтворена в един литър вода, образува разтвор със същото относително тегло както мъстта или безалкохолното вино. Това количество е показано в таблица I.

3. МЕТОД НА ИЗЧИСЛЕНИЕ

Относителното тегло на обезалкохоленото вино d_p 20/20 се изчислява по следната формула:

$$d_p = d_V - d_A + 1,000,$$

където

d_V = относително тегло на виното при температура 20 °C (коригирано по отношение на летливата киселинност) ⁽¹⁾;

d_A = относително тегло при температура 20 °C на смес от алкохол и вода със същото алкохолно съдържание като това на виното.

Величината d_p може да бъде изчислена и от стойностите на плътността при температура 20 °C, ρ_V на виното и ρ_A на водоалкохолната смес със същото алкохолно съдържание по формулата:

$$d_p = 1,0018 (\rho_V - \rho_A) + 1,000,$$

където коефициентът 1,0018 се приема за приблизително равен на 1, когато ρ_V е по-малка от 1,05, което е общият случай най-често.

4. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Таблица I се използва за изчисляване на общия сух екстракт g/l от относителното тегло d_p 20/20 на обезалкохоленото вино или от относителното тегло $d^{20}_{20\text{ }^\circ\text{C}}$ на мъстта.

Общият сух екстракт се изразява в грамове на литър (g/l) с точност до първия десетичен знак.

⁽¹⁾ Преди да се извършат изчисленията, относителната плътност (или плътността) на виното, измерена по указания по-горе начин, се коригира за влиянието на летливата киселинност по следната формула:

$$d_V = d^{20}_{20\text{ }^\circ\text{C}} - 0,0000086a \text{ g/l} \quad (V = (20\text{ }^\circ\text{C} - 0,0000086a,$$

където a е количеството на летливите киселини в милиграми на литър.



ТАБЛИЦА I
за изчисляване на общия сух екстракт в грамове на литър (g/l)

Относителна плътност с точност до втория десетичен знак	Трети десетичен знак на относителната плътност									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Грамове екстракт за литър									
1,00	0	2,6	5,1	7,7	10,3	12,9	15,4	18,0	20,6	23,2
1,01	25,8	28,4	31,0	33,6	36,2	38,8	41,3	43,9	46,5	49,1
1,02	51,7	54,3	56,9	59,5	62,1	64,7	67,3	69,9	72,5	75,1
1,03	77,7	80,3	82,9	85,5	88,1	90,7	93,3	95,9	98,5	101,1
1,04	103,7	106,3	109,0	111,6	114,2	116,8	119,4	122,0	124,6	127,2
1,05	129,8	132,4	135,0	137,6	140,3	142,9	145,5	148,1	150,7	153,3
1,06	155,9	158,6	161,2	163,8	166,4	169,0	171,6	174,3	176,9	179,5
1,07	182,1	184,8	187,4	190,0	192,6	195,2	197,8	200,5	203,1	205,8
1,08	208,4	211,0	213,6	216,2	218,9	221,5	224,1	226,8	229,4	232,0
1,09	234,7	237,3	239,9	242,5	245,2	247,8	250,4	253,1	255,7	258,4
1,10	261,0	263,6	266,3	268,9	271,5	274,2	276,8	279,5	282,1	284,8
1,11	287,4	290,0	292,7	295,3	298,0	300,6	303,3	305,9	308,6	311,2
1,12	313,9	316,5	319,2	321,8	324,5	327,1	329,8	332,4	335,1	337,8
1,13	340,4	343,0	345,7	348,3	351,0	353,7	356,3	359,0	361,6	364,3
1,14	366,9	369,6	372,3	375,0	377,6	380,3	382,9	385,6	388,3	390,9
1,15	393,6	396,2	398,9	401,6	404,3	406,9	409,6	412,3	415,0	417,6
1,16	420,3	423,0	425,7	428,3	431,0	433,7	436,4	439,0	441,7	444,4
1,17	447,1	449,8	452,4	455,2	457,8	460,5	463,2	465,9	468,6	471,3
1,18	473,9	476,6	479,3	482,0	484,7	487,4	490,1	492,8	495,5	498,2
1,19	500,9	503,5	506,2	508,9	511,6	514,3	517,0	519,7	522,4	525,1
1,20	527,8	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Таблица за интерполиране

Четвъртият десетичен знак на относителната плътност	Грамове екстракт за литър	Четвъртият десетичен знак на относителната плътност	Грамове екстракт за литър	Четвъртият десетичен знак на относителната плътност	Грамове екстракт за литър
1	0,3	4	1,0	7	1,8
2	0,5	5	1,3	8	2,1
3	0,8	6	1,6	9	2,3



5. РЕДУЦИРАЩИ ЗАХАРИ

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Редуциращите захари включват всички захари с кетонна или алдехидна функция и се определят чрез тяхното редуциращо действие върху алкален разтвор на медна сол (купро).

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДИТЕ

2.1. Дефекация (утаяване)

2.1.1. *Референтен метод*: след неутрализация и отстраняване на алкохола виното преминава през йонообменна колона, в която неговите аниони се заменят с ацетатни йони, след което следва утаяване с неутрален оловен ацетат.

2.1.2.

Обичайни методи: виното се третира с един от следните реагенти:

2.1.2.1. неутрален оловен ацетат;

2.1.2.2. цинков (II) хексацианоферат.

2.2. Определяне

2.2.1. *Единичен метод*: утаеното вино или мъст влиза в реакция с определено количество разтвор на алкална медна сол, след което излишъкът от медни йони се определя йодометрично.

3. УТАЯВАНЕ

Захарното съдържание на течността, което следва да се определи, трябва да бъде в интервала от 0,5 g/l до 5 g/l.

По време на утаяването сухите вина не се разреждат. Сладките вина се разреждат, за да може нивото на захарта да се доведе до границите, дадени в следната таблица:

Описание	Съдържание на захар (g/l)	плътност	Разреждане (%)
Мъст и мистели	> 125	> 1,038	1
Сладки вина, дори подсилени	от 25 до 125	от 1,005 до 1,038	4
Полусладки вина	от 5 до 25	от 0,997 до 1,005	20
Сухи вина	< 5	< 0,997	без разреждане

3.1. Референтен метод

3.1.1. Реагенти

3.1.1.1. Разтвор на 1M солна киселина (HCl);

3.1.1.2. Разтвор на 1M натриев хидроксид (NaOH);

3.1.1.3. Разтвор на 4M оцетна киселина (CH₃COOH);

3.1.1.4. Разтвор на 2M натриев хидроксид (NaOH);

3.1.1.5. Йонообменна смола (*Dowex 3* (20-50 mesh) или еквивалентна).

Подготовка на колоната със смолата за анионен обмен:

на дъното на бюрета се поставя малко парче стъклена вата и 15 ml анионообменна смола (3.1.1.5).

Преди да бъде използвана, смолата се подлага на два пълни цикъла на регенерация чрез последователно преминаване през нея на разтвори на 1 M солна киселина (точка 3.1.1.1) и натриев хидроксид (точка 3.1.1.2). След изплакване с 50 ml дестилирана вода смолата се прехвърля в цилиндричен съд за преливане, добавят се 50 ml от разтвора на 4 M оцетна киселина (точка 3.1.1.3) и се разбърква в

▼B

продължение на 5 минути. Отново се напълва бюретата със смола и през колоната се наливат 100 ml от разтвора на 4 M оцетната киселина (точка 3.1.1.3). (За предпочитане е да има определено количество от тази смола, съхранявано в бутилка, която е пълна с разтвор на 4 M оцетна киселина.) Колоната се промива с дестилирана вода, докато изтичащата течност се неутрализира.

Регенериране на смолата

Смолата се промива със 150 ml разтвор на 2 M натриев хидроксид за отстраняване на киселините и по-голяма част от багрилото смолата. Промива се със 100 ml вода и със 100 ml разтвор на 4 M оцетната киселина. Промивките продължават до неутрализация на промивната течност.

3.1.1.6. Разтвор на неутрален оловен ацетат (приблизително наситен)

Неутрален оловен ацетат $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}]$ — 250 g.

Вряла вода — до 500 ml.

Разбърква се до разтваряне.

3.1.1.7. Калциев карбонат (CaCO_3)

3.1.2. *Начин на работа*

3.1.2.1. Сухи вина

В чаша с диаметър около 10 до 12 cm се поставят 50 ml вино заедно с $1/2$ ($n - 0,5$) ml разтвор на 1 M натриев хидроксид (точка 3.1.1.2) (n е обемът на разтвора 0,1 M натриев хидроксид, използван за определяне на общата киселинност в 10 ml вино). Оставят се да се изпарят на кипяща водна баня в поток от горещ въздух, докато течността не намалее до 20 ml.

Тази течност се прокарва през колона с анионообменната смола в ацетатна форма (точка 3.1.1.5) със скорост 3 ml на всеки две минути. Преминалата през колоната течност се поставя в 100-милилитрова мерителна колба. Съдът и колоната се подлагат на шесткратна промивка, като всеки път се използва 10 ml дестилирана вода. При непрекъснато разбъркване се прибавят 2,5 ml наситен разтвор на оловен ацетат (3.1.1.6) и 0,5 g калциев карбонат (3.1.1.7), колоната се разклаща няколко пъти и се оставя в покой в продължение на минимум 15 минути. Допълва се с вода до нивото на марката. Филтрира се.

Един милилитър от този филтрат съответства на 0,5 ml вино.

3.1.2.2. Мъст, мистели, сладки и полусладки вина

Указания за провеждане на разреждането:

1. *Мъст и мистели*: приготвя се 10 % разтвор на течността за анализ и се отмерват 10 ml от нея;
2. *Сладки вина, дори подсилени*, с плътност между 1,005 и 1,038: приготвя се 20 % разтвор на течността за анализ и се отмерват 20 ml от нея;
3. *Полусладки вина* с плътност при температура 20 °C от 0,997 до 1,005: отмерват се 20 ml от неразреденото вино.

Оставя се посоченият обем вино или мъст да тече през колона с анионообменна смола в ацетатна форма със скорост 3 ml на всеки 2 минути. Преминалата течност се събира в 100-милилитрова мерителна колба и колоната се изплаква с вода, докато се получат около 90 ml течност. Прибавят се 0,5 g калциев карбонат и един милилитър наситен разтвор на оловен ацетат. Разбъркват се и се оставят да престоят в продължение на 15 минути. Съдържанието се разбърква периодично. Долива се вода до нивото на марката и се филтрира.

▼B

Случаи:

1. Един милилитър филтрат съответства на 0,01 ml мът или мистел.
2. Един милилитър филтрат съответства на 0,04 ml сладко вино.
3. Един милилитър филтрат съответства на 0,20 ml полусладко вино.

▼M8**▼B**

4. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЗАХАРИ

4.1. Реагенти

4.1.1. *Алкален разтвор на медна сол:*

меден сулфат, чист ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	25 g
лимонена киселина ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	50 g
натриев карбонат на кристали ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)	388 g
вода до	1 000 ml

Медният сулфат се разтваря в 100 ml вода, лимонената киселина — в 300 ml вода, а натриевият карбонат — в 300-400 ml гореща вода. Разбъркват се разтворите на лимонената киселина и на натриевия карбонат. Добавя се разтворът на меден сулфат и се допълва с вода до един литър.

4.1.2. *30 % разтвор на калиев йодид:*

калиев йодид (KJ)	30 g
вода до	100 ml

Съхранява се в шише от цветно стъкло.

4.1.3. *Сярна киселина (25 %):*

концентрирана сярна киселина (H_2SO_4)	25 g
$\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$	
вода до	100 ml

Киселината се прибавя бавно към водата, охлажда се и се допълва с вода до 100 ml.

4.1.4. *5 g/l разтвор на скорбяла:*

Пет g скорбяла се разбъркват в около 500 ml вода. Сместа се нагрява се до кипене, като постоянно се разбърква, след което се оставя да ври в продължение на 10 минути. Добавят се 200 g натриев хлорид (NaCl). Оставя се да се охлади и се допълва с вода до един литър.

Натриев тиосулфат, 0,1 M разтвор;

разтвор на инвертна захар, 5 g/l, който следва да се използва за проверка на метода на определяне:

В мерителна колба с вместимост 200 ml се поставят:

чиста суха захароза ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$)	4,75 g
вода приблизително	100 ml;
концентрирана солна киселина (HCl) ($\rho_{20} = 1,16\text{—}1,19\text{g/ml}$)	5 ml.

Колбата се нагрява във вода баня с температура 60 °C, докато температурата на разтвора достигне 50 °C, след което колбата и разтворът се поддържат при температура 50 °C в продължение на 15 минути. Колбата се охлажда по естествен начин в продължение на 30 минути, след което се потапя в студена водна баня. Разтворът се прелива в еднолитрова мерителна колба и се допълва до един литър. Този разтвор може да се съхрани в продължение на един месец. Непосредствено преди употреба пробата за анализ (този разтвор е приблизително 0,06 M) се неутрализира с разтвор на натриев хидроксид.

▼ **B****4.2. Начин на работа**

В 300-милиметрова конична колба се прави смес от 25 ml алкален разтвор на медна сол, 15 ml вода и 10 ml от избистрения разтвор. Посоченият обем захарен разтвор не може да съдържа повече от 60 mg инвертна захар.

Добавят се няколко малки парчета пемза. Към колбата се прикрепя обратен хладник. Сместа се довежда до кипене за не повече от 2 минути и се оставя да ври в продължение на точно 10 минути.

Колбата се охлажда незабавно на течаща студена вода. След като бъде напълно охладена, в нея се прибавят 10 ml 30 % разтвор на калиев йодид (4.1.2), 25 ml 25 % сярна киселина (4.1.3) и 2 ml разтвор на скорбяла (4.1.4).

Титрува се с разтвор на 0,1 M натриев тиосулфат (4.1.5), като с n се обозначава броят на използваните ml.

Титруването може да се извърши и върху празна проба, като 10 ml захарен разтвор се заменят с 10 ml дестилирана вода. Броят на използваните ml натриев тиосулфат се обозначава с n' .

4.3. Изразяване на резултатите**4.3.1. Изчисления**

Съдържащото се в пробата количество захар, изразена като инвертна захар, се получава от таблицата по-долу като функция на използваното количество натриев тиосулфат ($n' - n$) в милилитри.

Съдържанието на захар във виното се изразява в грамове инвертна захар на литър с точност до първия десетичен знак, като се взема предвид разреждането по време на избистрянето, както и обемът на пробата за анализ.

4.3.2. Повторяемост

$$r = 0,015 x_1$$

x_1 = концентрация на инвертна захар в грамове на литър (g/l) за проба.

4.3.3. Възпроизводимост

$$R = 0,058 x_1$$

x_1 = концентрация на инвертна захар в грамове на литър (g/l) за проба.

Таблица за изчисляване на редуциращите захари в милиграми в зависимост от използваното количество 0,1 M натриев тиосулфат, ($n' - n$) в ml					
Na ₂ S ₂ O ₃ (ml 0,1 M)	Редуциращи захари (mg)	Разлика	Na ₂ S ₂ O ₃ (ml 0,1 M)	Редуциращи захари (mg)	Разлика
1	2,4	2,4	13	33,0	2,7
2	4,8	2,4	14	35,7	2,8
3	7,2	2,5	15	38,5	2,8
4	9,7	2,5	16	41,3	2,9
5	12,2	2,5	17	44,2	2,9
6	14,7	2,6	18	47,2	2,9
7	17,2	2,6	19	50,0	3,0
8	19,8	2,6	20	53,0	3,0
9	22,4	2,6	21	56,0	3,1
10	25,0	2,6	22	59,1	3,1
11	27,6	2,7	23	62,2	
12	30,3	2,7			



6. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЗАХАРОЗА

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДИТЕ

- I. Метод за качествен анализ с тънкослойна хроматография: захарозата се отделя от останалите захари чрез тънкослойна хроматография върху плака, покрита с целулоза. Проявителят е карбамид-солна киселина в сушилна при температура 105 °C.
- II. Метод за анализ и определяне с високоефективна течна хроматография: захарозата се изолира върху силициева алкиламинна колона и се открива с рефрактометрия. Количественото определяне се извършва по метода на външния стандарт, анализиран при същите условия.

Забележка:

Проверка на резултатите от анализа на мъст или вино може да се направи и по метода, основаващ се на деутерийно ядрено — магнитен резонанс (ЯМР), описан във връзка с установяването на обогатителни добавки в мъста, ректифицираната концентрирана мъст и вината.

За анализ и определяне на захарозата може да се използва и газова хроматография, както е описано в глава 42, точка е).

2. КАЧЕСТВЕН АНАЛИЗ С ТЪНКΟΣЛОЙНА ХРОМАТОГРАФИЯ

2.1. Оборудване

- 2.1.1. Хроматографски плаки, покрити с целулозен прах (напр. MN 300) (20x20).
- 2.1.2. Хроматографска вана.
- 2.1.3. Микроспринцовка или микропипета.
- 2.1.4. Сушилна с терморегулатор до 105 °C, ±2 °C.

2.2. Реагенти

- 2.2.1. Обезцветяващ въглен.
- 2.2.2. *Подвижна фаза:* дихлорметан — ледена оцетна киселина ($\rho_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$) — етилов алкохол — метилов алкохол — вода (50: 25: 9: 6: 10).
- 2.2.3. *Проявител:*

Карбамид	5 g
2M солна киселина	20 ml
Етилов алкохол	100 ml

2.2.4. Референтни разтвори:

Глюкоза	35 g
Фруктоза	35 g
Захароза	0,5 g
Дестилирана вода	1 000 ml

2.3. Начин на работа

2.3.1. Приготвяне на пробата за анализ

Силно оцветената мъст или вино се обезцветяват чрез третиране с активен въглен.

За ректифицираната концентрирана мъст се използва разтвор на захар с концентрация 25 % (m/m) (25° Brix), приготвен по начина, описан в глава „Определяне на рН на вино и мъст“, точка 4.1.2, и разреден до една четвърт от концентрацията му — от обем 25 ml до 100 ml в мерителна колба.

▼B**2.3.2. Получаване на хроматограма**

На разстояние 2,5 cm от долния ръб на плаката се поставят успоредно:

- 10 µl от пробата за анализ;
- 10 µl от стандартния образец.

Плаката се поставя в хроматографска вана, наситена с пари на подвижната фаза. Подвижната фаза се оставя да се придвижи до един сантиметър от горния край на плаката. Плаката се изважда и изсушава на струя топъл въздух. Манипулацията се повтаря още два пъти, като всеки път плаката се изсушава, след което се напръсква равномерно с 15 ml и се поставя в сушилният при температура 105 °C за около 5 минути.

2.4. Резултати

Захарозата и фруктозата се наблюдават като тъмносиво петно на бял фон; глюкозата се проявява като зелено петно с по-малка плътност.

3. МЕТОД ЗА АНАЛИЗ И ОПРЕДЕЛЯНЕ С ВИСОКОЕФЕКТИВНА ТЕЧНА ХРОМАТОГРАФИЯ

Посочени са примерни хроматографски условия.

3.1. Оборудване**3.1.1. Хроматограф за високоефективна течна хроматография, снабден със:**

1. инжектор, 10 µl;
2. детектор: диференциален рефрактометър или интерферометричен рефрактометър;
3. кварцова колона с алкиламиново пълнеж (дължина 25 cm и вътрешен диаметър 4 mm);
4. предпазна колона, запълнена със същата фаза;
5. устройство за изолиране на предпазната колона и аналитичните колони или за поддържане на температурата им (30 °C);
6. записващо устройство и ако е необходимо интегратор;
7. скорост (дебит) на подвижната фаза: 1 ml/min.

3.1.2. Приспособление за мембранна филтрация (0,45 µm).**3.2. Реагенти****3.2.1. Двойно дестилирана вода;****3.2.2. Ацетонитрил (CH₃CN), подходящ за високоефективна течна хроматография;****3.2.3. Подвижна фаза:** ацетонитрил-вода, подложена на предварителна мембранно филтриране (0,45 µm), (80: 20 v/v).

Преди да бъде използвана подвижната фаза трябва да се обезгази.

3.2.4. Стандартен разтвор: 1,2 g/l воден разтвор на захароза. Филтрира се с помощта на мембранен филтър 0,45 µm.**3.3. Начин на работа****3.3.1. Приготвяне на пробата:**

- за вино и мъст: филтрира се през мембранен филтър 0,45 µm;
- за ректифицирана концентрирана мъст: използва се разтворът, получен чрез разреждане на концентрираната мъст до 40 % (m/v), както е описано в главата „Определяне на обща киселинност“, точка 5.1.2, и се филтрира през мембранен филтър (0,45 µm).

▼B**3.3.2. Хроматографско определяне**

В хроматографа се инжектират последователно 10 μ l от стандартния разтвор и 10 μ l от пробата за анализ, приготвена по начина, описан в точка 3.3.1. Впръскванията се повтарят, като се запазва същата последователност.

Записва се хроматограмата.

Времето за задържане на захарозата е приблизително 10 минути.

3.4. Изчисления

За изчислението се използва средната стойност от два резултата за стандартния разтвор и пробата за анализ.

3.4.1. *За вина и мъст*: изчислява се концентрацията в грамове на литър (g/l).

3.4.2. *За ректифицирана концентрирана мъст*: ако C е концентрацията на захароза в g/l в 40 % (m/v) разтвор на ректифицирана концентрирана мъст, концентрацията на захароза в g/kg в ректифицираната концентрирана мъст е $2,5 C$.

3.5. Изразяване на резултатите

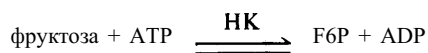
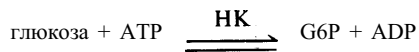
Концентрацията на захароза във вината, мъстта и ректифицираната концентрирана мъст се изразява в грамове на литър (за вината и мъстта) и в грамове на килограм (за ректифицираната концентрирана мъст), всички с точност до първия десетичен знак.

▼ В**7. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ГЛЮКОЗА И ФРУКТОЗА****1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

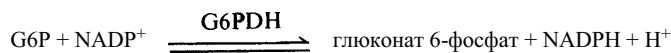
Глюкозата и фруктозата се определят поотделно по ензимен начин с цел да изчисли съотношението глюкоза/фруктоза.

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Глюкозата и фруктозата се фосфорилизират от аденозин трифосфат (АТР) по време на ензимна реакция, катализирана с хексокиназа (НК), в резултат на което се получават глюкоза 6-фосфат (G6P) и фруктоза 6-фосфат (F6P):

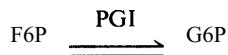


Глюкоза 6-фосфатът първо се окислява до глюконат 6-фосфат с никотинамид аденин динуклеотид фосфат (NADP) в присъствието на ензима глюкоза 6-фосфат дехидрогеназа (G6PDH). Полученото количество редуциран никотинамид аденин динуклеотид фосфат (NADP) съответства на количеството глюкоза 6-фосфат (G6P), а следователно и на съдържанието на глюкоза.



Редуцираният никотинамид аденин динуклеотид фосфат се определя количествено от стойността му на абсорбция при дължина на вълната 340 nm.

В края на реакцията фруктоза 6-фосфатът се превръща в глюкоза 6-фосфат вследствие действието на фосфоглюкоза изомеразата (PGI):



Глюкоза 6-фосфатът влиза отново в реакция с никотинамид аденин динуклеотид фосфата, в резултат на което се получава глюконат 6-фосфат и редуциран никотинамид аденин динуклеотид фосфат, след което се извършва определяне на второто вещество.

3. АПАРАТУРА

— Спектрофотометър, позволяващ извършването на измервания при 340 nm, т.е. дължината на вълната, при която абсорбцията на NADPH е достигнала своя максимум. Това включва абсолютни стойности на измерванията (точкае. вместо калибровъчни графики се извършва стандартизация въз основа на коефициента на екстинкция (разсейване) на NADPH), което налага необходимостта от проверка на скалите за дължина на вълната на апаратурата, както и на получените чрез тази апаратура стойности на поглъщане.

В отсъствието на такъв спектрофотометър може да се използва друг уред с източник с прекъснат спектър, позволяващ извършването на измервания при дължина на вълната от 334 nm или 365 nm.

— Стъклени кювети с дължина на оптичния път един сантиметър или кювети за еднократна употреба.

— Пипети за работа с разтвори за ензимни анализи от 0,02 ml, 0,05 ml, 0,1 ml и 0,2 ml.

4. РЕАГЕНТИ

- 4.1. **Разтвор 1:** буферен разтвор (0,3 M триетаноламин, pH 7,6, в Mg^{2+} 4×10^{-3} M): разтварят се 11,2 g триетаноламин хидрохлорид ($(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{N} \cdot \text{HCl}$) и 0,2 g ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) в 150 ml двойно дестилирана вода; добавят се около 4 ml разтвор на 5M натриев хидроксид (NaOH) за получаването на pH 7,6. Долива се до 200 ml.

▼B

Буферният разтвор има трайност от четири седмици, ако се съхранява при температура + 4 °C.

- 4.2. **Разтвор 2:** разтвор на никотинамид аденин динуклеотид фосфат (около $11,5 \times 10^{-3}$ M). Разтварят се 50 mg динатриев никотинамид аденин динуклеотид фосфат в 5 ml двойно дестилирана вода.

Разтворът е годен за употреба в продължение на четири седмици, ако се съхранява при температура + 4 °C.

- 4.3. **Разтвор 3:** разтвор на аденозин 5'-трифосфат (около 81×10^{-3} M). Разтварят се 250 mg динатриев аденозин 5'-трифосфат и 250 mg кисел натриев карбонат (NaHCO_3) в 5 ml двойно дестилирана вода.

Разтворът е годен за употреба в продължение на четири седмици, ако се съхранява при температура + 4 °C.

- 4.4. **Разтвор 4:** хексокиназа/глюкоза 6-фосфат дехидрогеназа. Смесват се 0,5 ml хексокиназа (2 mg протеин/ml или 280 U) и 0,5 ml глюкоза 6-фосфат дехидрогеназа (1 mg протеин/ml).

Разтворът е годен за употреба в продължение на една година, съхраняван при температура + 4 °C.

- 4.5. **Разтвор 5:** фосфоглюкоза изомеразата (2 mg протеин/ml или 700 U/ml). Суспензията се използва без разреждане.

Разтворът е годен за употреба в продължение на една година, съхраняван при температура + 4 °C.

Забележка:

Всички разтвори се предлагат в търговската мрежа.

5. НАЧИН НА РАБОТА

5.1. Приготвяне на пробата

В зависимост от количеството глюкоза + фруктоза на литър пробата се разрежда, както следва:

Измерване при 340 nm и 334 nm	Измерване при 365 nm	Разреждане с вода	Коефициент F на разреждане
до 0,4 g/l	0,8 g/l	—	—
до 4,0 g/l	8,0 g/l	1 + 9	10
до 10,0 g/l	20,0 g/l	1 + 24	25
до 20,0 g/l	40,0 g/l	1 + 49	50
до 40,0 g/l	80,0 g/l	1 + 99	100
над 40,0 g/l	80,0 g/l	1 + 999	1 000

5.2. Определяне

Измерванията се извършват със спектрофотометър с дължина на вълната 340 nm (без кювети в оптичния път) спрямо вода или въздух като еталони.

Температурата е между 20—25 °C.

В две кювети с дължина на оптичния път 1 cm се поставят:

	Кювета със референтна проба	Кювета с пробата за анализ
Разтвор 1 (4.1) (температура 20 ° C):	2,50 ml	2,50 ml
Разтвор 2 (4.2):	0,10 ml	0,10 ml
Разтвор 3 (4.3):	0,10 ml	0,10 ml
Проба за измерване		0,20 ml
Двойно дестилирана вода	0,20 ml	

▼ B

Приготвят се смесите и след около три минути се отчита абсорбцията на разтворите (A_1). Започва се реакция чрез добавяне на:

Разтвор 4 (4.4)	0,02 ml.	0,02 ml
-----------------	----------	---------

Сместа се разбърква и се изчаква 15 минути, след което се отчита стойността на абсорбция. След още две минути се проверява дали реакцията е приключила (A_2).

Веднага се добавя:

Разтвор 5 (4.5)	0,02 ml	0,02 ml.
-----------------	---------	----------

Разбърква се и след 10 минути се отчита стойността на абсорбция. След още две минути се проверява дали реакцията е приключила (A_3).

Изчислява се разликата в стойностите на абсорбция:

$A_2 - A_1$ съответства на глюкоза;

$A_3 - A_2$ съответства на фруктоза

за референтната и аналитична проба.

Определят се разликите в стойностите на абсорбция за референтната проба (ΔA_R) и за тест-пробата (ΔA_S), както следва:

за глюкозата: $\Delta A_G = \Delta A_S - \Delta A_R$;

за фруктозата: $\Delta A_F = \Delta A_S - \Delta A_R$.

Забележка:

Времето, необходимо за приключване на ензимната реакция, е различно за всяка отделна партида. Посочената по-горе стойност е само примерна. Препоръчва се тя да бъде определяна за всяка отделна партида

5.3. Изразяване на резултатите

5.3.1. Изчисление

Общата формула за изчисляване на концентрациите е:

$$C(\text{g/l}) = \frac{V \times M}{\varepsilon \times d \times v \times 1000} \Delta A$$

където

V = обем на разтвора за анализ (ml);

v = обем на пробата (ml);

M = молекулно тегло на веществото, подложено на анализ;

d = оптичен път на кюветите (cm);

ε = коефициент на абсорбция на NADPH при дължина на вълната 340 nm ($= 6,3 \text{ m mol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$);

и

V = 2,92 ml за определяне на глюкоза;

V = 2,94 ml за определяне на фруктоза;

v = 0,20 ml;

M = 180;

d = 1.

Ето защо:

за глюкозата: $C(\text{g/l}) = 0,417 \Delta A_G$;

за фруктозата: $C(\text{g/l}) = 0,420 \Delta A_F$.

В случай че пробата е била разреждана, резултатът се умножава с коефициента на разреждане F .

▼B*Забележка:*

За измервания, проведени при дължина на вълната от 334 nm или 365 nm, са валидни следните изрази:

— измерване при 334 nm: $\varepsilon = 6,2 \text{ (m mol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}\text{)}$:

глюкоза: $C \text{ (g/l)} = 0,425 \Delta A_G$;

фруктоза: $C \text{ (g/l)} = 0,428 \Delta A_F$.

— измерване при 365 nm: $\varepsilon = 3,4 \text{ (m mol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}\text{)}$:

глюкоза: $C \text{ (g/l)} = 0,773 \Delta A_G$;

фруктоза: $C \text{ (g/l)} = 0,778 \Delta A_F$.

5.3.2. *Повторяемост (r)*

$$r = 0,056 x_i$$

5.3.3. *Възпроизводимост (R)*

$$R = 0,12 + 0,076 x_i,$$

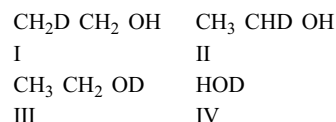
x_i = — концентрация на глюкоза или фруктоза в грамове на литър (g/l).

▼ **B**

8. ОТКРИВАНЕ НА ОБОГАТИТЕЛНИ ДОБАВКИ В ГРОЗДОВА МЪСТ, КОНЦЕНТРИРАНА ГРОЗДОВА МЪСТ, РЕКТИФИЦИРАНА КОНЦЕНТРИРАНА МЪСТ И ВИНА С ДЕУТЕРИЕН ЯДРЕНО-МАГНИТЕН РЕЗОНАНС

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Атомите на деутерия, съдържащи се в захарите и водата на гроздовата мъст, се преразпределят след ферментация в молекули I, II, III и IV на виното:



Добавянето на екзогенна захар (шаптализация) преди ферментацията на мъстта се отразява върху разпределението на деутерия.

В сравнение с данните за параметрите на виното с естествен контрол от един и същ регион добавянето на екзогенна захар води до следните промени в състава:

Вино \ Параметри	$(D/H)_I$	$(D/H)_{II}$	$(D/H)_{Q_W}$	R
– Естествено	→	→	→	→
– Обогащено със:				
– цвеклова захар	↘	↗	↗	↗
– тръстикова захар	}	↗	↗	↘
– царевична захар		↗	↗	↗

$(D/H)_I$: изотопно съотношение към молекула I;

$(D/H)_{II}$: изотопно съотношение към молекула II;

$(D/H)_{Q_W}$: изотопно отношение на водата във виното;

$R = 2 (D/H)_{II} / (D/H)_I$, изразява относителното разпределение на деутерия в молекули I и II; R се определя директно от h-интензитета на сигнала: $R = 3h_{II} / h_I$;

$(D/H)_I$ характеризира относителното разпределение на растителните видове, синтезирали захарта, и в по-малка степен географското разположение на културата (вида на водата, използвана по време на фотосинтезата);

$(D/H)_{II}$ отразява климатичните характеристики на района на производство на гроздето (вида на дъждовната вода, климатични особености и др.) и в по-малка степен – съдържанието на захар в изходното вещество (мъст);

$(D/H)_{Q_W}$ показва климатичните особености на района на производство и съдържанието на захар в изходното вещество (мъст).

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Дефинираните по-горе параметри (R, $(D/H)_I$, $(D/H)_{II}$) се определят с деутериев ядрено-магнитен резонанс на етилов алкохол, извлечен от вино или от продукти, получени при ферментация на мъст, концентрирана мъст или ректифицирана концентрирана мъст, при дадени условия, към които може да се прибави и определянето на изотопното отношение на екстрахираната от виното вода, $(D/H)_{Q_W}$ и съотношението $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ в етиловия алкохол.

▼ **M1**

▼ B

3. ПОДГОТОВКА НА ПРОБАТА ЗА АНАЛИЗ

3.1. **Екстракция на етилов алкохол и вода от вино**

Забележка:

За целта може да се използва всеки метод за екстракция на етилов алкохол, ако общото съдържание на алкохол във виното се възстанови от 98—98,5 % в дестилат, съдържащ 92—93 тегловни % (95 об. %).

3.1.1. *Апаратура и реагенти*

Апарат за екстракция на етилов алкохол (фигура 1), състоящ се:

- електрически нагревател с регулатор на напрежението;
- облодънна колба с шлифовано гърло с вместимост от един литър;
- колона „Кадитова“ с въртящо се устройство (подвижна част от тефлон);
- конични колби с шлифовано гърло с вместимост 125 ml;
- шишета с вместимост от 125 ml и 60 ml и пластмасови запушалки.

Реагенти за определяне съдържанието на вода по метода на Карл Фишер (напр. *Merck* 9241 и 9243).

3.1.2. *Начин на работа*3.1.2.1. Определяне на алкохолното съдържание на виното (t^v) до 0,05 об. %.

3.1.2.2. Екстракция на етилов алкохол

Хомогенизирана проба с 500 ml вино с алкохолно съдържание t^v се поставя в колбата на дестилационния апарат, която има константа на отгичане, близка до 0,9. За получаване на дестилата се поставя предварително калибрирана конична колба с шлифовано гърло и вместимост 125 ml. Кипящата течност, т.е. приблизително 40—60 ml, се събира при температура между 78,0° и 78,2 °C. Ако температурата надвиши 78,5 °C, манипулацията се прекратява за пет минути.

Когато температурата се върне отново на 78 °C, започва повторното събиране на дестилата до 78,5 °C. Процедурата се повтаря докато температурата след прекратяване на събирането и работата в затворен кръг остане постоянна. Операцията позволява да се възстановят между 98 и 98,5 от общото алкохолно съдържание на виното в дестилат със съдържание между 92 и 93 тегловни процента (95 об. %) за условията на ЯМР, описани в точка 4.

Извлеченият етилов алкохол се претегля.

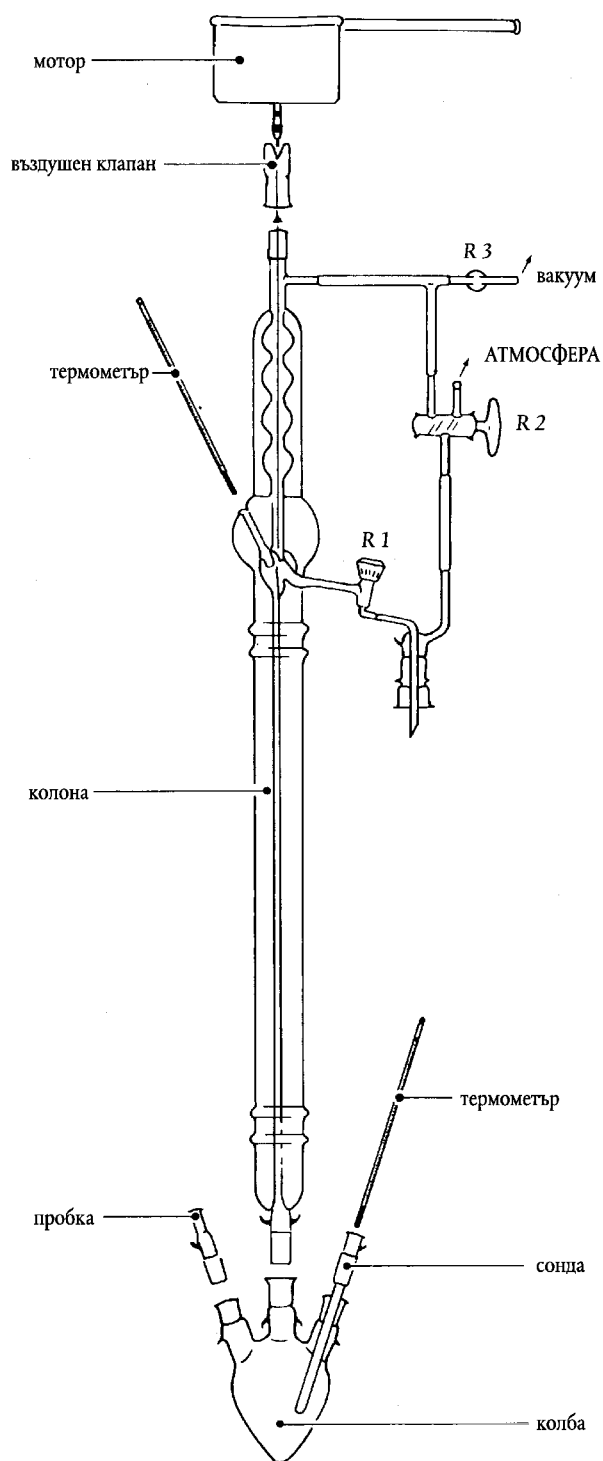
Хомогенна проба с остатък от веществото след дестилацията се запазва в колба с вместимост 60 ml и представлява съдържанието на вода във виното. При необходимост се определя изотопното й отношение.

Забележка:

В случаите когато се използва спектрометър с 10 mm сонда (виж точка 4), за хомогенната тест-проба са достатъчни 300 ml.

3.1.2.3. Определяне на алкохолното съдържание на екстракта

Съдържанието на вода ($p'g$) се определя по метода на Карл Фишер въз основа на проба от около 0,5 ml алкохол с точно известна маса p .

▼ B

Фигура 1 – Дестилационен апарат за екстракция на етилов алкохол

Алкохолното съдържание се определя по следната формула:

$$t_m^D = \frac{P-P'}{P} \times 100$$

3.2. Ферментация на мъст, концентрирана мъст и ректифицирана концентрирана мъст

3.2.1. Апаратура и реагенти

Винена киселина



DIFCO Vacto Yeast Nitrogen Base (азот от дрожди и бактерии) без аминокиселини

Активни сухи дрожди (*Saccharomyces cerevisiae*)

Ако изотопното съотношение на мъстта е известно, дрождите могат да бъдат реактивирани преди употреба в продължение на 15 минути, като се използва минимално количество хладка недестилирана вода (1 g дрожди в 50 ml вода), което има близко до това на водата в мъстта изотопно съотношение.

Когато изотопното съотношение на мъстта е неизвестно, е по-добре да се използват пресни дрожди директно.

Ферментационен съд с вместимост 1,5 l, снабден с устройство за херметическо затваряне и кондензация на алкохолните пари, тъй като загуба на алкохол по време на ферментацията не се допуска. Превръщането на ферментиращите захари в алкохол трябва да бъде по-голямо от 98 %.

3.2.2. *Начин на работа*

3.2.2.1. Мъст

— Прясна мъст

В съда за ферментация се прехвърля един литър мъст, чиято концентрация на ферментиращи захари е предварително изчислена. Добавя се 1 g рехидратирани дрожди. Поставя се херметизиращото устройство. Ферментацията се оставя да протече при температура от около 20 °C до пълното изразходване на захарта. След определяне на алкохолното съдържание на ферментационния продукт и изчисляване на коефициента на превръщане на захари в алкохол ферментиралата течност се центрофугира и дестилира за екстракция на етиловия алкохол.

— Мъст, съдържаща серен диоксид (сулфитирана мъст)

Известно количество от мъстта, малко повече от един литър (около 1,2 l), се десулфитира чрез барботация на азот в мъстта на водна баня при температура 70—80 °C на обратен хладник, докато съдържанието на общ серен диоксид стане по-малко от 200 mg/l. Внимава се да не се допусне никаква концентрация на мъстта чрез изпаряване на водата. За целта се използва ефикасен хладник. Един литър от десулфитираната мъст се прехвърля във ферментатора и се процедира, както е описано за прясната мъст.

Забележка:

Ако за сулфитиране на мъстта е използван калиев метаби-сулфит, преди десулфитирането се добавят 0,25 ml сярна киселина ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$) на грам метаби-сулфит, използван за един литър мъст.

3.2.2.2. Концентрирана мъст

Във ферментатора се прехвърля V ml концентрирана мъст, съдържаща известно количество захар (приблизително 170 g). Обемът се довежда до един литър ($1\ 000 - V$) с обикновена вода със същото изотопно съотношение като на пробите с естествена мъст, както е посочено в точка 3.2.1. Добавят се 3 g DIFCO — азот от дрожди и бактерии без аминокиселини. Хомогенизира се и се процедира по описаните по-горе начини.

3.2.2.3. Ректифицирана концентрирана мъст

Процедира се, както е посочено в точка 3.2.2.2. Довежда се до обем от един литър ($1\ 000 - V$) с обикновена вода със същото изотопно съотношение, но също така съдържаща и 3 g разтворена винена киселина.

▼ B*Забележка:*

Запазват се 50 ml от мъстта или десулфитираната мъст, или концентрираната мъст, или ректифицираната концентрирана мъст с оглед възможната екстракция на вода и определяне на изотопно ѝ съотношение $(D/H)_{\text{w}}$. Екстракцията на съдържащата се в мъстта вода може да бъде много лесно извършена чрез азотропна дестилация с толуол.

3.3. Подготовка на алкохолната проба за изследване с ЯМР**3.3.1. Реагенти**

N,N-тетраметилкарбамид (TMU): използва се проба на еталонен TMU с известно и наблюдавано изотопно съотношение D/H. Пробата може да бъде предоставена от:

Directorate-General for Science, Research and Development,

Community Bureau of References,

200 rue de la Loi, B-1049, Brussels.

3.3.2. Начин на работа

— Сонда с диаметър 15 mm за изследване с ЯМР:

В предварително претеглена колба се поставят 7 ml алкохол, получен по начина, описан в точка 3.1.2, и се претегля с точност до 0,1 mg (m_A). Прибавят се 3 ml вътрешен стандарт (TMU) и се претегля отново с точност до 0,1 mg (m_{st}). Хомогенизира се чрез разклащане.

— Сонда за ЯМР с диаметър 10 mm:

Достатъчни са 3,2 ml алкохол и 1,3 ml (TMU).

В зависимост от вида на използвания спектрометър и сонда (точка 4) се добавя достатъчно количество хексафлуоробензен като субстанция, стабилизираща честотата на ядрено-магнитното поле.

Спектрометър	Сонда 10 mm	Сонда 15 mm
7,05 T	150 μ l	200 μ l
9,4 T	35 μ l	50 μ l

3.4. Подготовка на водна проба за изследване с ЯМР с цел евентуално определяне на изотопното ѝ съотношение**3.4.1. Реагенти**

N,N-тетраметилкарбамид (TMU): виж точка 3.3.1.

3.4.2. Начин на работа

В предварително тарирана колба се прехвърлят 3 ml вода, получена съгласно указанията, описани в точка 3.1.2 или 3.2 (забележка), и се измерва с точност до 0,1 mg (m'_E). Добавят се 4 ml вътрешен стандарт (TMU) и се претегля с точност до 0,1 mg (m'_{st}). Пробата се хомогенизира се чрез разклащане.

Забележка:

Ако лабораторията разполага с електронен умножител за определяне на изотопните съотношения, измерването може да се проведе с него, за да се намали натоварването на ЯМР спектрометъра. В този случай е необходимо да се стандартизира съотношението T_{IV} (точка 5.2).

▼ B**4. ЗАПИСВАНЕ НА ЯМР СПЕКТРИТЕ НА ^2H ЗА АЛКОХОЛА И ВОДАТА**

Определяне на изотопното съотношение

4.1. Апаратура

— ЯМР-спектрометър, снабден със специална деутериева сонда, настроена на характерната честота V_o на полето (напр. за $B_o = 7,05 \text{ T}$, $V_o = 46,05 \text{ MHz}$ и за $B_o = 9,4 \text{ T}$, $V_o = 61,4 \text{ MHz}$), с протонно разделящ канал (B_2) и канал за стабилизиране честотата на ядрено-магнитното поле на флуоринова честота.

Измерената върху спектъра резолюция, трансформирана без експоненциална мултипликация (точкае. $LB = 0$) (фигура 2б) и изразена чрез широчината при полувисочината на метиловия и метиленовия сигнал на етанола и метиловия сигнал на ТМУ, трябва да бъде по-малка от $0,5 \text{ Hz}$. Чувствителността, измерена чрез експоненциалния мултиплициращ фактор $LB = 2$ (фигура 2а), трябва да е по-голяма или равна на 150 за метиловия сигнал на етанол с алкохолно съдържание 95 об.% (93,5 тегловни%).

При тези условия интервалът на доверителност за измерванията на височината на сигнала, калкулиран за 97,5 % вероятност (по критерия на Стюдант-Фишер) и 10 повторения на спектъра, е 0,35 %.

— Устройство за автоматична смяна на пробите (при възможност).

— Програма за компютърна обработка на данните.

— Тест-епруветки 15 mm или 10 mm в зависимост от характеристиките на спектрометъра

4.2. Стандартизиране на спектрометъра и проверка**4.2.1. Стандартизация**

Провежда се редовна стандартизация за хомогенност и чувствителност според инструкциите на производителя.

4.2.2. Проверка за валидността на проведената стандартизация

Използват се стандартни етаноли, обозначени с буквите С, V и B, с различни изотопна концентрация, но прецизно стандартизирани. Те имат следните значения:

— С — алкохол от тръстикова захар или царевично нишесте;

— V — винен спирт;

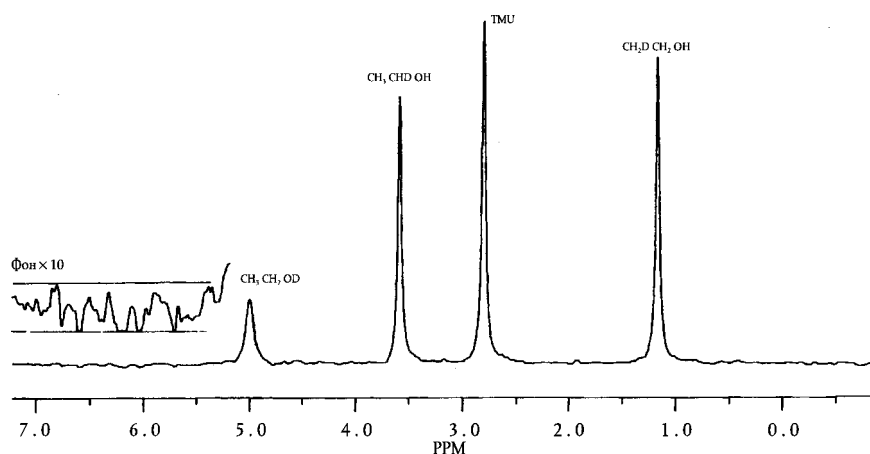
— B — алкохол от захар на захарно цвекло.

Пробите се набавят от Бюрото за еталониране на Общността.

Като се следва методиката, описана в точка 4.3, се определят изотопните стойности на алкохолите, обозначавайки ги с C_{mat} , V_{mat} и B_{mat} (виж точка 5.3).

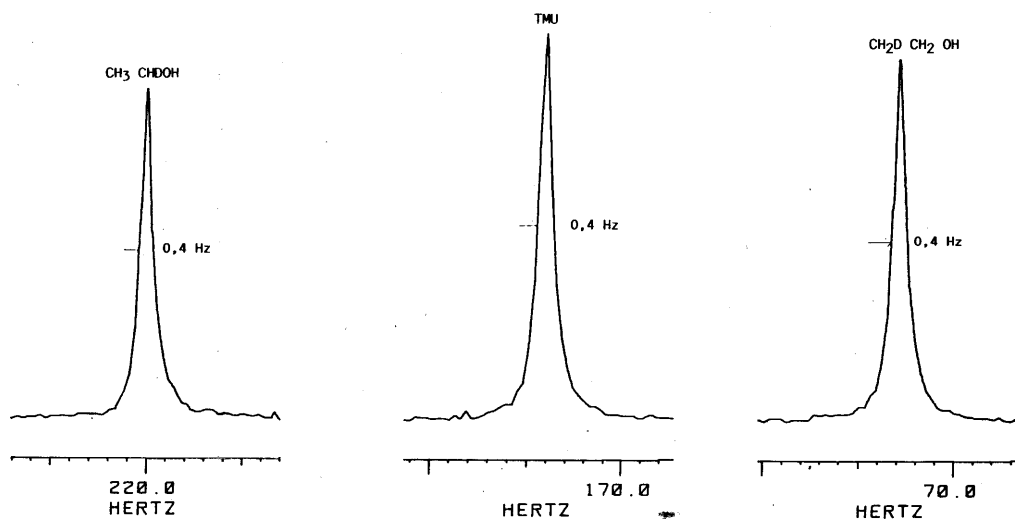
Сравняват се със съответните еталонни стойности и се означат със следните индекси: C_{st} , B_{st} и V_{st} (виж точка 5.3).

▼В



Фигура 2а

Спектър ^2H ЯМР на етанол от вино с вътрешен стандарт
(TMU: *N,N*-тетраметилкарбамид)



Фигура 2б

Спектър ^2H на етанол, получен при същите условия както във
фигура 2а, но без експоненциална мултипликация ($LB = 0$)

Стандартното отклонение за повтаремостта, получено на средно
10 повторения за всеки един спектър, трябва да е по-малко от 0,01
за съотношението R и 0,3 ppm за $(D/H)_I$ и $(D/H)_{II}$.

Средните стойности, получени за различните изотопни параметри
(R , $(D/H)_I$ и $(D/H)_{II}$), трябва да са в рамките на стандартното откло-
нение за повтаремостта, дадено за параметрите на трите стан-
дартни алкохоли от Бюрото за еталониране на Общността. Ако
стойностите не отговарят на посочените граници, проверката се
повтаря.

4.3. Условия за получаване на ЯМР-спектри

Приготвената съгласно точка 3.3 алкохолна проба (или водна
проба съгласно точка 3.4) се поставя в епруетка с големина 10
или 15 mm и се въвежда в сондата.

Условията за получаване на ЯМР-спектри са следните:

- постоянна температура на сондата (напр. 302 K);
- време за овладяване - най-малко 6,8 секунди за 1 200 Hz спек-
трална широчина (16 K памет) (около 20 ppm при 61,4 MHz,
или 27 ppm при 46,1 MHz);

▼ B

- импулс: 90°;
- настройване на времето за овладяване: то трябва да има същия порядък на нарастване като времето за задържане и установяване;
- параболично радиодетектиране: фиксира се офсетът 01 между референтните сигнали OD и CHD за етанола и HOD и TMU за водата;
- определя се стойността на разделящия офсет 02 от протонния спектър, измерен от разделящата спирала върху същата епруветка; добро разделяне се получава, когато същият офсет се постави в средата на честотния интервал между групите CH₃ и CH₂. Използва се методът за разделяне на широкия сектор на вълната.

За всеки спектър се провеждат серия от NS- акумулации, достатъчна за получаването на отношението сигнал-шум в точка 4.1, след което броят NS акумулации NE = 10 пъти се повтаря. Стойностите на NS зависят от вида на използваните спектрометър и сонда (виж точка 4). Примерите за възможен избор са:

Спектрометър	Сонда 10 mms	Сонда 15 mm
7,05 T	NS = 304	NS = 200
9,4 T	NS = 200	NS = 128

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

5.1. Етанол

За всеки 10 от спектрите (виж фигура 2а, ЯМР-спектър на етанола) се определя:

$$R = \frac{3h_{II}}{h_I} = 3 \times \frac{\text{височина на сигнал II (CH}_3 \text{ CHD OH)}}{\text{височина на сигнал I (CH}_2\text{D CH}_2\text{OH)}}$$

$$(D/H)_I = 1,5866 \times T_I \times \frac{m_{st}}{m_A} \times \frac{(D/H)_{st}}{t_m^D}$$

$$(D/H)_H = 2,3799 \times T_{II} \times \frac{m_{st}}{m_A} \times \frac{(D/H)_{st}}{t_m^D}$$

със

$$T_I = \frac{\text{височина на сигнал I (CH}_2\text{D CH}_2 \text{ OH)}}{\text{височина на сигнал на вътрешния стандарт (TMU)}}$$

$$T_{II} = \frac{\text{височина на сигнал II (CH}_3 \text{ CHD OH)}}{\text{височина на сигнал на вътрешния стандарт (TMU)}}$$

— m_{st} и m_A , виж точка 3.3.2;

— t_m^D , виж точка 3.1.2.3;

— $(D/H)_{st}$ = изотопното отношение на вътрешния стандарт (TMU), посочено на опаковката от Бюрото за еталониране на Общността.

Използването на височината на пика вместо неговата площ, което е не толкова прецизен метод, предполага идентична широчина на пика на половината от височината. Такова приближение е разумно, ако е възможно (фигура 2б).

5.2. Вода

Когато изотопното съотношение на водата се определя с ЯМР в смес от вода и TMU, се използва следната зависимост:

$$(D/H)_W^Q = 0,9306 \times T_{IV} \times \frac{m'_{st}}{m'_E} \times (D/H)_{st}$$

със:

▼ B

- $T_{IV} = \frac{\text{площ на (HOD) сигнала на водата, екстрахирана от виното,}}{\text{площ на сигнала от вътрешния стандарт (TMU)}}$;
- m'_{st} и m'_{E} , виж точка 3.4.2;
- $(D/H)_{st}$ = изотопното съотношение на вътрешния стандарт (TMU), посочено на опаковката от Бюрото за еталониране на Общността.

- 5.3. За всеки от изотопните параметри се изчислява средната стойност от 10 определяния и интервалът на доверителност.

Допълнителен софтуер (напр. *SNIF – NMR*) за компютъра на спектрометъра, позволяващ изчисленията да се извършват автоматично и непрекъснато.

Забележка:

Ако след стандартизацията на спектрометъра между средните стойности за характерните изотопи на стандартните алкохоли (точка 4.2.2) и тези, посочени от Бюрото за еталониране на Общността, продължават да се наблюдават систематични разлики в рамките на допустимото отклонение се извършват следните корекции за получаване на действителната стойност за всяка проба X.

Извършва се интерполация въз основа на стойностите на стандартната проба, който са най-близки до стойностите на пробата X.

Ако $(D/H)_{i}^{X_{meas}}$ е измерената стойност, а $(D/H)_{i}^{X_{corr}}$ — коригираната стойност, то:

$$(D/H)_{i}^{X_{corr}} = (D/H)_{i}^{B_{st}} + \alpha [(D/H)_{i}^{X_{meas}} - (D/H)_{i}^{B_{meas}}]$$

където

$$\alpha = \frac{(D/H)_{i}^{V_{st}} - (D/H)_{i}^{B_{st}}}{(D/H)_{i}^{V_{meas}} - (D/H)_{i}^{B_{meas}}}$$

Пример:

Еталонните проби, доставени от Бюрото за еталониране на Общността:

$$(D/H)_{i}^{V_{st}} = 102,0 \text{ ppm}$$

$$(D/H)_{i}^{B_{st}} = 91,95 \text{ ppm}$$

Стандартните проби, измерени от лабораторията:

$$(D/H)_{i}^{V_{meas}} = 102,8 \text{ ppm}$$

$$(D/H)_{i}^{B_{meas}} = 93,0 \text{ ppm}$$

Предполагаема некоригирана проба: $(D/H)_{i}^{X_{mat}} = 100,2$;

Изчисление за $\alpha = 1,0255$ и $(D/H)_{i}^{X_{kor}} = 99,3 \text{ ppm}$.

6. ИНТЕРПРЕТАЦИЯ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Получената стойност R^X за съотношението R на съмнителната проба се сравнява със съотношенията за контролните вина. Ако тя се различава с повече от две стандартни отклонения от средната R^I , изчислена за контролните вина, може да се предположи, че има наличие на примеси.

6.1. Добавяне на тръстикова захар, цвеклова захар или от царевица

6.1.1. Вина

R^X е по-висока от R^I : предположение, че е добавена цвеклова захар.

R^X е по-малка от R^I : предположение за добавяне на захар от захарна тръстика или царевица.

Забелязва се увеличение на $(D/H)_{i}^{X_1}$ и $(D/H)_{i}^{OX_W}$.

▼ B

$(D/H)_I^X$:

— предполага се, че е добавена цвеклова захар: $(D/H)_I^X$ на съмнителната проба е по-ниско от $(D/H)_I^1$ – средната стойност, получена за контролните проби, с повече от едно стандартно отклонение;

— предполага се, че е добавена захар захарна тръстика или царевича, когато

$(D/H)_I^X$ е по-високо от $(D/H)_I^1$ с повече от едно стандартно отклонение;

— изчисляване на обогатителната добавка E, изразена в % об. етилов алкохол;

— добавяне на цвеклова захар:

$$E \% \text{ vol} = t^V \frac{(D/H)_I^T - (D/H)_I^X}{(D/H)_I^T - (D/H)_I^B}$$

където

$(D/H)_I^B$ = изотопното съотношение за локация I за алкохола от цвеклова захар;

$(D/H)_I^B = 92,5$ ⁽¹⁾

t^V = алкохолно съдържание на анализираният вино (X)

— Добавка на тръстикова захар или захар от царевича:

$$E \% \text{ vol} = t^V \frac{(D/H)_I^X - (D/H)_I^T}{(D/H)_I^C - (D/H)_I^T}$$

където

$(D/H)_I^C$ = изотопното съотношение за локация I на тръстиковата захар или захарта от царевича;

$(D/H)_I^C = 110,5$ ⁽¹⁾

t^V = алкохолното съдържание на анализираният вино (X).

6.1.2. Мъст, концентрирана мъст и ректифицирана концентрирана мъст

Стойностите на изотопните параметри за екстрахирания съгласно точка 3.1 алкохол от продукта на ферментация, получен от мъст, концентрирана мъст и ректифицирана концентрирана мъст, се изследват съгласно инструкциите по точка 6 „Интерпретация на резултатите“ (6.1.1) и се сравняват с алкохола, извлечен от ферментационния продукт на мъстта.

Обогатяването E% об. изразява обема алкохол, добавен към ферментирания продукт. Количеството захар, прибавено на литър мъст, концентрирана мъст и ректифицирана концентрирана мъст се изчислява, като се знае степента на възможно разреждане преди ферментация и се приеме, че от 16,83 g захар се получава 1 % об. алкохол.

6.2. Добавяне на смес от цвеклова захар и тръстикова захар или царевична глюкоза

Изотопното съотношение $(D/H)_I$ и R_{sa} се изменили в по-малка степен отколкото при прибавянето на само един вид захар.

Стойността на $(D/H)_{II}$ е по-висока, както и тази на $(D/H)_W^Q$.

Добавянето на захар може да се потвърди и чрез определяне на $^{13}C/^{12}C$ отношение на алкохола чрез спектрофотометрия, като в този случай съотношението е по-високо.

⁽¹⁾ Стойностите са валидни до създаването на единна база данни на Общността.



9. ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА ПЕПЕЛ

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Съдържанието на пепел се дефинира като всички продукти, останали след изгарянето на утайката, получила се вследствие изпаряване на виното. Процесът се провежда по такъв начин, че всички катиони (без амониевия) се превръщат в карбонати или други безводни неорганични соли.

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Виненият екстракт се нагрява при температура от 500 до 550 °C до пълното изгаряне (окисляване) на органичния материал.

3. АПАРАТУРА

- 3.1. Кипяща водна баня
- 3.2. Аналитични везни с точност до 0,1 mg
- 3.3. Нагревател-изпарител или инфрачервен изпарител
- 3.4. Терморегулирана муфелна пещ
- 3.5. Ексикатор
- 3.6. Плосък платинен тигел с диаметър 70 mm и височина 25 mm

4. НАЧИН НА РАБОТА

В предварително тариран платинен тигел се отпипетират 20 ml (първоначално тегло P_0 g). Изпарява се на кипяща водна баня. Утайката се загарява на нагревателя при температура 200 °C или в инфрачервен изпарител до започването на процес на карбонизация. Когато спрат да се образуват газове, съдът се поставя в муфелната пещ с постоянна температура 525 °C, \pm 25 °C. След карбонизация, продължила 15 минути, съдът се изважда от пещта и се добавят 5 ml дестилирана вода. Изпарява се на водна баня или с помощта на инфрачервен изпарител. Утайката се загарява отново до 525 °C за 10 минути.

Ако изгарянето (окисляването) на овъглените частици е непълно, се повтарят операциите, свързани с измиването на частиците, изпаряването на водата и изгарянето.

За постигането на по-добър резултат при вината с високо съдържание на захар се препоръчва добавянето на няколко капки чисто растително масло към екстракта преди първото получаване на пепел с цел да се избегне образуването на излишен пушек при горенето.

След охлаждане в ексикатора тигелът се претегля (P_1 g).

Съдържанието (теглото) на пепел в пробата (20 ml) се изчислява по формулата $P = (P_1 - P_0)$ g.

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

5.1. Метод за изчисляване

Теглото $P_{на}$ пепелта в грамове на литър се изчислява с точност до втория десетичен знак, като се използва следният израз: $P = 50 p$.



10. АЛКАЛНОСТ НА ПЕПЕЛТА

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Под алкалност на пепелта се разбира сборът на различните от амониевия йон катиони, свързани с органичните киселини на виното.

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Пепелта се разтваря в определено количество горещ стандартен разтвор. Излишъкът се определя чрез титруване, като за индикатор се използва метил-оранж.

3. РЕАГЕНТИ И АПАРАТУРА

- 3.1. Разтвор на 0,05M сярна киселина (H_2SO_4);
- 3.2. Разтвор на 0,1M натриев хидроксид (NaOH);
- 3.3. Метил-оранж, 0,1 % разтвор в дестилирана вода;
- 3.4. Кипяща водна баня.

4. НАЧИН НА РАБОТА

Към пепелта, получена от 20 ml вино, в платинен тигел се добавят 10 ml на 0,05 M разтвор на сярна киселина (точка 3.1). Съдът се поставя в кипяща водна баня за около 15 минути. Утайката се разбърква със стъклена бъркалка, за да се ускори разтварянето. Прибавят се две капки разтвор на метил-оранж и излишъкът от сярна киселина се титрува с 0,1 M натриев хидроксид (точка 3.2) до оцветяване на индикатора в жълто.

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Метод за изчисляване

Алкалността на пепелта се изразява в милиеквиваленти на литър с точност до първия десетичен знак и изчислява по формулата:

$$A = 5 (10 - n), \text{ където}$$

n = обем на използвания 0,1 M натриев хидроксид.



11. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ХЛОРИДИ

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА
Хлоридите се определят директно от виното чрез потенциометрия посредством електрод от Ag/AgCl.
2. АПАРАТУРА
 - 2.1. pH/mV-метър, градуиран на интервали поне от 2mV.
 - 2.2. Магнитна бъркалка.
 - 2.3. Ag/AgCl електрод с електролит от наситен разтвор на калиев нитрат.
 - 2.4. Микробюрета, градуирана в 1/100 ml.
 - 2.5. Хронометър.
3. РЕАГЕНТИ
 - 3.1. Стандартен разтвор на хлорид: 2,1027 g калиев хлорид (KCl) (максимално 0,005 % по V_{Clx}), изсушен преди употреба в ексикатор за няколко дни, се разтваря в дестилирана вода и се допълва до един литър. Един милилитър от разтвора съдържа 1 mg Cl⁻.
 - 3.2. Титруващ разтвор на сребърен нитрат: 4,7912 g от аналитичния сребърен нитрат (AgNO₃) се разтварят в 10 % (v/v) разтвор на алкохол и се допълва до един литър. Един милилитър от разтвора отговаря на 1 mg Cl⁻.
 - 3.3. Азотна киселина с чистота поне от 65 % ($\rho_{20} = 1,40\text{g/ml}$).
4. НАЧИН НА РАБОТА
 - 4.1. Пет милилитра от стандартния разтвор на хлорид се отмерват в цилиндричен съд с вместимост 150 ml, поставен в магнитна бъркалка, и се разреждат с дестилирана вода до около 100 ml, след което се подкиселяват с 1,0 ml (поне 65 %) азотна киселина. След потапянето на електрода разтворът се титрува чрез добавяне на разтвор от сребърен нитрат за титруване с помощта на микробюрета при умерено разбъркване. Операцията започва с прибавянето на 1,00 ml за първите 4 ml и отчитането на съответните стойности в миливолта. Добавянето продължава с още 2 ml на части от 0,20 ml, като накрая се извършва на части от един милилитър до пълното прибавяне на всичките 10 ml. След всяко добавяне се изчака около 30 секунди и се отчитат стойностите в миливолта. Те се пренасят върху милиметрова хартия и се сравняват със съответните милилитри разтвор за титруване. Определя се потенциалът на точката на еквивалентност въз основа на едичната точка от получената крива.
 - 4.2. В цилиндричен съд с вместимост 150 ml се отмерват 5 ml от стандартния хлорен разтвор, 95 ml дестилирана вода и 1 ml азотна киселина (поне 65 %). Електродът се потапя и разтворът се титрува при постоянно разбъркване до достигане на потенциала на точката на еквивалентност. Определянето продължава до получаването на добро съответствие на резултатите. Проверката се извършва преди всяка серия измервания за съдържанието на хлориди в пробите.
 - 4.3. В цилиндричен съд с вместимост 150 ml се отмерват 50 ml вино, предназначено за анализ, 50 ml дестилирана вода и 1 ml азотна киселина (поне 65 %). Съдържанието се титрува, като се следва процедурата, описана в точка 4.2.

▼B

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

5.1. Изчисления

Ако n представлява количеството титруващ разтвор на сребърен нитрат в милилитри, съдържанието на хлориди в пробата за анализ е:

$20 \times n$, изразено като милиграми Cl на литър;

$0,5633 \times n$, изразено като милиеквиваленти на литър;

$32,9 \times n$, изразено като милиграми натриев хлорид на литър.

5.2. Повторяемост (r):

$r = 1,2$ g Cl на литър;

$r = 0,03$ ме/l;

$r = 2,0$ mg NaCl на литър.

5.3. Възпроизводимост (R):

$R = 4,1$ mg Cl на литър;

$R = 0,12$ ме/l;

$R = 6,8$ mg NaCl на литър.

6. Забележка:

За много прецизно определяне.

Използва се кривата на пълно титруване, получена при анализа на пробата с разтвор на сребърен нитрат, както следва:

а) отмерват се 50 ml от виното за анализ в цилиндричен съд с вместимост 150 ml. Добавят се 50 ml дестилирана вода и 1 ml азотна киселина (не по-малко от 65 %). Титрува се с разтвор на сребърен нитрат, като всеки път се добавят по 0,5 ml и се отчита съответната стойност на потенциала в милivolтове. Приблизителният обем на разтвора от сребърен нитрат се получава от първото титруване;

б) определянето започва при същите условия, като всеки път се добавят по 0,5 ml от титруващия разтвор, докато добавеното количество стане с 1,5—2 ml по-малко от обема, определен в точка а). Добавянето продължава и след приблизително определената точка на еквивалентност по симетричен начин, т.е. всеки път първо по 0,2 ml и след това по 0,5 ml.

Крайната точка на измерването и точният обем на сребърния нитрат, използван при титруването, се получават:

— чрез построяването на крива и определянето на точката на еквивалентност или

— по следната формула:

$$V = V' + \Delta V_i \frac{\Delta \Delta E_1}{\Delta \Delta E_1 + \Delta \Delta E_2}$$

където

V = обем на титруващия разтвор в точката на еквивалентност;

V' = обем на титруващия разтвор преди най-голямото изменение на потенциала;

ΔV_i = константен обем на нарастващите съставки на разтвора за титруване, т.е. 0,2 ml;

$\Delta \Delta E_1$ = втора разлика в потенциала преди най-голямото изменение в него;

▼В

$\Delta\Delta E_2$ = втора разлика в потенциала след най-голямото изменение, отчетено в него.

Пример:

Обем на разтвора за титруване (AgNO ₃)	Е потенциал, mV	Разлика, ΔE	Втора разлика, $\Delta\Delta E$
0	204		
		4	
0,2	208		0
		4	
0,4	212		2
		6	
0,6	218		0
		6	
0,8	224		0
		6	
1,0	230		2
		8	
1,2	238		4
		12	
1,4	250		10
		22	
1,6	272		22
		44	
1,8	316		10
		34	
2,0	350		8
		26	
2,2	376		6
		20	
2,4	396		

В този пример крайната точка на титруване се намира между 1,6 и 1,8 ml: най-голямото изменение в потенциала ($\Delta E = 44$ mV) се наблюдава в този интервал. Обемът на разтвора от сребърен нитрат, използван за титруване при определяне съдържанието на хлориди в пробата за анализ, е:

$$V = 1,6 + 0,2 \frac{22}{22 + 10} = 1,74 \text{ ml}$$



12. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА СУЛФАТИ

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА
 - 1.1. **Референтен метод**

Утаяване на бариев сулфат. Утаеният при същите условия бариев сулфат се отделя чрез промиване на утайката със солна киселина.

Когато се анализира гроздова мъст или вино, богати на серен диоксид, преди анализа се препоръчва десулфитация чрез кипене в херметически затворен съд.
 - 1.2. **Бърз тест-метод**

Вината се класифицират в няколко категории, като се използва т.нар. метод на ограниченията, който се основава на утаяването на бариев сулфат чрез титруване с разтвор на бариеви йони.
2. РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД
 - 2.1. **Реагенти**
 - 2.1.1. 2 М разтвор на солна киселина.
 - 2.1.2. Разтвор на бариев хлорид ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 200g/l.
 - 2.2. **Начин на работа**
 - 2.2.1. *Обща методика*

В центрофужна епруветка от 50 ml се отливат 40 ml от пробата за анализ. Добавят се 2 ml 2 М солна киселина и 2 ml разтвор на бариев хлорид — 200 g/l. Разбърква се със стъклена бъркалка. Бъркалката се изплаква с малко дестилирана вода и се оставя да престои за пет минути. Центрофугира в продължение на пет минути, за да се отдели бистрият супернатантен слой.

Утайката от бариев сулфат се промива, както следва: добавят се 10 ml 2 М солна киселина. Утайката се поставя в суспензия и се центрофугира в продължение на пет минути, след което супернатантният слой се декантира. Промиването се извършва два пъти при същите условия, като всеки път се използват по 15 ml дестилирана вода.

Утайката се прехвърля количествено чрез измиване с дестилирана вода в плътно затворен тариран платинен тегел, след което се поставя на водна баня при температура 100 °С до пълно изпаряване. Сухата утайка се налява няколко пъти за кратко време на пламък до образуването на бял остатък. Охлажда се в ексикатор и се претегля.

Отчита се m — масата на бариевия сулфат в милиграми.
 - 2.2.2. *Специфична методика:* сулфитирана мъст и вино с високо съдържание на серен двуокис.

Серният диоксид се отстранява предварително.

В ерленмайрова колба с вместимост 500 ml, снабдена с делителна фуния и епруветка за отвеждане на течността, се отмерват 25 ml вода и 1 ml чиста солна киселина ($\rho_{20} = 1,15\text{—}1,18 \text{ g/ml}$). Разтворът се довежда до кипене, за да се отстрани въздухът. През делителната фуния се прекарват 100 ml вино. Кипенето продължава докато обемът на течността в колбата се намали до 75 ml. След охлаждане се прехвърля количествено в мерителна колба от 100 ml. Долива се до марката с вода. Съдържанието на сулфати в проба от 40 ml се определя съгласно методиката в точка 2.2.1.

▼ B**2.3. Изразяване на резултатите****2.3.1. Изчисление**

Съдържанието на сулфати, изразено в милиграми на литър калиев сулфат K_2SO_4 , е:

$$18,67 \times m.$$

Съдържанието на сулфати в мъст или вино се изразява в милиграми на литър калиев сулфат с точност до цяло число.

2.3.2. Повторяемост

До 1 000 mg/l: $r = 27$ mg/l;

Около 1 500 mg/l: $r = 41$ mg/l.

2.3.3. Възпроизводимост

До 1 000 mg/l: $R = 51$ mg/l;

Около 1 500 mg/l: $R = 81$ mg/l.

▼ M8

▼B**13. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ОБЩА КИСЕЛИННОСТ****1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

Общата киселинност на виното е равна на сумата от титруеми киселини, определени до рН 7 чрез титруване със стандартен алкален разтвор.

Общата киселинност не включва въглероден диоксид.

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Потенциометрично титруване или титруване с бромтимол-блау като индикатор и съпоставяне с крайното оцветяване на стандарта.

3. РЕАГЕНТИ**3.1. Буферен разтвор рН 7,0:**

— монокалиев фосфат (KH_2PO_4)	107,3 g
— 1 М разтвор на натриев хидроксид (NaOH)	500 ml
— вода до	1 000 ml

Може да се използва и готов буферен разтвор, предлаган в търговската мрежа.

3.2. 0,1 М разтвор на натриев хидроксид (NaOH)**3.3. 4 g/l индикаторен разтвор на бромтимол-блау:**

— бромтимол-блау ($\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$)	4 g
— химически чист етанол, 96 % об	200 ml

Разтваря се и се добавя:

— вода без съдържание на CO_2	200 ml
— 1 М разтвор на натриев хидроксид в достатъчно количество, за да даде синьо -зелено оцветяване (рН 7) ...	7,5 ml приблизително
— вода до	1 000 ml

4. АПАРАТУРА**4.1. Водна вакуум помпа.****4.2. Вакуумна колба с обем 500 ml.****4.3. Потенциометър с градуирана в рН единици скала и електроди.** Стъкленият електрод се съхранява в дестилирана вода. Каломеловият електрод се съхранява в наситен разтвор на калиев хлорид. По-често се използва комбиниран електрод, който се съхранява в дестилирана вода.**4.4. Мерителни цилиндри:** с вместимост 50 ml (за виното) и 100 ml (за ректифицираната концентрирана мъст).**5. НАЧИН НА РАБОТА****5.1. Подготовка на пробата****5.1.1. Вина**

Отстраняване на въглеродния диоксид: във вакуум колба се поставят около 50 ml вино. Вакуумира се с водна помпа в продължение на една до две минути, като се разклаща непрекъснато.

▼ B

- 5.1.2. *Ректифицирана концентрирана мъст*
 Във вакуум колба се поставят 200 g ректифицирана концентрирана мъст. Долива се с вода до 500 ml и се хомогенизира.
- 5.2. **Потенциометрично титруване**
- 5.2.1. *Калибриране на рН-метъра*
 рН-метърът се калибрира за работа при температура 20 °С съгласно инструкциите на производителя с буферен разтвор с рН 7,00 при 20 °С.
- 5.2.2. *Метод за измерване*
 В мерителен цилиндър (точка 4.4) се поставя определен обем от пробата, подготвена, както е описано в точка 5.1, равен на 10 ml за анализ на виното и 50 ml за анализ на ректифицираната концентрирана гроздова мъст. Добавят се около 10 ml дестилирана вода и след това 0,1 М разтвор на натриев хидроксид (точка 3.2) с бюретата, докато рН достигне стойност, равна на 7,0 при 20 °С. Натриевият хидроксид се добавя бавно при непрекъснато разбъркване на развора. С n ml се обозначава обемът на добавения 0,1 М натриев хидроксид NaOH.
- 5.3. **Титруване с индикатор (бромтимол-блау)**
- 5.3.1. *Предварителен тест:* определяне на еквивалентния пункт по цвета на индикатора.
 В мерителен цилиндър (точка 4.4) се поставят 25 ml преварена дестилирана вода, 1 ml разтвор на бромтимол-блау (точка 3.3) и обем, получен съгласно указанията в точка 5.1, равен на 10 ml за анализ на виното и 50 ml за анализ на ректифицираната концентрирана гроздова мъст. Титрува се с 0,1 М разтвор на натриев хидроксид (точка 3.2), докато цветът се промени в синьо-зелен, след което се добавят се 5 ml от буферния разтвор с рН 7 (точка 3.7).
- 5.3.2. *Измерване*
 В мерителен цилиндър (точка 4.4) се поставят 30 ml преварена дестилирана вода, 1 ml разтвор на бромтимол-блау (точка 3.3) и количество от пробата съгласно указанията в точка 5.1, равно на 10 ml за анализ на виното и 50 ml за анализ на ректифицираната концентрирана гроздова мъст. Добавя се 0,1 М разтвор на натриев хидроксид (точка 3.2) до получаване на същото оцветяване като това в предварителния тест (5.3.1). Добавеният обем на 0,1 М натриев хидроксид се обозначава с n ml.
6. **ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ**
- 6.1. **Метод за изчисляване**
- 6.1.1. *Вино*
 Общата киселинност се изразява в милиеквиваленти на литър и се изчислява по формулата:

$$A = 10 n.$$
 Определя се с точност до първия десетичен знак.
 Общата киселинност, изразена в грамове винена киселина на литър, се изчислява по формулата:

$$A' = 0,075 A.$$
 Определя се с точност до първия десетичен знак.
- 6.1.2. *Ректифицирана концентрирана мъст*
 — Общата киселинност, изразена в милиеквиваленти на килограм ректифицирана концентрирана мъст, се определя по формулата: $a = 5 n.$

▼B

- Общата киселинност, изразена в милиеквиваленти на килограм обща захар, се изчислява по формулата:

$$A = \frac{500 \times n}{P}$$

P = % на концентрация на общите захари (m/m).

Величината се определя с точност до първия десетичен знак.

6.2. **Повторяемост** (*r*) за титруване с индикатор

r = 0,9 милиеквиваленти/литър;

r = 0,07 g винена киселина/литър.

За бели, розе и червени вина:

6.3. **Възпроизводимост** (*R*) за титруване с индикатор (точка 5.3)

За бяло вино и розе:

R = 3,6 милиеквиваленти/литър;

R = 0,3 g винена киселина/литър.

За червено вино:

R = 5,1 милиеквиваленти/литър;

R = 0,4 g винена киселина/литър.

▼B**14. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЛЕТЛИВА КИСЕЛИННОСТ****1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

Летливата киселинност се образува от киселините от реда на оцетната киселина, които се намират във виното в свободно състояние или свързани във вид на соли.

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Титруване на летливите киселини, отделени от виното чрез парна дестилация, и титруване на дестилата.

Въглеродният диоксид се отстранява от виното предварително.

Киселинността на свободния и общия (свързан) серен диоксид, дестилиран при тези условия, се изважда от киселинността на дестилата.

Необходимо е също така да се определи и киселинността на сорбиновата киселина, която може да е била добавена към виното.

Забележка:

Част от салициловата киселина, използвана в някои страни за стабилизиране на виното преди анализ, присъства в дестилата. Тя се определя и изважда от киселинността. Методиката за нейното определяне е описана в точка 7 от този раздел.

3. РЕАГЕНТИ

- 3.1. Винена киселина на кристали ($C_4H_6O_6$).
- 3.2. 0,1 М разтвор на натриев хидроксид (NaOH).
- 3.3. 1 % разтвор на фенолфталеин в химически чист етанол 96 % об.
- 3.4. Солна киселина ($\rho_{20} = 1,18-1,19$ g/ml), разрежена 1:4 (v/v).
- 3.5. 0,005 М разтвор на йод (I_2).
- 3.6. Калиев йодид на кристали (KI).
- 3.7. 5 g/l разтвор на скорбяла.

Разреждат се 5 g скорбяла с около 500 ml вода и се довеждат до кипене при непрекъснато разбъркване. Остава се да ври в продължение на 10 минути. Добавят се 200 g натриев хлорид. След охлаждане сместа се долива до един литър.

- 3.8. Наситен разтвор на натриев борат ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$), т.е. 55 g/l при температура 20 °C.

4. АПАРАТУРА**4.1. Апарат за парна дестилация, състоящ се:**

1. паров генератор: парата е без съдържание на въглероден диоксид;
2. колба, снабдена с парна тръба;
3. дестилационна колона;
4. хладник.

Оборудването трябва да е преминало през следните три изпитания:

- a) в колбата се поставят 20 ml преварена вода. Взимат се 250 ml от дестилата и към тях се прибавят 0,1 ml 0,1 М разтвор на натриев хидроксид (точка 3.2) и две капки от разтвора на фенолфталеин (точка 3.3). Розовото оцветяване трябва да остане стабилно за не по-малко от 10 секунди, точка е. парата да е без съдържание на въглероден диоксид;
- б) в колбата се поставят 20 ml 0,1М разтвор на оцетна киселина. Взимат се 250 ml от дестилата и се титруват с 0,1 М разтвор на натриев хидроксид (точка 3.2). Използваният

▼B

обем трябва да бъде не по-малко от 19,9 ml, т.е. поне 99,5 % от оцетната киселина да е влязла с парата;

- в) в колбата се поставят 20 ml 1 M разтвор на млечна киселина. Взимат се 250 ml от дестилата и киселината се титрува с 0,1 M разтвор на натриев хидроксид (точка 3.2).

Обемът на добавения разтвор на натриев хидроксид трябва да бъде по-малък или равен на 1,0 ml (точка е. не повече от 0,5 % от дестилираната млечна киселина).

Всяко оборудване или процедура, успешно издържали изпитанията, отговарят на официалните международни изискванията за апаратурата и методиката на анализ.

4.2. Водна помпа.

4.3. Вакуум колба.

5. НАЧИН НА РАБОТА

- 5.1. **Приготвяне на пробата:** отстраняване на въглеродния диоксид. Във вакуум колбата се поставят 50 ml вино. Вакуумира се с водната помпа в продължение на една до две минути, като се разклаща непрекъснато.

5.2. Дестилация с водна пара

В колба се поставят 20 ml вино, свободно от въглероден диоксид, както е описано в точка 5.1. Добавят се около 0,5 g винена киселина (точка 3.1). Събират се не по-малко от 250 ml дестилата.

5.3. Титруване

Титрува се с 0,1 M разтвор на натриев хидроксид (точка 3.2), като се поставят две капки фенолфталеин (точка 3.3) като индикатор. Използваният обем натриев хидроксид се обозначава с n ml.

Добавят се четири капки от разредената в съотношение 1:4 солна киселина (точка 3.4), 2 ml от разтвора на скорбяла (точка 3.3) и няколко кристалчета калиев йодид (точка 3.6). Свободният серен диоксид се титрува с 0,005 M разтвор на йод (точка 3.5). Използваният обем се обозначава с n'' ml.

Добавя се наситен разтвор на натриев борат (точка 3.8) до получаването на розово оцветяване. Свързаният серен диоксид се титрува с 0,005M разтвор на йод (точка 3.5). Използваният обем се обозначава с n'' ml.

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

6.1. Метод за изчисляване

Летливата киселинност, изразена в милиеквиваленти на литър и определена с точност до първия десетичен знак, се изчислява по формулата:

$$A = 5 (n - 0,1 n' - 0,05 n'')$$

Летливата киселинност, изразена в грамове оцетна киселина на литър и определена с точност до втория десетичен знак, се изчислява по формулата:

$$0,300 (n - 0,1 n' - 0,05 n'')$$

6.2. Повторяемост (r)

$r = 0,7$ милиеквиваленти/литър;

$r = 0,04$ g оцетна киселина/литър.

6.3. Възпроизводимост (R)

$R = 1,3$ милиеквиваленти/литър;

▼B

$R = 0,08 \text{ g оцетна киселина/литър.}$

6.4. **Вино с добавена сорбинова киселина**

Тъй като 96 % от сорбиновата киселина се подлага на парна дестилация при обем на дестилата 250 ml, нейната киселинност се изважда от летливата киселинност, като се вземе предвид, че 100 mg сорбинова киселина отговарят на 0,89 милиеквивалента или 0,053 g оцетна киселина и като се знае концентрацията на сорбиновата киселина в mg/l, определена чрез други методи.

7. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА САЛИЦИЛОВА КИСЕЛИНА, ПОСТЪПИЛА В ДЕСТИЛАТА ОТ ЛЕТЛИВАТА КИСЕЛИННОСТ

7.1. **Принцип**

След определянето на летливата киселинност и направената корекция за серния диоксид присъствието на салициловата киселина се определя след подкисляване чрез появата на виолетово оцветяване с добавяне на фери сол.

Определянето на увлечената в дестилата салицилова киселина заедно с летливата киселинност се осъществява във втори дестилат със същия обем както при анализа на летливата киселинност. В него салициловата киселина се определя колориметрично. Тя се изважда от летливата киселинност.

7.2. **Реагенти**

- 7.2.1. Солна киселина (HCl) ($\rho_{20} = 1,18\text{—}1,19 \text{ g/l}$).
- 7.2.2. Натриев тиосулфат ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$), 0,1 M разтвор.
- 7.2.3. 10 % разтвор (m/v) на железен (III) амониев сулфат ($\text{Fe}_2 (\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$).
- 7.2.4. 0,01 M разтвор на натриев салицилат.
Разтворът съдържа 1,60 g/l натриев салицилат ($\text{Na C}_7 \text{H}_5 \text{O}_3$).

7.3. **Начин на работа**

7.3.1. *Установяване наличието на салицилова киселина, увлечена в дестилата от летливи киселини*

Веднага след определянето на летливата киселинност и направената корекция за свободен и свързан серен диоксид в конична колба се поставят 0,5 ml солна киселина (точка 7.2.1), 3 ml от разтвора на железен (III) амониев тиосулфат (точка 7.2.2) и 1 ml от разтвора на железен (III) амониев сулфат (точка 7. 2.3).

При наличие на салицилова киселина се появява виолетово оцветяване.

7.3.2. *Определяне на салицилова киселина*

В гореспомената конична колба се отчита обемът на дестилата, като се поставя съответната марка. Колбата се изпразва и се измива.

Поставя се нова тест-проба от 20 ml вино на парна дестилация и се събира дестилатът в коничната колба до марката. Добавят се 0,3 ml чиста солна киселина (точка 7.2.1) и един милилитър от разтвора на железен (III) амониев сулфат (точка 7.2.3). Съдържанието на колбата се оцветява във виолетово.

В конична колба, идентична с маркираната, се поставя дестилирана вода до същото ниво както дестилата. Добавят се 0,3 ml чиста солна киселина (точка 7.2.1) и един милилитър от разтвора на железен (III) амониев сулфат (точка 7.2.3). Титрува се от бюретата с 0,01 M разтвор на натриев салицилат (точка 7.2.4) до появата на виолетово оцветяване със същата интензитет като този на коничната колба с винения дестилат.

Обемът на добавения с бюретата разтвор се обозначава с $n'' \text{ ml}$.

▼B7.3.3. *Корекция за летлива киселинност*

Обемът $0,1 \times n''$ ml се изважда от обема n ml 0,1 M разтвор на натриев хидроксид, използван за титруване киселинността на дестилата, по време на определянето на летливата киселинност.

▼B

15. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ПОСТОЯННА КИСЕЛИННОСТ

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Постоянната киселинност е разликата между общата и летливата киселинност.

2. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Постоянната киселинност се определя във:

- милиеквиваленти на литър,
- грамове винена киселина на литър.

▼B

16. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ВИНЕНА КИСЕЛИНА

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

1.1. Референтен метод

Винената киселина се утаява под формата на калциев (\pm)тартарат и се определя тегловно. За сравнение определянето може да се извърши и обемно. Условието за утаяване (рН, общ използван обем, концентрация на преципитиращите йони) са такива, че калциевият (\pm)тартарат се утаява напълно, докато калциевият тартарат D(-) остава в разтвора.

Когато виното съдържа метавинена киселина, която прави утаяването на калциевия (\pm)тартарат непълно, тя се хидролизира предварително.

1.2. Обикновен метод

Винената киселина, разделена посредством йонообменна колона, се определя колориметрично в елюата чрез измерване на червения цвят, който се образува вследствие взаимодействието с ванадиевата киселина. Елюатът съдържа също така млечна и ябълчна киселина, които не влияят върху резултата.

2. РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД

2.1. Гравиметричен метод

2.1.1. Реагенти

2.1.1.1. Разтвор на калциев ацетат, съдържащ 10 g калций на литър:

калциев карбонат (CaCO_3)	25 g;
ледена оцетна киселина (CH_3COOH) ($\rho_{20} = 1,05$ g/ml)	40 ml;
вода до	1 литър.

2.1.1.2. Калциев (\pm)тартарат, кристален ($\text{CaC}_4\text{O}_6\text{H}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$):

В бехерова чаша от 400 ml се поставят 20 ml от разтвора на L(+) винена киселина с концентрация 5 g/l. Добавят се 20 ml разтвор на D(-) амониев тартарат с концентрация 6,126 g/l и 6 ml от разтвора на калциевия ацетат, съдържащ 10 g калций на литър (точка 2.1.1.1).

Съдържанието на чашата се оставя да престои 2 часа, за да се утай. Утайката се събира върху стъклен филтър с порьозност № 4 и се изплаква три пъти с около 30 ml дестилирана вода. Изсушава се до постоянно тегло в сушилня при температура 70 °C. С посоченото по-горе количество реагент се получава около 340 mg кристален калциев (\pm)тартарат.

Съхранява се в плътно затворено шише.

2.1.1.3. Разтвор за утаяване (рН 4,75):

— D(-) винена киселина	122 mg;
— 25 % (v/v) разтвор на амониев хидроксид ($\rho_{20} = 0,97$ g/ml)	0,3 ml;
— разтвор на калциев ацетат (10 g калций/литър) ...	8,8 ml;
— вода до	1 000 ml.

D(-) винената киселина се разтваря и към нея се добавя амониевият хидроксид. Обемът се довежда до около 900 ml. Добавят се 8,8 ml разтвор на калциев ацетат (точка 2.1.1) и се допълва до един литър. С помощта на оцетна киселина рН се довежда до 4,75. Тъй като калциевият (\pm)тартарат е слабо разтворим в тази среда, добавят се 5 mg калциев (\pm)тартарат на литър, бърка се в продължение на 12 часа и се филтрира.

▼ B2.1.2. *Начин на работа*

2.1.2.1. Вина без добавена метавинена киселина

В бехерова чаша с вместимост 600 ml се поставят 500 ml от разтвора за утаяване и 10 ml вино. Смесват се и се започва утаяване чрез триене със стъклена бъркалка по стените на съда. Остава се да се утай за 12 часа (една нощ).

Течността се филтрира и се утаява върху предварително претеглен стъклен филтър с порьозност № 4, прикрепен към чиста вакуум колба. Съдът, в който се е извършило утаяването, се изплаква с цел да се прехвърли цялата образувала се утайка.

Изсушава се до постоянно тегло в сушилня при температура 70 ° C, след което се претегля. Теглото на получения кристален калциев (±)тартарат ($\text{CaC}_4\text{O}_6\text{H}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) се означава с *p*.

2.1.2.2. Вина с добавена метавинена киселина

При анализа на вино, към което е добавена метавинена киселина или за което има съмнение, че е добавена такава, изследването започва с хидролиза на киселината, както следва:

В конична колба с обем 50 ml се поставят 10 ml вино и 0,4 ml ледена оцетна киселина (CH_3COOH , $\rho_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$). Колбата се свързва с обратен хладник и се нагрива до кипене за 30 минути. След охлаждане разтворът се прехвърля от коничната колба в бехеровата чаша с вместимост 600 ml. Колбата се промива двукратно, като всеки път се използват по 5 ml вода, след което работата продължава по начина, описан по-горе.

Изчислява се съдържанието на метавинена киселина и се включва като винена киселина в крайния резултат.

2.1.3. *Изразяване на резултатите*

Една молекула калциев (±)тартарат съответства на половин молекула L(+) винена киселина във виното.

Количеството винена киселина на литър вино, изразено в милиеквиваленти, е равно на 384,5 *p*.

То се определя с точност до първия десетичен знак.

Количеството винена киселина на литър вино, изразена в грамове винена киселина, е равно на 28,84 *p*.

Определя се с точност до първия десетичен знак.

Количеството винена киселина на литър вино, изразено в грамове калиев тартарат, е равно на 36,15 *p*.

Изчислява се с точност до първия десетичен знак.

2.2. **Сравнителен обмен анализ**2.2.1. *Реагенти*2.2.1.1. Солна киселина (HCl) (1:5 v/v) ($\rho_{20} = 1,18\text{—}1,19 \text{ g/ml}$).

2.2.1.2. Разтвор на EDTA, 0,05 M:

EDTA (етилендиамин тетраоцетна киселина, динатриева сол:

$(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$	18,61 g;
дестилирана вода до	1 000 ml

2.2.1.3. Разтвор на натриев хидроксид, 40 % (m/v):

натриев хидроксид (NaOH)	40 g;
дестилирана вода до	100 ml.

2.2.1.4. Комплексометричен индикатор: 1 % (m/m)

▼ B

2-хидрокси-1-(2-хидрокси-4-сулфо-1-нафтилазо)-3-нафтоинова киселина ($C_{21}H_{14}N_2O_7S \cdot 3H_2O$)	1 g;
безводен натриев сулфат (Na_2SO_4)	100 g.

2.2.2. *Начин на работа*

След като се претегли, стъкленият филтър с утайката от калциев (\pm)тартарат се поставя върху вакуум колбата. Утайката се разтваря в 10 ml разредена солна киселина (точка 2.2.1.1). Стъкленият филтър се промива с 50 ml дестилирана вода.

Добавят се 5 ml 40 % разтвор на натриев хидроксид (точка 2.2.1.3) и около 30 mg от индикатора (точка 2.2.1.4). Титрува се с 0,05 M EDTA (точка 2.2.1.2). Количеството ml се обозначава с *n*.

2.2.3. *Изразяване на резултатите*

Количеството винена киселина на литър вино, изразено в милиеквиваленти, е равно на 5 *n*.

Определя се с точност до първия десетичен знак.

Количеството винена киселина на литър вино, изразен в грамове винена киселина, е равно на 0,375 *n*.

Изчислява се с точност до първия десетичен знак.

Количеството винена киселина на литър вино, изразено в грамове калиев тартарат, е равно на 0,470 *n*.

Определя се с точност до първия десетичен знак.

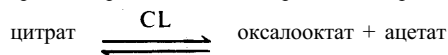
▼ M8

▼B

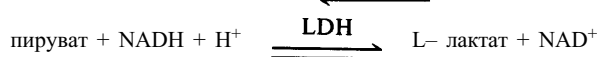
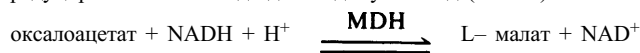
17. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЛИМОНЕНА КИСЕЛИНА

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Лимонената киселина се превръща в оксалоацетат и ацетат по време на реакция, катализирана от цитратлиаза (CL):



В присъствието на малатдехидрогеназа (MDH) и лактатдехидрогеназа (LDH) оксалоацетатът и неговото декарбоксилирано производно (пируват) се редуцират до L-малат и L-лактат чрез редуциран никотинамид аденин динуклеотид (NADH):



Количеството NADH, окислено до NAD⁺, в тези реакции е пропорционално на количеството на присъстващия цитрат. Окислението на NADH се измерва чрез намаляването на абсорбцията при 340 nm дължина на вълната.

2. РЕАГЕНТИ

2.1. Буферен разтвор с рН 7,8.

(0,51 M глицилглицин; рН 7,8; Zn²⁺ (0,6 × 10⁻³ M)

Разтварят се 7,13 g глицилглицин в около 70 ml двойно дестилирана вода.

Довежда се рН до 7,8, като се използват 13 ml 5 M разтвор на натриев хидроксид. Добавят се 10 ml разтвор на цинков хлорид (ZnCl₂; 80 mg в 100 ml H₂O) и се долива до 100 ml с двойно дестилирана вода.

2.2. Разтвор на редуциран никотинамид аденин динуклеотид (NADH) (приблизително 6 × 10⁻³ M): разтварят се 30 mg NADH и 60 mg NaHCO₃ в 6 ml двойно дестилирана вода.

2.3. Разтвор на малатдехидрогеназа (лактатдехидрогеназа (MDH/LDH, 0,5 mg MDH) ml, 2,5 mg LDH) ml): смесват се 0,1 ml MDH (5 mg MDH) ml) и 0,4 ml разтвор на амониев сулфат (3,2 M и 0,5 l LDH (5 mg) ml). Суспензията е годна за употреба в продължение поне на една година при температура 4 °C.

2.4. Цитратлиаза CL (5 mg протеин на ml). Разтварят се 168 mg лиофилизирана цитратлиаза в един милилитър леденостудена вода. Разтворът е годен за употреба в продължение най-малко на една седмица при температура 4° и поне 4 седмици, ако е замразен.

Препоръчва се преди да се пристъпи към определянето, да се провери ензимната активност.

2.5. Поливинилпилиролидон (PVPP).

Забележка: Гореспоменатите реагенти се предлагат в търговската мрежа.

3. АПАРАТУРА

3.1. Спектрофотометър, позволяващ измерванията да се извършват при 340 nm, което е дължината на вълната, при която се отчита максималната стойност на абсорбция на NADH.

В отсъствието на такъв може да се използва и спектрофотометър с непостоянен спектрален източник, позволяващ провеждането на измервания при дължина на вълната 334 nm или 365 nm.

Скалите за отчитане дължината на вълната и спектралната абсорбция се проверяват задължително, тъй като това са измервания за абсолютната стойност на абсорбцията, т.е. не се използват калибровъчни криви, а стандартизацията се извършва чрез отчитане коефициента на екстинкция на NADH

3.2. Стъклени кювети с дължина на оптичния път 1 cm или кювети за еднократна употреба.

▼B

- 3.3. Микропипети за отмерване на обеми от 0,02 ml до 2 ml.

4. ПОДГОТОВКА НА ПРОБАТА

Съдържанието на цитрат обикновено се определя директно от виното без предварително отстраняване на оцветяването и без разреждане, при условие че съдържанието на лимонената киселина е по-малко от 400 mg/l. В противен случай виното се разрежда, докато концентрацията на цитрата достигне стойности между 20 и 400 mg/l (между 5 и 80 µg цитрат в тест-пробата).

Препоръчва се богатите на фенолни съединения червени вина да бъдат предварително третираны с PVPP. Третирането се извършва, както следва:

Приготвя се суспензия от около 0,2 g PVPP във вода и се оставя да престои 15 минути. След това се филтрира през нагънат филтър.

В мерителна колба с обем 50 ml се поставят 10 ml от виното и с помощта на шпатула се добавя влажният PVPP, отделен от филтъра. Сместа се разклаща в продължение на 2 до 3 минути. Филтрира се.

5. НАЧИН НА РАБОТА

Спектрофотометърът се настройва на дължина на вълната от 340 nm. Абсорбцията се измерва с кювети 1 cm. Оптичката нула на апарата се определя спрямо въздух. В кюветите се поставят:

	Референтна проба (ml)	Аналитична проба (ml)
Разтвор 2.1	1,00	1,00
Разтвор 2.2	0,10	0,10
Проба за измерване	—	0,20
Двойно дестилирана вода	2,00	1,80
Разтвор 2.3	0,02	0,02

Смесват се и след около пет минути се отчита абсорбцията на разтворите в референтната и аналитична проба (A_1).

Добавя се:

Разтвор 2.4	0,02 ml	0,02 ml.
-------------	---------	----------

Смесват се. Изчаква се до приключването на реакцията (около 5 минути) и се отчита абсорбцията на разтворите в референтната и аналитичната проба (A_2).

Изчислява се разликата в абсорбцията ($A_2 - A_1$) за контролата и тест-пробата — ΔA_R и ΔA_S .

Накрая се изчислява разликата между различните стойности на абсорбцията:

$$\Delta A = \Delta A_S - \Delta A_R.$$

Забележка: Времето, необходимо за приключване на ензимната активност, е различно за различните партиди. Горепосочената стойност е само ориентировъчна и се препоръчва да се определя за всяка партида.

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Концентрацията на лимонена киселина се изразява в милиграми на литър с точност до най-близкото цяло число.

▼ В**6.1. Метод на изчисление**

Обща формула за изчисляване на концентрацията в mg/l:

$$C = \frac{V \times M}{\varepsilon \times d \times v} \times \Delta A$$

където V = обем на тест- разтвора в ml (в този случай 3,14 ml);

v = обем на пробата в ml (в този случай 0,2 ml);

M = молекулна маса на подлежащото на определяне вещество
(в този случай за анхидрида на лимонената киселина — $M = 192,1$);

d = оптичен път на кюветите (в този случай 1 cm);

ε = коефициент на абсорбция на NADH (при дължина на вълната 340 nm, $\varepsilon = 6,3$ mmol⁻¹ × 1 × cm⁻¹),

така че

$$C = 479 \times \Delta A.$$

Ако по време на приготвянето ѝ пробата е била разреждана, полученият резултат се умножава по коефициента на разреждане.

Забележка:

При дължина на вълната 334 nm, $C = 488 \times \Delta A (= 6,2 \text{ mmol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1})$.

При дължина на вълната 365 nm, $C = 887 \times \Delta A (= 3,4 \text{ mmol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1})$.

6.2. Повторяемост (r)

За концентрация на лимонена киселина по-малка от 400 mg/l: $r = 14$ mg/l.

За концентрация на лимонена киселина по-голяма от 400 mg/l: $r = 28$ mg/l.

6.3. Възпроизводимост (R)

За концентрация на лимонена киселина по-малка от 400 mg/l: $R = 39$ mg/l.

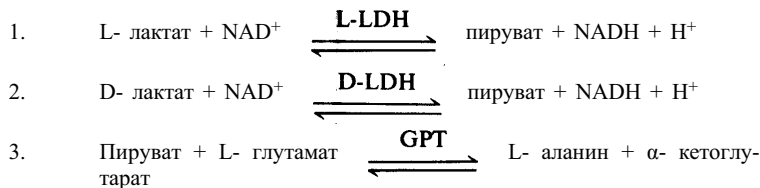
За концентрация на лимонена киселина по-голяма от 400 mg/l: $R = 65$ mg/l.

▼ B**18. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА МЛЕЧНА КИСЕЛИНА****1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА**

В присъствието на никотинамид аденин динуклеотид (NAD) млечната киселина (L-лактат и D-лактат) се окислява до пируват по време на катализа с L-лактат дехидрогеназа (L-LDH) и D-лактат дехидрогеназа (D-LDH).

Равновесието на реакцията е по посока на лактата. Отстраняването на пирувата от реакционната среда измества равновесието в посока образуване на пируват.

В присъствие на L-глутамат пируватът се превръща в L-аланин в резултат на катализа с глутамат-пируват трансминаза (GPT):



Образуването се измерва по количество NADH, измерено чрез увеличаване на абсорбцията при дължина на вълната 340 nm, е пропорционално на първоначално присъстващото количество лактат.

Забележка:

L-млечната киселина може да бъде определена независимо посредством реакции (1) и (3). D-млечната киселина може да бъде определена по подобен начин чрез реакции (2) и (3).

1.2. Обичаен метод

Млечната киселина, отделена след преминаване през колона с йонообменна смола, се окислява до етанал и се определя колориметрично след взаимодействие с нитропрусид и пиперидин.

2. РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД**2.1. Реагенти**

2.1.1. Буферен разтвор, рН 10 (глицилглицин 0,6 mol/l; L-глутамат 0,1 mol/l)

Разтварят се 4,75 g глицилглицин и 0,88 g L-глутаминова киселина в приблизително 50 ml двойно дестилирана вода, рН се довежда до 10 с няколко милилитра 10 M разтвор на натриев хидроксид и се долива до 60 ml с двойно дестилирана вода.

Разтворът е годен за употреба в продължение поне на 12 седмици при температура 4 °С.

2.1.2. Разтвор на никотинамид аденин динуклеотид (NAD) — приблизително $40 \times 10^{-3}\text{M}$: разтварят се 900 mg NAD в 30 ml двойно дестилирана вода. Суспензията е годна за употреба в продължение поне на една година при температура 4 °С.

2.1.3. Глутамат-пируват трансминаза (GPT)-суспензия, 20 mg/ml. Суспензията е годна за употреба в продължение поне на една година при температура 4 °С.

2.1.4. L-лактат дехидрогеназа (L-LDH)-суспензия, 5 mg/ml. Суспензията е годна за употреба в продължение поне на година при температура 4 °С.

2.1.5. D-лактат дехидрогеназа (D-LDH)-суспензия, 5 mg/ml. Суспензията е годна за употреба в продължение поне на година при температура 4 °С.

Желателно е ензимната активност да се провери преди извършване на определянето.

Забележка: Всички реагенти се предлагат в търговската мрежа.

▼B**2.2. Апаратура**

- 2.2.1. Спектрофотометър, позволяващ провеждането на измервания при дължина на вълната 340 nm, при която се отчита максималната стойност на абсорбция на NADH.

В отсъствието на такъв се използва спектрофотометър с непосредствен спектрален източник, позволяващ измерванията да се извършват при дължина на вълната 334 или 365 nm.

Тъй като методът включва измерване на абсолютната абсорбция (точка е. не се използват калибровъчни криви, а стандартизирането става чрез отчитане коефициента на екстинция на NADH), скалите, показващи дължината на вълната и абсорбцията, трябва да бъдат проверени.

- 2.2.2. Стъклени кювети с оптичен път 1 cm или кювети за еднократна употреба.
- 2.2.3. Микропипети за отмерване на обеми от 0,02 до 2 ml.

2.3. Приготвяне на пробата

Предварително указание: Нито един съд от лабораторната стъклария, в която протича реакцията, не трябва да се докосва с пръсти, тъй като може да се замърси с L-млечна киселина и да доведе до изкривяване на резултати.

Обикновено лактагът се определя директно от виното без предварително отстраняване на оцветяването и без разреждане, при условие че концентрацията на млечна киселина е по-малка от 100 mg/l. Ако обаче концентрацията на киселина е в порядъка между:

- 100 mg/l и 1 g/l — разрежда се с двойно дестилирана вода в съотношение 1/10,
- 1 g/l и 2,5 g/l — разрежда се с двойно дестилирана вода в съотношение 1/25,
- 2,5 g/l и 5 g/l — разрежда се с двойно дестилирана вода в съотношение 1/50.

2.4. Начин на работа

- 2.4.1. *Определяне на общото количество млечна киселина*

Преди да се пристъпи към определянето буферният разтвор трябва да се постави на температура от 20 °C до 25 °C.

Спектрофотометърът се настройва на дължина на вълната от 340 nm. Измерванията се извършват с кювети с дължина на оптичния път 1 cm. Оптичката нула на уреда се определя по отношение на въздух или вода.

В кюветите се поставят:

	Референтна проба (ml)	Аналитична проба (ml)
Разтвор 2.1.1	1,00	1,00
Разтвор 2.1.2	0,20	0,20
Двойно дестилирана вода	1,00	0,80
Суспензия 2.1.3	0,02	0,02
Проба, подлежаща на измерване	—	0,20

Смесването се извършва с помощта на стъклена бъркалка или бъркалка от синтетичен материал с плосък край. След около пет минути се измерват стойностите на абсорбция на разтворите в двете кювети — контролна и аналитична (A_1).

▼ B

Добавят се 0,02 ml от разтвор 2.1.4 и 0,05 ml от разтвор 2.1.5. Хомогенизират се и след приключване на реакцията (след около 30 минути) се измерват стойностите на абсорбция на разтворите в двете кювети — контролна и аналитична (A_2).

Изчисляват се разликите в стойностите на абсорбция ($A_2 - A_1$) на разтворите в кюветите с контролните и аналитичните проби, ΔA_R и ΔA_S .

Накрая се определя разликата между различните стойности на абсорбция:

$$\Delta A = \Delta A_S - \Delta A_R.$$

2.4.2. *Определяне на L-млечна и D-млечна киселина*

Определянето на тези киселини може да бъде извършено независимо, като се приложи методиката за определяне на общото количество млечна киселина до етап изчисляване на A_1 , след което работата продължава по описаните по-долу начини:

Добавят се 0,02 ml от разтвор 2.1.4 и се хомогенизират. Изчаква се до завършване на реакцията (около 20 минути) и се измерват стойностите на абсорбция на разтворите в кюветите с контролната и аналитичната проби (A_2).

Добавят се 0,05 ml от разтвор 2.1.5 и се хомогенизират. Изчаква се приключването на реакцията (около 30 минути) и се измерват стойностите на абсорбция на разтворите в кюветите с контролната и тест-проби (A_3).

Изчисляват се разликите ($A_2 - A_1$) за L-млечната киселина и ($A_3 - A_2$) за D-млечната киселина от стойностите на абсорбция на разтворите в кюветите с контролните и аналитичните проби, ΔA_R и ΔA_S .

Накрая се определя общата разлика от различните стойности на абсорбция:

$$\Delta A = \Delta A_S - \Delta A_R.$$

Забележка:

Времето, необходимо за приключване на ензимната активност, е различно за различните партии. Получената величина е ориентировъчна и се препоръчва да бъде определяна при всяка отделна партида. В случаите на определяне само на L-млечна киселина периодът на инкубация може да се намали до 10 минути.

2.5. **Изразяване на резултатите**

Концентрацията на млечна киселина се изразява в грамове на литър с точност до първия десетичен знак.

2.5.1. *Метод на изчисление*

Обща формула за изчисляване на концентрацията в g/l:

$$C = \frac{V \times M}{\varepsilon \times d \times v \times 1000} \times \Delta A$$

където

V = обем на анализирания разтвор (L-млечна киселина: V = 2,24 ml; D-млечна киселина и общо количество млечна киселина: V = 2,29 ml);

v = обем на пробата в ml (в случая 0,2 ml);

M = молекулна маса на веществото, което се изследва (в този случай за DL-млечната киселина M = 90,08);

d = оптичен път на кюветите в cm (в този случай 1 cm);

ε = коефициент на абсорбция на NADH (при дължина на вълната 340 nm: $\varepsilon = 6,3 \text{ mmol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$).

▼ B

- 2.5.1.1. Общо количество млечна киселина и D-млечна киселина

$$C = 0,164 \times \Delta A.$$

Ако по време на приготвянето ѝ пробата е била разреждана, полученият резултат се умножава по коефициента на разреждане.

Забележка:

Измерване при дължина на вълната 334 nm: $C = 0,167 \times \Delta A$, ($\epsilon = 6,2 \text{ mmol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$).

Измерване при дължина на вълната 365 nm: $C = 0,303 \times \Delta A$, ($\epsilon = 3,4 \text{ mmol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$).

- 2.5.1.2. Обща млечна киселина и L-млечна киселина

$$C = 0,160 \times \Delta A.$$

Ако пробата е разреждана по време на приготвянето ѝ, резултатът се умножава с коефициента на разреждане.

Забележка:

Измерване при дължина на вълната 334 nm: $C = 0,163 \times \Delta A$, ($\epsilon = 6,2 \text{ mmol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$).

Измерване при дължина на вълната 365 nm: $C = 0,297 \times \Delta A$, ($\epsilon = 3,4 \text{ mmol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$).

- 2.5.2. Повторяемост (r)

$$r = 0,02 + 0,07x_1 \text{ g/l, където}$$

x_1 е концентрацията на млечна киселина в пробата в g/l.

- 2.5.3. Възпроизводимост (R)

$$R = 0,05 + 0,125x_1 \text{ g/l}$$

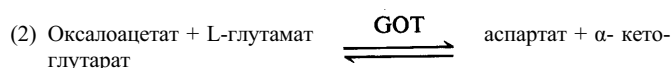
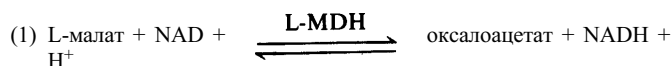
x_i е концентрацията на млечна киселина в g/l.

▼ M8

▼B**19. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА L-ЯБЪЛЧЕНА КИСЕЛИНА****1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА**

В присъствието на никотинамид-аденин-динуклеотид (NAD) L-ябълчената киселина се окислява до оксалоацетат по време на катализа с L-малатдехидрогеназа (L-MDH).>

Равновесието на реакцията обикновено е изтеглено към малата. Премахването на оксалоацетата от сместа на реакция измества равновесието към образуване на оксалоацетат. В присъствието на L-глутамат оксалоацетатът се превръща в L-аспартат. Реакцията се катализира от глутаматна-оксалоацетатна-трансминаза (GOT).



Образувалото се количество NADH, измерено чрез нарастването на абсорбцията при дължина на вълната 340 nm, е пропорционално на първоначалното количество на L-малат.

2. РЕАГЕНТИ**2.1. Буферен разтвор, рН 10**

(глицилглицин 0,6М; L-глутамат 0,1 М)

Разтварят се 4,75 g глицилглицин и 0,88 g L-глутаминова киселина в приблизително 50 ml двойно дестилирана вода. рН се довежда до 10, като се използват 4,6 ml 10М натриев хидроксид. Допълва се до 60 ml с двойно дестилирана вода.

Разтворът е годен за употреба в продължение поне на 12 седмици при температура 4 °С.

2.2. Разтвор на никотинамид аденин динуклеотид (NAD), приблизително 40×10^{-3} М:

разтварят се 420 mg NAD в 12 ml двойно дестилирана вода. Разтворът е годен за употреба в продължение поне на четири седмици при температура 4 °С.

2.3. Суспензия от глутамат-оксалоацетат-трансминаза (GOT) — 2 mg/ml. Суспензията е годна за употреба в продължение поне на една година при температура 4 °С.**2.4. Разтвор на L-малатна дехидрогеназа (L-MDH) — 5 mg/ml. Разтворът е годен за употреба в продължение най-малко на една година при температура 4 °С.**

Забележка: Всички реагенти се предлагат в търговската мрежа.

3. АПАРАТУРА**3.1. Спектрофотометър, позволяващ провеждането на измервания при дължина на вълната 340 nm, при която се отчита максималната стойност на абсорбция на NADH.**

В отсъствието на такъв се използва спектрофотометър с непосреден спектрален източник, позволяващ измерванията да се извършват при дължина на вълната 334 или 365 nm.

Тъй като методът включва измерване на абсолютната абсорбция (точка е. не се използват калибровъчни криви, а стандартизирането става чрез отчитане коефициента на екстинция на NADH), скалите, показващи дължината на вълната и абсорбцията, трябва да бъдат проверени.

3.2. Стъклени кювети с оптичен път 1 cm или кювети за еднократна употреба.**3.3. Микропипети за отмерване на обеми от 0,01 до 2 ml.**

▼B

4. ПРИГОТВЯНЕ НА ПРОБАТА

Съдържанието на L-малат обикновено се определя директно от виното без предварително премахване на оцветяването и без разреждане, при условие че съдържанието на L – ябълчена киселина е по-малко от 350 mg/l (измерено при mg/l). В противен случай виното се разрежда с двойно дестилирана вода, докато концентрацията на L-малат достигне до 30 и 350 mg/l (точка е. количеството L-малат е между 3 и 35 µg).

Ако концентрацията на малат във виното е по-малка от 30 mg/l, обемът на пробата може да бъде увеличен до един милилитър. В този случай обемът на добавената вода се редуцира до изравняване на общия обем в двете кювети.

5. НАЧИН НА РАБОТА

Спектрофотометърът се настройва за работа при дължина на вълната 340 nm. Измерването на абсорбцията се извършва с кювети с дължина на оптичния път един сантиметър. Оптичката нулата на уреда се определя по отношение на въздух или вода.

В кюветите се поставят:

	Референтна проба — контрола (ml)	Аналитична проба (ml)
Разтвор 2.1	1,00	1,00
Разтвор 2.2	0,20	0,20
Двойно дестилирана вода	1,00	0,90
Суспензия 2.3	0,01	0,01
Проба, подлежаща на измерване	—	0,10

Смесват се. След около три минути се измерва абсорбцията на разтворите в кюветите с референтната и аналитичната проба (A_1).

Добавя се:

Разтвор 2.4	0,01 ml	0,01 ml
-------------	---------	---------

Смесват се, изчаква се (5—10 минути) до приключване на реакцията и се отчитат абсорбциите на контролата и пробата (A_2).

Изчисляват се разликите ($A_2 - A_1$) в абсорбциите на разтворите в контролата и пробата, ΔA_R и ΔA_S .

Накрая се изчислява разликата между разликите в абсорбцията за еталонния разтвор и пробата: $\Delta A = \Delta A_S - \Delta A_R$.

Забележка: Времето, необходимо за приключване на ензимната активност, е различно за различните партии. Получената стойност е ориентировъчна и се препоръчва тя да бъде изчислявана за всяка отделна партида.

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Концентрацията на L-ябълчена киселина се изразява в грамове на литър с точност до първия десетичен знак.

6.1. Метод на изчисление

Обща формула за пресмятане на концентрацията (g/l):

$$C = \frac{V \times M}{\epsilon \times d \times v \times 1000} \times \Delta A$$

където

V обем на тест-разтвора в ml (в този случай 2,22 ml);

v обем на пробата в ml (в този случай 0,1 ml);

M молекулна маса на подлежащото на определяне вещество (в случая за L-ябълчената киселина — $M = 134,09$);

▼ В

d оптичен път в кюветата в cm (в този случай 1 cm);

ε коефициент на абсорбция на NADH (при дължина на вълната 340 nm, $\varepsilon = 6,3 \text{ mmol}^{-1} \times 1 \times \text{cm}^{-1}$).

Следователно концентрацията на L-малата е:

$$C = 0,473 \times \Delta A \text{ g/l.}$$

Ако пробата е била разредена по време на приготвянето ѝ, резултатът се умножава по коефициента на разреждане.

Забележка:

Измерване при дължина на вълната 334 nm: $C = 0,482 \times \Delta A$.

Измерване при дължина на вълната 365 nm: $C = 0,876 \times \Delta A$.

6.2. Повторяемост (r)

$$r = 0,03 + 0,034x_1, \text{ където}$$

x_1 е концентрацията на ябълчена киселина в пробата в g/l.

6.3. Възпроизводимост (R)

$$R = 0,05 + 0,071x_1, \text{ където}$$

x_1 е концентрацията на ябълчена киселина в пробата в g/l.

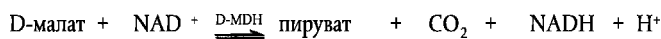
▼ M7

20. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА D-ЯБЪЛЧЕНА КИСЕЛИНА

(Ензимен метод)

1. ПРИНЦИП

В присъствието на D-малатдеhidrogenаза (D-MDH) D-ябълчената киселина (D-малатът) се окислява от никотинамидадениндинуклеотид (NAD) до оксалацетат. Полученият оксалацетат се разпада на пируват и въглероден диоксид.



Количеството получен NADH е пропорционално на концентрацията на D-ябълчена киселина и се измерва при дължина на вълната 334, 340 или 265 nm.

2. РЕАГЕНТИ

Опитна комбинация за приблизително 30 изчисления:

- а) бутилка № 1 с около 30 ml разтвор, състоящ се от буфер ХЕПЕС [N-(2-хидроксиетил)пиперазинN'-2-етансулфонова киселина] рН = 9,0 и стабилизатори;
- б) бутилка № 2 с около 210 mg NAD лиофилизат;
- в) три бутилки № 3 с D-MDH лиофилизат, всяка около 8 U.

Приготвяне на разтворите

1. Използва се съдържанието на бутилка № 1, без да се разрежда. Преди употреба се разтворът се загрява до 20—25 °С.
2. Съдържанието на бутилка № 2 се разтваря в 4 ml двойно дестилирана вода.
3. Съдържанието на една от бутилките № 3 се разтваря в 0,6 ml двойно дестилирана вода. Преди употреба разтворът се загрява до 20—25 °С.

Стабилност на разтворите

Съдържанието на бутилка № 1 е стабилно в продължение на поне една година при съхранение на + 4 °С; разтвор № 2 е стабилен в продължение на три седмици при съхранение на + 4 °С и на два месеца при съхранение на – 20 °С; разтвор № 3 е стабилен в продължение на пет дни при съхранение на + 4 °С.

3. АПАРАТУРА

- 3.1. Спектрофотометър, позволяващ измерванията да бъдат правени при 340 nm — дължината на вълната, при която абсорбцията на NADH е максимална. Ако това е невъзможно, може да се използва спектрофотометър с прекъснат спектрален източник, позволяващ да се правят измервания на 334 или 365 nm. Тъй като трябва да се правят и измервания на абсолютната абсорбция (т.е. не се ползва поредица от калибровъчни разтвори, а се прави справка с коефициента на намаляване на NADH), скалите на апарата за измерване на дължината на вълната и спектралната абсорбция трябва да бъдат проконтролирани.
- 3.2. Стъклени кювети с дължина на оптичния път 1 cm (по желание може да се използват кювети за еднократна употреба).
- 3.3. Микропипети за пипетиране на обеми в диапазона от 0,01 до 2 ml.

4. ПРИГОТВЯНЕ НА ПРОБАТА

Анализът на D-малат обикновено се провежда направо върху виното, без предварително обезцветяване.

▼ **M7**

Количеството D-малат в кюветата следва да бъде между 2 и 50 µg. Следователно виното трябва да бъде разрежено, така че да даде концентрация на D-малат съответно между 0,02 и 0,5 g/l или 0,02 и 0,3 g/l (в зависимост от използваната апаратура).

Таблица на разреждането:

Приблизително количество D-малат/ литър		Разреждане с вода	Фактор на разреждане F
Измерено при:			
340 или 334 nm	365 nm		
< 0,3 g	< 0,5 g	—	1
0,3—3,0 g	0,5—5,0 g	1 + 9	10

5. ПРОЦЕДУРА

Със спектрофотометъра, нагласен на дължина на вълната 340 nm, се определя абсорбцията, като се използват кюветите от 1 cm, или чрез използване на въздух, за да се определи абсорбция „нула“ (без кювета в оптичния път), или на вода.

В кюветите се отпипетира:

	Референция	Опит
Разтвор № 1	1,00 ml	1,00 ml
Разтвор № 2	0,10 ml	0,10 ml
Двойно дестилирана вода	1,80 ml	1,70 ml
Проба за мярка	—	0,10 ml

Смесва се и след около шест минути се измерва абсорбцията на референтните разтвори на пробите (A_1).

Прибавя се:

	Референция	Опит
Разтвор № 3	0,05 ml	0,05 ml

Смесва се; изчаква се до приключване на реакцията (около 20 минути) и се измерва абсорбцията на разтворите за справка и на опитните разтвори (A_2).

Изчислява се абсорбционната разлика ($A_2 - A_1$) за референтните разтвори (ΔA_T) и за опитните разтвори (ΔA_E). Накрая се изчислява разликата между тези разлики: $\Delta A = \Delta A_E - \Delta A_T$.

Забележка: Времето, необходимо за приключване на ензимната активност, може да варира между различните поредици. Даденото по-горе време служи само за насока, така че е препоръчително то да се определя поотделно за всяка поредица.

D-ябълчената киселина реагира бързо. Ензимът преобразува и L-тартаровата киселина, но много по-бавно. Това обяснява леката странична реакция, която може да бъде коригирана чрез екстраполация (виж допълнение A).

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Общата формула за изчисляване концентрацията в mg/l е:

$$C = \frac{V \times M}{\epsilon \times d \times v \times 1000} \times \Delta A$$

където:

V = обемът на опитния разтвор в ml (2,95 ml)

▼ M7

- v = обемът на пробата в ml (0,1 ml)
 P- = молекулна маса на веществото, чието наличие трябва да
 M бъде установено (за D-ябълчната киселина PM = 134,09)
 d = оптичен път на кюветата в cm (1 cm)
 ε абсорбционен коефициент на NADH:
 при 340 nm = 6,3 (1 mmol⁻¹ cm⁻¹)
 при 365 nm = 3,4 (1 mmol⁻¹ cm⁻¹)
 при 334 nm = 6,18 (1 mmol⁻¹ cm⁻¹).

Ако пробата е била разрежена по време на приготвянето ѝ, резултатът се умножава по фактора на разреждане.

Концентрацията на D-ябълчената киселина е дадена в милиграми на литър (mg/l), без знаци след десетичната запетая.

7. ТОЧНОСТ

В допълнение Б са обобщени някои подробности за междулабораторното изпробване на точността на метода. Стойностите, получени при междулабораторното изпробване, могат да не бъдат приложими към аналитични концентрации и субстрати, различни от дадените в допълнение Б.

7.1. Повторяемост

Абсолютната разлика между два отделни резултата, получени при използването на еднакъв материал, подложен на опит от оператор, използващ същата апаратура, за най-краткия времеви интервал, не трябва да надхвърля стойността на повторяемост r в повече от 5 % от случаите.

$$r = 11 \text{ mg/l.}$$

7.2. Възпроизводимост

Абсолютната разлика между два отделни резултата, получени при използването на еднакъв материал, подложен на опит в две различни лаборатории, не трябва да надхвърля стойността на възпроизводимост R в повече от 5 % от случаите.

$$R = 20 \text{ mg/l.}$$

▼ M10**8. ДОЗИРАНЕ НА D-ЯБЪЛЧЕНА КИСЕЛИНА (D(+)-ЯБЪЛЧЕНА КИСЕЛИНА) ВЪВ ВИНА С НИСКИ НИВА****8.1. Област на приложение**

Описаният метод се прилага за дозирането, посредством ензими, на D-ябълчената киселина на вината с нива под 50 mg/l.

8.2. Принцип

Принципът на метода е описан в точка 1. Образуването на NADH след внасянето в епруетка на 50 mg/l D-ябълчена киселина е пропорционално на наличното количество D-malate и се измерва въз основа на нарастването на абсорбцията при дължина на вълната 340 nm.

8.3. Реагенти

A 0,199 g/l разтвор на D-ябълчена киселина плюс реагентите, посочени в точка 2.

8.4. Апаратура

Апаратурата, посочена в точка 3.

▼ M10**8.5. Приготвяне на пробата**

Както е посочено в точка 4.

8.6. Процедура

Процедурата е като описаната в точка 5, но с внасяне в измерителната епруветка на 50 mg/l D-ябълчена киселина. (Внасяне на 0,025 ml 0,199 g/l разтвор на D-ябълчена киселина, изместващ еквивалентен обем вода); получените стойности са намалени с 50 mg/l.

8.7. Вътрешно утвърждаване

Таблицата по-долу обобщава документите с вътрешно утвърждаване относно метода за определяне на дозата D(+)-ябълчена киселина след добавянето на 50 mg/l от изомера.

Работен обхват	от 0 mg до 70 mg D-ябълчена киселина за литър. В тези граници методът е линеен с коефициент на корелация от 0,990 до 0,994
Граница на количествено определяне	24,4 mg/l
Граница на детекция	8,3 mg/l
Чувствителност	0,0015 abs/mg/l
Коефициент на възстановяване	от 87,5 до 115,0 % за бели вина и от 75 до 105 % за червени вина
Повтаряемост	= 12,4 mg/l за бели вина (съгласно метода OIV = 12,5 mg/l) = 12,6 mg/l за червени вина (съгласно метода OIV = 12,7 mg/l)
Коефициент на отклонение	от 4,2 % до 7,6 % (бели вина и червени вина)
Вътрешнолабораторна променливост	CV = 7,4 % (s = 4,4 mg/l; средно = 59,3 mg/l)

▼ M7

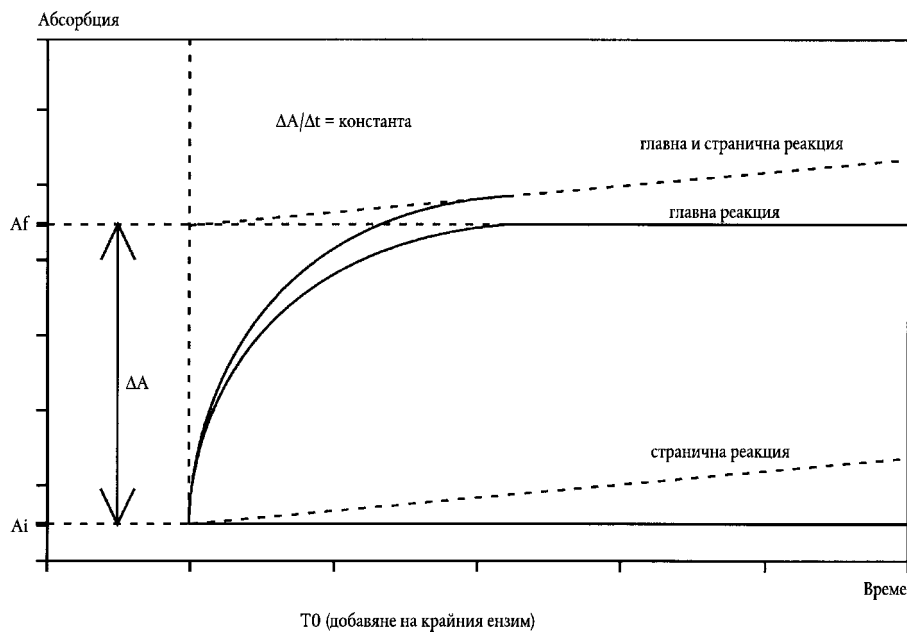
ДОПЪЛНЕНИЕ А

Действие при странични реакции

Страничните реакции обикновено се дължат на вторични реакции на ензима, на наличието на други ензими в субстрата на пробата или на взаимодействие между един или повече елементи на субстрата с някой кофактор в ензимната реакция.

При нормалната реакция абсорбцията достига постоянна стойност след определено време — обикновено между 10 и 20 минути, в зависимост от скоростта на специфичната ензимна реакция. Когато обаче протичат и вторични реакции, абсорбцията не достига постоянна стойност, а с времето нараства равномерно. Този вид процес обикновено се означава като „странична реакция“.

Когато протича странична реакция, абсорбцията на разтвора следва да бъде измервана през равни интервали от време (на всеки 2—5 минути), след като е изтекло времето, необходимо на стандартния разтвор да достигне крайната си стойност на абсорбцията. Ако абсорбцията нараства равномерно, трябва да се направят 5—6 измервания, след което да се направи екстраполация чрез графика или изчисление, за да се определи абсорбцията, която би била наблюдавана при добавянето на крайния ензим (T_0). Концентрацията на субстрата се изчислява на базата на разликата в абсорбцията, екстраполирана по това време ($A_f - A_i$).



Фигура 1. Странична реакция

▼ M7

ДОПЪЛНЕНИЕ Б

Статистически резултати от междулабораторния тест

Година на провеждане на теста: 1995 г.

Брой участвали лаборатории: 8

Брой на пробите: 5 с добавка на D-ябълчна киселина

Проба	А	Б	В	Г	Д
Брой на лабораториите, получен след елиминирани на лабораториите, представили отклоняващи се от нормата резултати	7	8	7	8	7
Брой на лабораториите, представили отклоняващи се от нормата резултати	1	—	1	—	1
Брой на приетите резултати	35	41	35	41	36
Средна стойност (\bar{x}) (mg/l)	161,7	65,9	33,1	106,9	111,0
Стандартно отклонение на повторяемостта (s_p) (mg/l)	4,53	4,24	1,93	4,36	4,47
Относително стандартно отклонение на повторяемостта (RSD _p) (%)	2,8	6,4	5,8	4,1	4,00
Граница на повторяемостта (r) (mg/l)	12,7	11,9	5,4	12,2	12,5
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (s_R) (mg/l)	9,26	7,24	5,89	6,36	6,08
Относително стандартно отклонение на възпроизводимостта (RSD _R) (%)	5,7	11	17,8	5,9	5,5
Граница на възпроизводимостта (R) (mg/l)	25,9	20,3	16,5	17,8	17,0

Вид на пробите:

А: червено вино; Б: червено вино; В: бяло вино; Г: бяло вино; Д: бяло вино;



21. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ОБЩА ЯБЪЛЧЕНА КИСЕЛИНА

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Ябълчената киселина, изолирана с помощта на анионообменна колона, се определя колориметрично в елюата чрез измерване на жълтото оцветяване, което тя дава под въздействието на 96 % сярна киселина и хромотропова киселина. Веществата, съдържащи се в елюата, пречат на тази реакция. За да се елиминира влиянието им, от стойността на абсорбцията, получена вследствие реакцията между хромотроповата киселина и сярната киселина (96 %), се изважда абсорбцията, получена от реакцията с хромотропова и сярна киселина (86 %) (ябълчената киселина не влиза в реакцията при тези стойности на концентрация на киселината).

2. АПАРАТУРА

- 2.1. Стъклена колона с приблизителна дължина 250 mm и вътрешен диаметър 35 mm с канюла за оттичане.
- 2.2. Стъклена колона с приблизителна дължина 300 mm и вътрешен диаметър 10—11 mm, с канюла за оттичане.
- 2.3. Водна баня, термостатично контролирана при температура 100 °C.
- 2.4. Спектрофотометър, позволяващ измерване на абсорбцията при дължина на вълната 420 nm със стъклени кювети с оптичен път един сантиметър.

3. РЕАГЕНТИ

- 3.1. Силно основна йонообменна смола (например *Merck III*).
- 3.2. Натриев хидроксид 5 % (m/v).
- 3.3. Оцетна киселина 30 % (m/v).
- 3.4. Оцетна киселина 0,5 % (m/v).
- 3.5. Разтвор на натриев сулфат 10 % (m/v).
- 3.6. Концентрирана сярна киселина 95 до 97 % (m/m).
- 3.7. Сярна киселина 86 % (m/m).
- 3.8. Разтвор на хромотропова киселина, 5 % (m/v).

Непосредствено преди всяко определяне се приготвят пресен разтвор от 500 mg динатриева сол на хромотроповата киселина ($C_{10}H_6Na_2O_8S_2 \cdot 2H_2O$) и 10 ml дестилирана вода.

- 3.9. Разтвор на DL-ябълчена киселина — 0,5 g/l.

Разтварят се 250 g ябълчна киселина ($C_4H_6O_5$) в достатъчно количество разтвор на натриев сулфат (10 %). Долива се до 500 ml с разтвор на натриев сулфат (10 %) (точка 3.5).

4. НАЧИН НА РАБОТА

4.1. Приготвяне на йонообменната смола

На дъното на колона с размери 35 × 250 mm над канюлата се поставя напоена с дестилирана вода тапа от стъклена вата. Налива се суспензия от анионообменната смола в стъклената колона по такъв начин, че течността да остане на 50 mm над нивото на смолата. Промива се с 1 000 ml дестилирана вода. Колоната се изплаква с разтвор на натриев хидроксид (5 %), като се оставя течността да достигне до 2—3 mm от горната повърхност на смолата. Манипулацията се повтаря още два пъти, след което се оставя да престои в продължение на един час. Колоната се промива с 1 000 ml дестилирана вода и се напълва отново с оцетна киселина (30 %). Течността се оставя да изтече до 2—3 mm над нивото на смолата. Тази операция се повтаря още два пъти. Оставя се да престои поне 24 часа преди употреба. Смолата се съхранява в оцетна киселина (30 %) за последващ анализ.

▼ B**4.2. Подготовка на йонообменната колона**

В долния край на колона с размери 11 × 300 mm над канюлата се поставя тампон от стъклена вата. Суспензията от йонообменната смола, приготвена съгласно точка 4.1, се налива до височина 10 cm. При отворена канюла разтворът на оцетна киселина (30 %) се оставя да изтече до 2—3 mm от горната повърхност на смолата. Колоната се промива с 50 ml оцетна киселина (0.5 %).

4.3. Изолиране на DL-ябълчена киселина

Прехвърлят се 10 ml вино или гроздова мъст в колоната с йонообменна смола, приготвена съгласно точка 4.2. Съдържанието се оставя да изтече капка по капка (среден дебит от капка в секунда), след което изтичането се спира когато течността достигне 2—3 mm от горното ниво на смолата. Колоната се измива първоначално с 50 ml оцетна киселина (0.5 %), а след това с 50 ml дестилирана вода, позволявайки на течността да изтече до същото ниво и със същата скорост.

Киселините, задържани от смолата, се елюират с 10 % разтвор на натриев сулфат (точка 3.5) при същите условия. Елюатът се събира в мерителна колба от 100 ml.

Колоната може да бъде регенерирана, като се следва процедурата, описана в точка 4.1.

4.4. Определяне на ябълчена киселина

Две 30-милилитрови епруветки с широко гърло и шлиф се обозначават с „А“ и „Б“. Във всяка една от тях се поставя по един милилитър от елюата (точка 4.3) и един милилитър хроматропова киселина (5 %). В епруветка „А“ (контрола) се добавят 10 ml сярна киселина (86 %), а в епруветка „Б“ (проба) — 10 ml сярна киселина (96 %). Запушват се и се хомогенизират чрез разклащане, като се внимава да не се навлажни стъклената запушалка. Епруветките се поставят в кипяща водна баня за 10 минути, след което се охлаждат на тъмно до 20 °C за 90 минути. Непосредствено след това се измерва абсорбцията на съдържанието в епруветка „Б“ спрямо контролата „А“ при дължина на вълната 420 nm в кювета от 10 mm.

4.5. Построяване на калибровъчна крива

В мерителни колби от 50 ml се прехвърлят аликвотно с пипета по 5, 10, 15 и 20 ml разтвор на ябълчена киселина с концентрация 5,0 g/l. Доливат се до марката с 10 % разтвор на натриев сулфат.

Разтворите съответстват на елюат от вино, съдържащ съответно 0,5 g/l, 1,0 g/l, 1,5 g/l и 2,0 g/l ябълчена киселина.

Работата продължава съгласно указанията в точка 4.4.

Графиката със стойностите на абсорбция на разтворите е функция от концентрацията на съдържащата се в тях ябълчена киселина и представлява права линия, която пресича началото на координатната система.

Интензитетът на полученото оцветяване зависи до голяма степен от концентрацията на сярната киселина. Необходимо е да се направи проверка на калибровъчната крива за поне една точка на серия определяния, за да се установи дали концентрацията на сярната киселина не се е променила.

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Концентрацията на елюата се намира от калибровъчната крива посредством екстраполиране на стойността на измерената абсорбция, за да се отчете съответстваща концентрация на ябълчната киселина в грамове на литър. Резултатът се определя с точност до първия десетичен знак.

▼B

Повторяемост:

Съдържание < 2 g/l: $r = 0,1$ g/l.

Съдържание > 2 g/l: $r = 0,2$ g/l.

Възпроизводимост:

$R = 0,3$ g/l.

▼B**22. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА СОРБИНОВА КИСЕЛИНА****1. ПРИНЦИП НА МЕТОДИТЕ****1.1. Определяне с ултравиолетова спектрофотометрия**

Сорбиновата киселина (*trans, trans*, 2,4 хексадеинова киселина), извлечена чрез дестилация с водна пара, се определя от винения дестилат чрез спектрофотометрия в ултравиолетовата област. Вещества, които пречат в ултравиолетовата област, се отстраняват чрез изпаряване до сухо с помощта на слабо алкализирани калциев хидроксид. Наличието на количества, по-малки от 20 mg/l, се установяват с тънкослойна хроматография (чувствителност 1 mg/l).

1.2. Определяне с газова хроматография

Екстрахираната с диетилов етер сорбинова киселина се определя чрез газова хроматография с вътрешен стандарт.

1.3. Определяне на следи от сорбинова киселина с тънкослойна хроматография

Сорбиновата киселина, екстрахирана с диетилов етер, се определя по метода на тънкослойната хроматография. Концентрацията на киселината се измерва полуколичествено.

2. ОПРЕДЕЛЯНЕ С УЛТРАВИОЛЕТОВА ХРОМАТОГРАФИЯ**2.1. Реагенти**

2.1.1. Кристална винена киселина (C₄H₆O₆)

2.1.2. Разтвор на калциев хидроксид (Ca(OH)₂), приблизително 0,02M.

2.1.3. Референтен разтвор на сорбинова киселина (20 mg/l)

Разтварят се 20 mg сорбинова киселина (C₄H₆O₆) в около 2 ml 0,1 M разтвор на натриев хидроксид. Съдържанието се прехвърля в мерителна колба с обем 1 000 ml и се долива до марката с вода. Възможно е също така да се разтворят 26,8 mg калиев сорбат (C₆H₇KO₂) във вода и да се допълни до 1 000 ml.

2.2. Апаратура

2.2.1. Апарат за парна дестилация (виж глава „Летлива киселинност“).

2.2.2. Водна баня с температура 100 °C.

2.2.3. Спектрофотометър, позволяващ измерване при дължина на вълната 256 nm, с кварцови кювети с оптичен път един сантиметър.

2.3. Начин на работа**2.3.1. Дестилация**

В барботьора се прехвърлят 10 ml вино и се прибавят 1—2 g винена киселина (точка 2.1.1). Събират се 250 ml от дестилата.

2.3.2. Построяване на калибровъчна права

Чрез разреждане на референтния разтвор (точка 2.1.3) с вода се подготвят четири разтвора, съдържащи съответно 0,5, 1,0, 2,5 и 5 mg сорбинова киселина/l. Измерва се тяхната абсорбция със спектрофотометър при 256 nm, използвайки дестилирана вода като контрола. Начертава се крива, показваща изменението на абсорбцията, като функция на концентрацията. Функцията е линейна.

2.3.3. Определяне

Пет дестилата от дестилата се поставят в изпарителен съд с диаметър 55 mm и се прибавя 1 ml разтвор на калциев хидроксид (точка 2.1.2). Изпарява се на водна баня до сухо.

▼B

Остатъкът се разтваря в няколко милилитра дестилирана вода. Пренася се количествено в 20 ml обемна колба и се добавя вода до марката. Абсорбцията се измерва със спектрофотометър при дължина на вълната при 256 nm. Като контрола се използва разтвор, получен чрез разреждане на 1 ml разтвор на калциев хидроксид (точка 2.1.2) до 20 ml.

Измерените стойности на абсорбцията се нанасят върху калибровъчната крива, от която се отчита концентрацията C .

Забележка: В практиката причинената от изпаряването загуба на вещество, може да бъде пренебрегната и абсорбцията да се определи директно от дестилата, разреден с дестилирана вода в съотношение 1:4.

2.4. Изразяване на резултатите

2.4.1. Изчисление

Концентрацията на сорбинова киселина във виното, изразена в mg/l, се изчислява по формулата $100 \times C$,

където

C = концентрация на сорбиновата киселина в разтвора (mg/l), анализиран със спектрофотометрия.

3. ОПРЕДЕЛЯНЕ С ГАЗОВА ХРОМАТОГРАФИЯ

3.1. Реагенти

3.1.1. Диетилов етер ((C₂H₅)₂O), дестилиран непосредствено преди употреба.

3.1.2. Вътрешен стандартен разтвор: разтвор на нонанова киселина (C₁₁H₂₂O₂) и етанол 95 % об. в концентрация един грам на литър.

3.1.3. Воден разтвор на сярна киселина (H₂SO₄) ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml), разреден в съотношение 1:3 (v/v).

3.2. Апаратура

3.2.1. Газов хроматограф, снабден с пламъко-йонизиращ детектор и колона от неръждаема стомана (4 m × 1/8 инча), предварително обработена с диметилхлорозиден и напълнена със стационарна фаза, състояща се от смес на 5 % диетиленгликол сукцинат и 1 % DEGS-H₃PO₄ фосфорна киселина или 7 % диетиленгликол адипат и 1 % DEGA-H₃PO₄ фосфорна киселина, фиксирана върху *Gaschrom Q*, 80 – 100 mesh.

Третиране на колоната с диметилдихлорсилан (DMDCS): през колоната се пропуска разтвор, съдържащ 2-3 g DMDCS в пречистен толуол. Колоната се измива веднага с метанол; пропуска се азот и след това се напълва с хексан и още азот. Колоната е готова за напълване.

Условия на работа:

температура на сушилнята: 175 °C;

температура на инжектора и детектора: 230 °C;

газ-носител: азот (скорост на потока = 200 ml/min).

3.2.2. Микроспринцовка с обем 10 µl, градуирана на 0,1 µl.

Забележка: Могат да се използват и други видове колони, които имат добра разделителна способност, в частност капилярни колони (напр. FFAP). Описаният работен метод е даден като пример.

3.3. Начин на работа

3.3.1. Приготвяне на пробата за анализ

В стъклена епруветка с вместимост от около 40 ml, снабдена с шлифована запушалка, се прехвърлят 20 ml вино, прибавят се 2

▼ B

ml от вътрешния стандартен разтвор (точка 3.1.2) и 1 ml от разредената сярна киселина (точка 3.1.3).

След като бъде добре разбъркан чрез неколккратно обръщане на епруветката, към разтвора се прибавят 10 ml диетилов етер (точка 3.1.1). Сорбиновата киселина се екстрахира в органичната фаза посредством продължително разклащане (5 минути). Остава се да се утаи.

3.3.2. *Приготвяне на референтния разтвор*

Избира се вино, чийто етеров екстракт не дава на хроматограмата пик, съответстващ на елюцията на сорбинова киселина. Във виното се добавя сорбинова киселина с концентрация 100 mg/l, след което 20 ml от пробата за анализ се третира съгласно методиката, описана в точка 3.3.1.

3.3.3. *Хроматография*

С микроспринцовка се инжектират 2 µl от екстрахираната с етер фаза в точка 3.3.2 и 2 µl от екстрахираната с етер фаза, получена в точка 3.3.1.

Записване на хроматограмата: проверява се идентичността на съответните времена на задържане на сорбиновата киселина и вътрешния стандарт. Измерва се височината (площта) на всеки пик.

3.4. **Изразяване на резултатите**

3.4.1. *Изчисление*

Концентрацията на сорбинова киселина в анализираното вино, изразена в милиграми на литър, се изчислява по формулата:

$$100 \times \frac{h}{H} \times \frac{I}{i}$$

където

H = височина на пика на сорбиновата киселина в референтния разтвор;

h = височина на пика на сорбиновата киселина в пробата;

I = височина на пика на вътрешния стандарт в референтния разтвор;

i = височина на пика на вътрешния стандарт в пробата.

Забележка:

Концентрацията на сорбиновата киселина може да бъде определена по същия начин, но чрез измерване на площите на пиковите под съответните пикове.

4. УСТАНОВЯВАНЕ НА СЛЕДИ ОТ СОРБИНОВА КИСЕЛИНА ЧРЕЗ ТЪНКΟΣЛОЙНА ХРОМАТОГРАФИЯ

4.1. **Реагенти**

4.1.1. Диетилов етер ((C₂H₅)₂O).

4.1.2. Воден разтвор на сярна киселина (H₂SO₄) (ρ₂₀ = 1,84 g/ml), разреден в съотношение 1:3 (v/v).

4.1.3. Референтен разтвор на сорбинова киселина в смес от вода и етанол (10 % об.), съдържащ 20 mg/l.

4.1.4. Подвижна фаза: хексан-пентан-оцетна киселина (20:20:3) (C₆H₁₄/C₅H₁₂/CH₃COOH), ρ₂₀ = 1,05 g/ml.

4.2. **Апаратура**

4.2.1. Покрита плака за тънкослойна хроматография 20 × 20 cm с полиамиден гел с дебелина 0,15 mm с добавка на флуоресцентен индикатор.

4.2.2. Вана за тънкослойна хроматография.

▼B

4.2.3. Микропипета или микроспринцовка от отмерване на обеми от 5 μ l с точност до $\pm 0,1 \mu$ l.

4.2.4. Ултравиолетова лампа (254 nm).

4.3. Начин на работа**4.3.1. Приготвяне на пробата за анализ**

В стъклена епруветка с шлифована запушалка от 25 ml се поставят 10 ml вино, след което се добавя 1 ml сярна киселина (точка 4.1.2) и 5 ml диетилов етер (точка 4.1.1). Смесва се, като епруветката се обръща многократно. Съдържанието се оставя да се утаи.

4.3.2. Приготвяне на референтни разтвори за разреждане

Чрез разреждане на разтвора, описан в точка 4.1.3, се приготвят пет разредени разтвора, съдържащи съответно 2, 4, 6, 8 и 10 mg сорбинова киселина/l.

4.3.3. Хроматография

С микропипета се поставят 5 μ l от екстрахираната с етер фаза, получена съгласно точка 4.3.1, и 5 μ l от всеки разреден референтен разтвор (точка 4.3.2) на 2 cm от долния ръб на плаката и на 2 cm един от друг.

Подвижната фаза (точка 4.1.4) се поставя в хроматографската вана на височина от около 0,5 cm, така че да позволи атмосферата в нея да се насити с парите на разтворителя. Плаката се поставя във ваната. Хроматограмата се проявява над 12 до 15 cm (процесът трае около 30 минути). Плаката се изсушава на струя студен въздух и хроматограмата се наблюдава под 254 nm UV лампа.

Петната, показващи наличието на сорбинова киселина, се оцветяват в тъмно виолетово на жълто флуоресциращия фон на плаката.

4.4. Изразяване на резултатите

Сравняването на интензитета на петната, получени от пробата за анализ и стандартния разтвор, позволява да се определи полуколичественото концентрацията на сорбинова киселина в количества между 2 и 10 mg/l. Концентрацията на 1 милиграм на литър може да се определи и посредством 10 μ l от тест-разтвора в пробата.

Концентрации над 10 mg/l могат да бъдат определени, като се анализират 5 μ l от тест-разтвора (отмерени с микропипета).



23. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА L-АСКОРБИНОВА КИСЕЛИНА

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДИТЕ

Предложените методи правят възможно определянето на L-аскорбинова и дехидроаскорбинова киселина във вина и мът.

1.1. Референтен метод (флуорометричен)

L-аскорбиновата киселина се окислява върху активен въглен в дехидроаскорбинова киселина. Последната образува флуоресциращо съединение с ортофенилендиамин (OPDA). Провеждането на контролен тест в присъствието на борна киселина позволява да се определи несъщинската флуоресценция (чрез формирането на комплекс от борна киселина и дехидроаскорбинова киселина) и да се извади от резултатите на флуориметричното изследване.

1.2. Обичаен метод (колориметричен)

L-аскорбиновата киселина се окислява с йод до дехидроаскорбинова киселина, която се утаява с динитрофенилхидразин, за да се получи бис (2,4-динитрофенилхидразон). След разделяне с тънкослойна хроматография и разтваряне в оцетно-кисела среда оцветеният в червено дериват се определя спектрофотометрично при дължина на вълната 500 nm.

2. РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД (ФЛУОРОМЕТРИЧЕН)

2.1. Реагенти

2.1.1. Разтвор на ортофенилендиамин дихидрохлорид ($C_6H_{10}Cl_2N_2$): 0,02 g/100 ml, приготвен непосредствено преди употреба.

2.1.2. Разтвор на натриев ацетат трихидрат ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$): 500 g/l.

2.1.3. Смесен разтвор на борна киселина и натриев ацетат

Разтвор на 3 g борна киселина (H_3BO_3) в 100 ml разтвор на натриев ацетат (точка 2.1.2). Приготвя се непосредствено преди употреба.

2.1.4. Разтвор на ледена оцетна киселина CH_3COOH ($\rho_{20} = 1,05$ g/ml), разреден до 56 % (v/v); pH около 1,2.

2.1.5. Референтен разтвор на L-аскорбинова киселина (1 g/l).

Приготвя се непосредствено преди употреба, като се разтварят 50 mg L-аскорбинова киселина ($C_6H_8O_6$), предварително дехидратирана в защитен от светлината ексикатор, в 50 ml разтвор на оцетна киселина (точка 2.1.4).

2.1.6. Активен въглен- химически чист за анализ⁽¹⁾

В ерлеймаерова колба от 2l се поставят 100 g активен въглен и се добавят 500 ml 10 % (v/v) разтвор на солна киселина (HCl) ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml). Нагрява се до кипене. Филтрира се през шотов филтър с порьозност 3. Третирианият по този начин въглен се събира в конична колба с вместимост 2 l. Добавя се един литър вода, разбърква се и се филтрира с шотов филтър с порьозност 3. Тази операция се повтаря още два пъти. Остатъкът се поставя в сушилна с регулируема температура до $115^\circ \pm 5$ °C за 12 часа (за една нощ).

2.2. Апаратура

2.2.1. Флуориметър. Използва се спектрофлуориметър, снабден с лампа, даващ непрекъснат спектър при минимално напрежение. Оптималната дължина на вълната за възбуждане и емисия се определят предварително и зависят от използваното оборудване. Дължината на вълната за възбуждане е приблизително 350 nm, а тази на емисията 430 nm. Кювети с оптичен път 1 cm.

⁽¹⁾ Една от търговските марки е „Norite“.

▼ **B**

2.2.2. Шотов стъклен филтър с порьозност 3.

2.2.3. Епруветки (диаметър около 10 mm).

2.2.4. Бъркалки за епруветки.

2.3. **Начин на работа**

2.3.1. *Приготвяне на пробата с вино или мът*

Част от виното или мътта се поставя в мерителна колба с обем 100 ml и се разрежда до марката с 56 % разтвор на оцетна киселина (точка 2.1.4), за да се получи разтвор на L-аскорбинова киселина с концентрация между 0 и 60 mg/l. Съдържанието се хомогенизира, като се разбърква. Добавят се 2 g активен въглен (точка 2.1.6) и се оставя 15 минути, като се разбърква периодично. Филтрира се през филтърна хартия и първите няколко милилитра от филтрат се отстраняват.

В две градуирани колби с обем 100 ml се поставят 5 ml от филтрат и: в първата колба 5 ml смесен разтвор на борна киселина и натриев ацетат (точка 2.1.3) (контрола), а във втората — 5 ml от развора на натриев ацетат (точка 2.1.2) (проба). Оставя се 15 минути, като периодично се разбърква. Разрежда се с дестилирана вода до 100 ml.

Взимат се по 2 ml от съдържанието на всяка колба и се добавят 5 ml разтвор на ортофенилендиамин (точка 2.1.1), разбърква се. Оставя се за 30 минути, докато протече реакцията и разтворът потъмнее, след което се измерва спектрофлуориметрично.

2.3.2. *Построяване на калибровъчна крива*

В три мерителни колби с обем 100 ml се поставят съответно по 2,4 и 6 ml от развора на L-аскорбиновата киселина (точка 2.1.5). Разрежда се до 100 ml с разтвор на оцетна киселина (точка 2.1.4) и чрез разбъркване се хомогенизира. Референтните разтвори, приготвени по този начин, съдържат съответно по 2, 4 и 6 mg/100 ml L-аскорбинова киселина.

Добавят се 2 g активен въглен (точка 2.1.6) към всяка от колбите и се оставя за 15 минути, като съдържанието в тях се разбърква периодично. Филтрира се през обикновена филтърна хартия, като се отстраняват първите няколко милилитра от филтрат. Поставят се по 5 ml от всеки филтрат в три градуирани колби с обем 100 ml (първа серия). Операцията се повтаря, за да се получи втора серия, състояща се от три градуирани колби. Към всяка колба от първата серия (отговаряща на контролите) се прибавят по 5 ml смесен разтвор на борна киселина и натриев ацетат (точка 2.1.5), а към всяка колба от втората серия — 5 ml от развора на натриев ацетат (точка 2.1.2).

Оставят се в продължение на 15 минути, като се разбъркват периодично. Доливат се до 100 ml с дестилирана вода. Взимат се по 2 ml от съдържанието на всяка колба. Добавя се 5 ml разтвор на ортофенилендиамин (точка 2.1.1). Разбърква се. Реакцията протича за 30 минути, докато разтворът потъмнее, след което се измерва спектрофлуориметрично.

2.3.3. *Флуориметрично определяне*

За всеки разтвор, участващ в построяването на калибровъчната крива, както и за подлежащия на анализ разтвор нулата на измерващата скала се регулира със съответната контролна проба, след което се измерва интензитетът на флуорисценция за всички калибровъчни разтвори и на тест-пробата.

Построява се калибровъчна крива, която е права линия, пресичаща началото на координатната система. От нея се открива стойността по отношение на определянето. Концентрацията на L-аскорбинова киселина + дехидроаскорбинова киселина C в тест- развора се изважда.

2.3.4. *Изразяване на резултатите*

Концентрацията на L-аскорбинова и дехидроаскорбинова киселина във виното в милиграми на литър се изчислява по формулата: $C \times F$, където F е коефициентът на разреждане.

▼ M8

▼ B

24. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА pH

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Измерва се разликата в потенциала на двата електрода, потопени в анализираната течност. Единият електрод има потенциал, който е функция от pH на течността, докато другият има постоянен потенциал, който е известен, и служи като референтния електрод.

2. АПАРАТУРА

2.1. pH-метър със скала, калибрирана в pH единици, позволяващ провеждането на измервания с точност $\pm 0,05$.

2.2. Електроди

2.2.1. Стъклен електрод, съхраняван в дестилирана вода.

2.2.2. Наситен с каломел калиево-хлориден референтен електрод, съхраняван в наситен разтвор на калиев хлорид; или

2.2.3. Комбиниран електрод, съхраняван в дестилирана вода.

3. РЕАГЕНТИ

3.1. Буферни разтвори

3.1.1. Наситен разтвор на калиев хидроген тартарат, съдържащ най-малко 5,7 g/l калиев хидроген тартарат ($C_4H_5KO_6$), при температура 20 °C. (Разтворът може да съхранява в продължение на два месеца, ако се добави 0,1 g тимол на 200 ml.)

$$\text{pH} \left\{ \begin{array}{l} 3,57 \text{ при температура } 20 \text{ }^\circ\text{C}; \\ 3,56 \text{ при температура } 25 \text{ }^\circ\text{C}; \\ 3,55 \text{ при температура } 30 \text{ }^\circ\text{C}. \end{array} \right.$$

3.1.2. Разтвор на калиев хидроген фталат, 0,05 M, съдържащ 10,211 g/l калиев хидроген фталат ($C_8H_5KO_4$) на литър, при температура 20 °C. (Максимален срок на съхранение — два месеца.)

$$\text{pH} \left\{ \begin{array}{l} 3,999 \text{ при температура } 15 \text{ }^\circ\text{C} \\ 4,003 \text{ при температура } 20 \text{ }^\circ\text{C}; \\ 4,008 \text{ при температура } 25 \text{ }^\circ\text{C}; \\ 4,015 \text{ при температура } 30 \text{ }^\circ\text{C}. \end{array} \right.$$

3.1.3. Разтвор със съдържание на:

монокалиев фосфат (KH_2PO_4)	3,402 g
дикалиев фосфат (K_2HPO_4)	4,354 g
вода до	1 000 ml

(Максималният срок на съхранение на разтвора е два месеца.)

$$\text{pH} \left\{ \begin{array}{l} 6,90 \text{ при температура } 15 \text{ }^\circ\text{C}; \\ 6,88 \text{ при температура } 20 \text{ }^\circ\text{C}; \\ 6,86 \text{ при температура } 25 \text{ }^\circ\text{C}; \\ 6,85 \text{ при температура } 30 \text{ }^\circ\text{C}. \end{array} \right.$$

▼B

Забележка:

Могат да се използват и референтни буферни разтвори, предлагани в търговската мрежа.

4. НАЧИН НА РАБОТА**4.1. Приготвяне на пробата за анализ**

4.1.1. За гроздовата мъст и виното: работи се директно с мъстта или виното.

4.1.2. За ректифицираната концентрирана мъст: разрежда се с вода до получаването на концентрация от $25 \pm 0,5$ % (m/m) от общата захар (25° Brix).

Ако P е концентрацията (m/m) в проценти на общата захар в ректифицираната концентрирана мъст, измерва се маса, равна на:

$$\frac{2500}{P}$$

и се довежда до 100 g с вода. Използваната вода трябва да има проводимост, по-малка от 2 микросименса на сантиметър.

4.2. Нулиране на уреда

Нулирането се извършва преди всяко измерване съгласно инструкциите за работа с уреда.

4.3. Калибриране на рН-метъра

рН-метърът се калибрира при температура 20 °С, като се използва буферен разтвор с рН 6,88 и 3,57 при 20 °С.

За проверка калибрацията на скалата се използва буферен разтвор с рН 4,00 при температура 20 °С.

4.4. Определяне

Електродът се потапя в анализираната проба, чиято температура е между 20—25 °С и възможно най-близо до 20 °С. Стойността на рН се отчита директно от скалата.

Извършват се най-малко две определяния на една и съща проба.

Крайният резултат е средноаритметична стойност на две определяния.

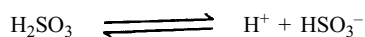
5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

рН на мъстта, виното или 25 % (m/m) (25° Brix) разтвор на ректифицирана концентрирана мъст се определя с точност до втория десетичен знак.

▼B**25. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА СЕРЕН ДИОКСИД****1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

Свободният серен диоксид е присъстващият в мътта или виното серен диоксид във вид на H_2SO_3 , HSO_3^-

равновесието между които е функция на рН и температурата:



H_2SO_3 представлява молекулният серен диоксид.

Общият серен диоксид е съвкупността от всичките форми на серен диоксид, намиращи се във виното, в свободно състояние или свързани с неговите съставки.

2. СВОБОДЕН И ОБЩ СЕРЕН ДИОКСИД**2.1. Принцип на методите****2.1.1. Референтен метод****2.1.1.1. За вино и гроздова мът**

Серният диоксид се пренася от поток на въздух или азот. Той се фиксира и или окислява чрез барботиране в разтвор на водороден пероксид. Образувалата се сярна киселина се определя чрез титруване със стандартен разтвор на натриев хидроксид. Свободният серен диоксид се извлича от виното при ниска температура (10 °C).

Общият серен диоксид във виното се извлича при висока температура (около 100 °C).

2.1.1.2. За ректифицирана концентрирана мът

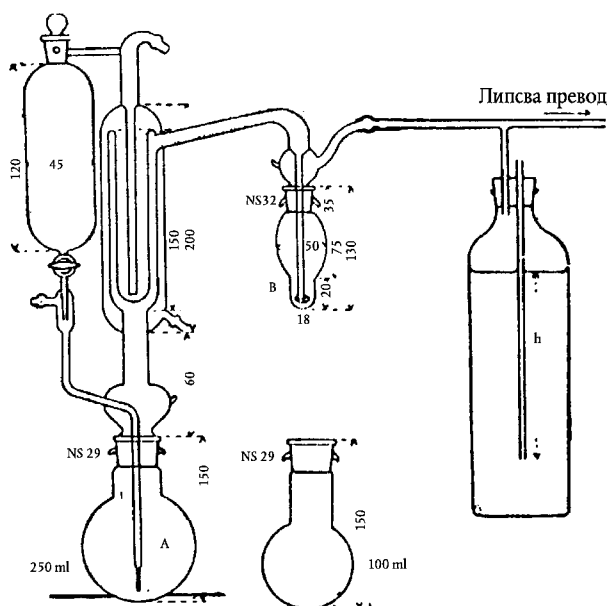
Общият серен диоксид се извлича от предварително разрежена ректифицирана концентрирана мът при висока температура (около 100 °C).

2.1.2. Бърз метод за определяне (вино и мът)

Свободният серен диоксид се определя директно чрез йодометрично титруване.

Свързаният серен диоксид се определя чрез йодометрично титруване след алкална хидролиза. Когато се добави към свободния серен диоксид, се получава общият серен диоксид.

2.2. Референтен метод**2.2.1. Апаратура****2.2.1.1. Използваният уред трябва да е в съответствие с показаната подолу схема и по-специално с изискванията за хладника.**

▼ B

Фигура 1

Размерите са в милиметри. Вътрешните диаметри на четирите концентрични сонди, образуващи хладника, са 45, 34, 27 и 10 mm.

Сондата за отвеждане на газ в барботьор „Б“ завършва с малка сфера с диаметър 1 cm и с 20 отвора с големина 0,2 mm около големия хоризонтален кръг. Като алтернатива на сондата може да се използва шотова плака, която дава възможност за образуването на много на брой малки мехурчета, като по този начин се осигурява добър контакт между течността и газовата фаза.

Дебитът на газа в апарата трябва да бъде около 40 l/h. Смукателното шише отдясно на фигурата е предназначено да ограничава намаленото налягането, породено от водната помпа, до 20—30 cm воден стълб. За да се регулира вакуумът до необходимата стойност, трябва да се инсталира дебитомер с капиларна тръба между барботьора и смукателното шише.

2.2.1.2. Микробюрета.

2.2.2. Реагенти

2.2.2.1. 85 % фосфорна киселина (H_3PO_4), $\rho_{20} = 1,71$ g/ml.

2.2.2.2. Разтвор на водороден пероксид (H_2O_2), 9,1 g/l (три обема).

2.2.2.3. Индикаторен реагент:

метил-червено	100 mg
метиленово синьо	50 mg
спирт, 50 % об	100 ml

2.2.2.4. Разтвор на натриев хидроксид (NaOH), 0,01M.

2.2.3. Начин на работа

2.2.3.1. Определяне на свободен серен диоксид

Виното се съхранява в пълна и затворена бутилка при температура 20 °C в продължение на два дни преди измерването.

В барботьор „Б“ се поставят 2 до 3 ml от развора на водороден пероксид (точка 2.2.2.2) и две капки от индикатора. Разтворът на водороден пероксид се неутрализира с 0,01 M разтвор на натриев хидроксид (точка 2.2.2.4). Барботьорът се свързва с апаратурата.

▼B

В колба „А“ с обем от 250 ml се поставят 50 ml от пробата и 15 ml фосфорна киселина (точка 2.2.2.1). Колбата се свързва с апарата.

Мехурчета въздух (или азот) се пропускат в апарата за 15 минути. Увлеченият серен диоксид се окислява до сярна киселина. Барботьор „Б“ се отстранява от уреда и получената киселина се титрува с 0,01 M разтвор на натриев хидроксид (точка 2.2.2.4). Използваният обем се означава с *n* ml.

2.2.3.2. Изразяване на резултатите

Освободеният серен диоксид се изразява в милиграми на литър с точност до най-близкото цяло число.

2.2.3.2.1. Изчисление

Свободният серен диоксид в милиграми на литър е 6,4 *n*.

2.2.3.3. Определяне на общ серен диоксид

2.2.3.3.1. За ректифицираната концентрирана мъст се използва проба, получена от разреждането на пробата за анализ до 40 % (m/v) разтвор съгласно методиката, описана в глава „Определяне на обща киселинност“, точка 5.1.2. В облодънна колба „А“ с обем 250 ml се прехвърлят 50 ml от този разтвор, както и 5 ml фосфорна киселина (точка 2.2.2.1). Колбата се свързва с апарата.

2.2.3.3.2. Вино и мъст

Ако изчислената концентрация в пробата е по-малка или равна на 50 mg/l общ серен диоксид, в колба „А“ се поставят 50 ml от пробата и 15 ml от фосфорната киселина (точка 2.2.2.1). Колбата се свързва с апарата.

До ► **M5** 31 август 1996 г. ◀ най-късно за анализа на серен диоксид в гроздовия сок ще се използват 5 ml 25 % разтвор (m/v) на фосфорна киселина.

Ако изчислената концентрация в пробата е по-голяма или равна на 50 mg/l от общия серен диоксид, в колба „А“ с обем 100 ml се поставят 20 ml от пробата и 5 ml фосфорна киселина (точка 2.2.2.1). Колбата и апаратът се свързват.

В барботьор „Б“ се поставят 2—3 ml от разтвора на водороден пероксид (точка 2.2.2.2), който се неутрализира по гореописания начин. Виното се налива в колба „А“ и се загрява до кипене, като за целта се използва малък пламък с височина 4-5 cm, насочен пряко към дъното на колбата. Използва се не метална плоча, а диск с отвор с диаметър приблизително от 30 mm. Това се прави, за да се избегне прегряването на екстрахираните от виното вещества, които се отлагат по стените на колбата.

Кипенето се поддържа, докато се подава въздушна (или азотна) струя. Цялото количество серен диоксид се пренася и окислява за около 15 минути. Образувалата се сярна киселина се определя чрез титруване с 0,01 M разтвор на натриев хидроксид.

Използваният обем се означава с *n* ml.

2.2.3.4. Изразяване на резултатите

Мъст и вино: общото количество серен диоксид се изразява в милиграми на литър (mg/l).

Ректифицирана концентрирана мъст: общият серен диоксид се изразява в милиграми на килограм обща захар.

2.2.3.4.1. Изчисление

Вино

Общ серен диоксид в милиграми на литър:

— проби с ниско съдържание на серен диоксид (тест-проба от 50 ml) — 6,4 *n*;

▼B

— други проби (тест-проба от 20 ml) — 16 п.

Ректифицирана концентрирана мъст:

Общият серен диоксид в милиграми на килограм обща захар (приготвена тест-проба от 50 ml, точка 2.2.3.3.1) се изчислява по формулата:

$$\frac{1600 \times n}{P}$$

където

P = концентрация в проценти (m/m) на обща захар.

2.2.3.4.2. Повторяемост (*r*)

съдържание < 50 mg/l (за проба от 50 ml): $r = 1$ mg/l.

съдържание > 50 mg/l (за проба от 20 ml): $r = 6$ mg/l.

2.2.3.4.3. Възпроизводимост (*R*)

съдържание < 50 mg/l (за проба от 50 ml): $R = 9$ mg/l.

съдържание > 50 mg/l (за проба от 20 ml): $R = 15$ mg/l.

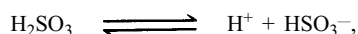
▼M8**▼B**

3. МОЛЕКУЛЕН СЕРЕН ДИОКСИД

3.1. Принцип на метода

Процентното съдържание на молекулен серен диоксид (H₂SO₃) в свободния серен диоксид се изчислява като функция на рН, алкохолното съдържание и температурата.

За дадена температура и алкохолно съдържание:



$$[\text{H}_2\text{SO}_3] = \frac{L}{10^{(\text{pH}-\text{p}K_M) + 1}} \quad (1)$$

със

$$\text{p} K_M = \text{p}K_T \frac{A2I}{I + B2I}$$

$$L = [\text{H}_2\text{SO}_3] + [\text{HSO}_3^-]$$

където

I = йонна сила;

A и B = коефициенти, вариращи с промяна на температурата и алкохолното съдържание;

K_T = константа на термодинамична дисоциация: стойностите на pK_T за различните температури и алкохолно съдържание са дадени в таблица 1;

K_M = константа на смесена дисоциация.

При дадена средна стойност на йонната сила I от 0,038 таблица 2 представя стойностите на pK_M за различните температури и алкохолно съдържание.

Съдържанието на молекулен серен диоксид, изчислено с помощта на израз (1) от горните формули, е дадено в таблица 3 при различни стойности на рН, температурата и алкохолното съдържание.

▼В

3.2. Изчисление

При известни стойности за рН на виното и алкохолното му съдържание съдържанието на молекулен серен диоксид в проценти (X%) за температура T °C е дадено в таблица 3.

Съдържанието на молекулен серен диоксид в mg/l е:

$$X \times C,$$

където

C = съдържание на свободен серен диоксид в mg/l.

ТАБЛИЦА 1

Стойности на константата на термодинамична дисоциация pK_T

Алкохолно съдържание (об. %)	Температура (°C)				
	20	25	30	35	40
0	1,798	2,000	2,219	2,334	2,493
5	1,897	2,098	2,299	2,397	2,527
10	1,997	2,198	2,394	2,488	2,606
15	2,099	2,301	2,503	2,607	2,728
20	2,203	2,406	2,628	2,754	2,895

ТАБЛИЦА 2

Стойности на константата на смесена дисоциация pK_M ($I = 0,038$)

Алкохолно съдържание (об. %)	Температура (°C)				
	20	25	30	35	40
0	1,723	1,925	2,143	2,257	2,416
5	1,819	2,020	2,220	2,317	2,446
10	1,916	2,116	2,311	2,405	2,522
15	2,014	2,216	2,417	2,520	2,640
20	2,114	2,317	2,538	2,663	2,803

ТАБЛИЦА 3

Съдържание на молекулен серен диоксид като процент от свободния серен диоксид

Молекулен SO ₂ /свободен SO ₂ (%)	$T = 20$ °C			$I = 0,038$	
	Алкохолно съдържание (%)				
рН	0	5	10	15	20
2,8	7,73	9,46	11,55	14,07	17,09
2,9	6,24	7,66	9,40	11,51	14,07
3,0	5,02	6,18	7,61	9,36	11,51
3,1	4,03	4,98	6,14	7,58	9,36
3,2	3,22	3,99	4,94	6,12	7,58
3,3	2,58	3,20	3,98	4,92	6,12
3,4	2,06	2,56	3,18	3,95	4,92
3,5	1,64	2,04	2,54	3,16	3,95
3,6	1,31	1,63	2,03	2,53	3,16
3,7	1,04	1,30	1,62	2,02	2,53
3,8	0,83	1,03	1,29	1,61	2,02
$T = 25$ °C					
2,8	11,47	14,23	17,15	20,67	24,75
2,9	9,58	11,65	14,12	17,15	22,71
3,0	7,76	9,48	11,55	14,12	17,18
3,1	-6,27	7,68	9,40	11,55	14,15

▼B

Молекулен SO ₂ /свободен SO ₂ (%)		T = 20 °C			I = 0,038	
pH	Алкохолно съдържание (%)					
	0	5	10	15	20	
3,2	5,04	6,20	7,61	9,40	11,58	
3,3	4,05	4,99	6,14	7,61	9,42	
3,4	3,24	4,00	4,94	6,14	7,63	
3,5	2,60	3,20	3,97	4,94	6,16	
3,6	2,07	2,56	3,18	3,97	4,55	
3,7	1,65	2,05	2,54	3,18	3,98	
3,8	1,32	1,63	2,03	2,54	3,18	
T = 30 °C						
2,8	18,05	20,83	24,49	29,28	35,36	
2,9	14,89	17,28	20,48	24,75	30,29	
3,0	12,20	14,23	16,98	20,71	25,66	
3,1	9,94	11,65	13,98	17,18	21,52	
3,2	8,06	9,48	11,44	14,15	17,88	
3,3	6,51	7,68	9,30	11,58	14,75	
3,4	5,24	6,20	7,53	9,42	12,08	
3,5	4,21	4,99	6,08	7,63	9,84	
3,6	3,37	4,00	4,89	6,16	7,98	
3,7	2,69	3,21	3,92	4,95	6,44	
3,8	2,16	2,56	3,14	3,98	5,19	
T = 35 °C						
2,8	22,27	24,75	28,71	34,42	42,18	
2,9	18,53	20,71	24,24	29,42	36,69	
3,0	15,31	17,18	20,26	24,88	31,52	
3,1	12,55	14,15	16,79	20,83	26,77	
3,2	10,24	11,58	13,82	17,28	22,51	
3,3	8,31	9,42	11,30	14,23	18,74	
3,4	6,71	7,63	9,19	11,65	15,49	
3,5	5,44	6,16	7,44	9,48	12,71	
3,6	4,34	4,95	6,00	7,68	10,36	
3,7	3,48	3,98	4,88	6,20	8,41	
3,8	2,78	3,18	3,87	4,99	6,80	
T = 40 °C						
2,8	29,23	30,68	34,52	40,89	50,14	
2,9	24,70	26,01	29,52	35,47	44,74	
3,0	20,67	21,83	24,96	30,39	38,85	
3,1	17,15	18,16	20,90	25,75	33,54	
3,2	14,12	14,98	17,35	21,60	28,62	
3,3	11,55	12,28	14,29	17,96	24,15	
3,4	9,40	10,00	11,70	14,81	20,19	
3,5	7,61	8,11	9,52	12,13	16,73	
3,6	6,14	6,56	7,71	9,88	13,77	
3,7	4,94	5,28	6,22	8,01	11,25	
3,8	3,97	4,24	5,01	6,47	9,15	



26. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА НАТРИЙ

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА
 - 1.1. **Референтен метод: атомно-абсорбционна спектрофотометрия**

Съдържанието на натрий се измерва директно от виното с атомно-абсорбционна спектрофотометрия след добавяне на специален буфер от цезиев хлорид за подтискане на натриевата йонизация.
 - 1.2. **Обичаен метод: пламъкова фотометрия**

Натрият се измерва директно в разредено вино (най-малко в съотношение 1:10) чрез пламъкова фотометрия.
2. РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД
 - 2.1. **Реагенти**
 - 2.1.1. *Разтвор, съдържащ 1 g натрий на литър*

Използва се стандартен разтвор, предлаган в търговската мрежа, съдържащ един грам натрий на литър. Той се приготвя, като се разтворят 2,542 g безводен натриев хлорид (NaCl) в дестилирана вода и се допълни обемът до един литър.

Разтворът се съхранява в полиетиленова бутилка.
 - 2.1.2. *Разтвор матрица (модел):*

лимонена киселина ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)	3,5 g
захароза ($C_{12}H_{22}O_{11}$)	1,5 g
глицерин ($C_3H_8O_3$)	5,0 g
безводен калциев хлорид ($CaCl_2$)	50 mg
безводен магнезиев хлорид ($MgCl_2$)	50 mg
100 % спирт (C_2H_5OH)	50 ml
дейонизирана вода до	500 ml
 - 2.1.3. *Разтвор на цезиев хлорид, съдържащ 5 % цезий*

Разтварят се 6,330 g цезиев хлорид (CsCl) в 100 ml дестилирана вода.
 - 2.2. **Апаратура**
 - 2.2.1. Атомно-абсорбционен спектрофотометър, снабден с горелка въздух — ацетилен.
 - 2.2.2. Лампа с кух катод за определяне на натрий.
 - 2.3. **Начин на работа**
 - 2.3.1. *Приготвяне на пробата*

В мерителна колба от 50 ml се отмерват с пипета 2,5 ml вино, добавя се един милилитър от разтвора на цезиев хлорид (точка 2.1.3.) и се допълва до марката с дестилирана вода.
 - 2.3.2. *Калибриране*

Във всяка от набор мерителни колби с обем 100 ml се поставят се по 5,0 ml от разтвора-матрица и се добавят съответно по 0, 2,5, 5,0, 7,5 и 10 ml от разтвор на натрий с концентрация един грам на литър (точка 2.1.1.), предварително разреден в съотношение 1:100. Към всяка колба се добавят по 2 ml от разтвора на цезиев хлорид (точка 2.1.3.). Съдържанието им се долива до 100 ml с дестилирана вода.

Така приготвените стандартни разтвори съдържат съответно 0, 0,25, 0,50, 0,75 и 1,00 милиграма натрий на литър и един грам

▼ B

цезий на литър. Разтворите се съхраняват в полиетиленови бутилки.

2.3.3. *Определяне*

Дължината на вълната се настройва на 589,0 nm. Скалата, отчитаща абсорбцията, се нулира, като се използва разтвор-модел, съдържащ един грам цезий на литър (точка 2.3.2.). Разреденото вино се впръсква директно в горелката на спектрофотометъра, следвано от серия впръсквания на стандартните разтвори (точка 2.3.2.). Отчитат се стойностите на абсорбция. Всяко измерване се провежда два пъти.

2.4. **Изразяване на резултатите**2.4.1. *Метод на изчисление*

Построява се графика със стойностите на абсорбция като функция от концентрацията на натрий в стандартните разтвори.

На нея се нанася абсорбцията, получена за разреденото вино, и се определя концентрацията на натрий C в него.

Концентрацията на натрий във виното, изразена в милиграми на литър, е равна на $20 C$ с точност до най-близкото цяло число.

2.4.2. *Повторяемост (r)*

$$r = 1 + 0,024 x_i \text{ mg/l.}$$

x_i = концентрация на натрий в пробата в mg/l.

2.4.3. *Възпроизводимост (R)*

$$R = 2,5 + 0,05 x_i \text{ mg/l.}$$

x_i = концентрация на натрий в пробата в mg/l.

▼ M8

▼B

27. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА КАЛИЙ

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДИТЕ

1.1. Референтен метод

Съдържанието на калий се измерва директно от разреденото вино въз основа на атомно-абсорбционна спектрофотометрия след добавяне на специален буфер, цезиев хлорид, предотвратяващ йонизацията на калий.

1.2. Обичаен метод

Наличието на калий се установява директно от разреденото вино чрез пламъкова фотометрия.

2. РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД

2.1. Реагенти

2.1.1. *Разтвор, съдържащ един грам калий на литър*

Използва се стандартен разтвор, съдържащ един грам калий на литър, предлаган в търговската мрежа. Разтворът може да се приготви, като 4,813 g кисел калиев тартарат ($C_4H_5KO_6$) се разтворят в дестилирана вода и обемът се доведе до 1 литър.

2.1.2. *Матричен разтвор (образец):*

лимонена киселина ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)	3,5 g
захароза ($C_{12}H_{22}O_{11}$)	1,5 g
глицерин ($C_3H_8O_3$)	5,0 g
безводен калциев хлорид ($CaCl_2$)	50 mg
безводен магнезиев хлорид ($MgCl_2$)	50 mg
алкохол, 100 % (C_2H_5OH)	50 ml
вода до	500 ml

2.1.3. *Разтвор на цезиев хлорид, съдържащ 5 % цезий*

Разтварят се 6,33 g цезиев хлорид ($CsCl$) в 100 ml дестилирана вода.

2.2. Апаратура

2.2.1. Атомно-абсорбционен спектрофотометър, снабден с горелка въздух — ацетилен.

2.2.2. Лампа с кух катод за определяне на калий.

2.3. Начин на работа

2.3.1. *Приготвяне на пробата*

В мерителна колба от 50 ml се отмерват 2,5 ml от предварително разреденото в съотношение 1:10 вино. Добавя един милилитър от разтвора на цезиев хлорид (точка 2.1.3.) и се долива до марката с дестилирана вода.

2.3.2. *Калибриране*

В комплект мерителни колби с обем 100 ml се поставят по 5,0 ml от разтвора-образец (точка 2.1.2.). Добавят се съответно по 0, 2,0, 4,0, 6,0 и 8,0 ml от калиевия разтвор (1 g/l) (точка 2.1.1.), предварително разреден в съотношение 1:100. Във всяка колба се поставят по 2 ml от разтвора на цезиев хлорид (точка 2.1.3.) и с дестилирана вода съдържанието се допълва до 100 ml.

Така приготвените стандартни разтвори съдържат съответно по 0, 2, 4, 6 и 8 милиграма калий на литър и един грам цезий на литър. Разтворите се съхраняват в полиетиленови бутилки.

▼ В2.3.3. *Определяне*

Дължината на вълната се настройва на 769,9 nm. Скалата, отчитаща абсорбцията, се нулира, като се използва разтвор-образец, съдържащ един грам цезий на литър (точка 2.3.2.). Директно в горелката на спектрофотометъра се впръсква разреденото вино (точка 2.3.1.), последвано от серия впръсквания със стандартните разтвори (точка 2.3.2.). Отчитат се показанията за абсорбцията. Всяко определяне се извършва два пъти.

2.4. **Изразяване на резултатите**2.4.1. *Метод на изчисление*

Построява се графиката с измененията в абсорбцията като функция от концентрацията на калий в стандартните разтвори.

Върху графиката се нанася средната стойност на абсорбцията, получена за пробата с разрежено вино, и се определя концентрацията на калий C в него в милиграми на литър.

Концентрацията на калий, изразена в милиграми на литър вино с точност до най-близкото цяло число, е равна на $F \times C$, където F е факторът на разреждане (в този случай 200).

2.4.2. *Повторяемост (r)*

$$r = 35 \text{ mg/l.}$$

2.4.3. *Възпроизводимост (R)*

$$R = 66 \text{ mg/l.}$$

2.4.4. *Други начини за изразяване на резултатите*

В милиеквиваленти на литър: $0,0256 \times F \times C$.

В милиграми на литър кисел калиев тартарат: $4,813 \times F \times C$.

▼ М8

▼ B**28. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА МАГНЕЗИЙ**

1. **ПРИНЦИП НА МЕТОДА**

Съдържанието на магнезий се определя директно от виното след подходящо разреждане чрез атомно-абсорбционна спектрофотометрия.
2. **РЕАГЕНТИ**
 - 2.1. **Концентриран стандартен разтвор, съдържащ един грам магнезий на литър**

Използва се стандартен магнезиев разтвор (1 g/l), предлаган в търговската мрежа. Разтворът може също така да се приготви, като се разтворят 8,3646 g магнезиев хлорид ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) в дестилирана вода и обемът се доведе до 1 литър.
 - 2.2. **Разреден стандартен разтвор, съдържащ 5 mg магнезий на литър.**

Забележка: Стандартните разтвори на магнезий се съхраняват в полиетиленови бутилки.
3. **АПАРАТУРА**
 - 3.1. Атомно-абсорбционен спектрофотометър с горелка въздух-ацетилен.
 - 3.2. Лампа с кух катод за определяне на магнезий.
4. **НАЧИН НА РАБОТА**
 - 4.1. **Приготвяне на пробата**

Виното се разрежда с бидестилирана вода в съотношение 1:100.
 - 4.2. **Калибриране**

В набор от мерителни колби с обем 100 ml се сипват съответно по 5, 10, 15 и 20 ml от разредения стандартен разтвор на магнезий (точка 2.2.). Съдържанието се допълват до 100 ml с дестилирана вода. Така приготвените стандартни разтвори съдържат съответно 0,25, 0,50, 0,75 и 1,0 mg магнезий на литър. Съхраняват в полиетиленови бутилки.
 - 4.3. **Определяне**

Дължината на вълната се наглася на 285 nm. Скалата за отчитане на абсорбцията се нулира, като се използва дестилирана вода. Разреденото вино се впръсква директно в горелката на спектрофотометъра, последвано от серия впръсквания със стандартните разтвори (точка 4.2.).

Отчитат се показанията на уреда за абсорбция. Всяко измерване се извършва два пъти.
5. **ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ**
 - 5.1. **Метод на изчисление**

Графиката с измененията в стойностите на абсорбцията се построява като функция от концентрацията на магнезий в стандартните разтвори. Върху нея се нанася средната стойност на абсорбцията, получена за пробата с разрежено вино, и се определя концентрацията на магнезий в него C в mg/l.

Концентрацията на магнезий във виното, изразена в милиграми на литър с точност до най-близкото цяло число, е равна на 100 C .

▼B

5.2. **Повторяемост (*r*)**

$r = 3 \text{ mg/l.}$

5.3. **Възпроизводимост (*R*)**

$R = 8 \text{ mg/l.}$



29. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА КАЛЦИЙ

1. **ПРИНЦИП НА МЕТОДА**

Съдържанието на калций се определя директно от разреденото в съответното съотношение вино чрез атомно-абсорбционна спектрофотометрия след добавяне на буфер, подтискащ йонизацията на веществото.
2. **РЕАГЕНТИ**
 - 2.1. **Стандартен разтвор, съдържащ един грам калций на литър**

Използва се стандартен разтвор на калций (1 g/l), предлаган в търговската мрежа. Разтворът може да се приготви и в лабораторни условия, като се поставят 2,5 g калциев карбонат (CaCO_3) в достатъчно количество HCl, 1:10 (v/v), до пълното му разтваряне и полученото съдържание се доведе до един литър с дестилирана вода.
 - 2.2. **Разреден разтвор, съдържащ 50 mg калций на литър**

Забележка: Стандартните разтвори на калций се съхраняват в полиетиленови бутилки.
 - 2.3. **Разтвор на лантанов хлорид, съдържащ 50 g лантан на литър**

Разтварят се 13,369 g лантанов хлорид ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) в дестилирана вода. Добавя се 1 ml солна киселина (HCl), разредена в съотношение 1:10 (v/v) и се допълва до 100 ml.
3. **АПАРАТУРА**
 - 3.1. Атомно-абсорбционен спектрофотометър с горелка въздух-ацетилен
 - 3.2. Лампа с кух катод за определяне на калций.
4. **НАЧИН НА РАБОТА**
 - 4.1. **Приготвяне на пробата**

В мерителна колба с обем 20 ml се поставят един ml вино и два ml разтвор на лантанов хлорид (точка 2.3). Колбата се допълва до марката с дестилирана вода. Виното, разредено в съотношение 1:20, съдържа 5 g лантан на литър.

Забележка: За сладките вина концентрацията от 5 g лантан на литър е достатъчна, при условие че разреждането не е намалило съдържанието на захар под границата от 2,5 g/l. При вината с високо съдържание на захар концентрацията на лантан се увеличава до 10 g/l.
 - 4.2. **Калибриране**

В набор от мерителни колби с обем 100 ml се поставят съответно по 0, 5, 10, 15 и 20 ml от разредения стандартен разтвор на калций (точка 2.2.). Във всяка от тях се добавят по 10 ml разтвор на лантанов хлорид (точка 2.3.) и с дестилирана вода се допълват до 100 ml. Така приготвените разтвори съдържат съответно 0, 2,5, 5,0, 7,5 и 10 mg калций на литър и по 5 g лантан на литър. Тези разтвори се съхраняват в полиетиленови бутилки.
 - 4.3. **Определяне**

Дължината на вълната се настройва на 422,7 nm. Скалата за отчитане на абсорбцията се нулира, като се използва разтвор, съдържащ 5 g лантан на литър (точка 4.2.). Разреденото вино се впръсква директно в горелката на спектрофотометъра, последвано от серия впръсквания с петте стандартни разтвора (точка 4.2.).

▼B

Отчитат се стойностите на абсорбция. Всяко измерване се извършва два пъти.

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ**5.1. Метод на изчисление**

Графиката с измененията на абсорбцията се построява като функция от концентрацията на калций в стандартните разтвори.

На графиката се отчита средната стойност на абсорбцията, получена за пробата с разредено вино, и се определя концентрацията на калций C в него. Концентрацията на калций в милиграми на литър вино с точност до най-близкото цяло число е равна на $20 C$.

5.2. Повторяемост (r)

Концентрация < 60 mg/l: $r = 2,7$ mg/l.

Концентрация > 60 mg/l: $r = 4$ mg/l.

5.3. Възпроизводимост (R)

$R = 0,114x_i - 0,5$.

x_i = концентрация в пробата (mg/l).



30. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЖЕЛЯЗО

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД

След разреждане на виното в подходящото съотношение и отстраняване на алкохола съдържанието на желязо се определя директно чрез атомно-абсорбционна спектрофотометрия.

ОБИКНОВЕН МЕТОД

След минерализиране на виното с 30 % разтвор на водороден пероксид желязото, което се намира под форма на тривалентно Fe (III), преминава в двувалентно Fe (II) и се определя въз основа на оцветяването, получено при взаимодействието му с ортофенантролин.

2. РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД

2.1. Реагенти

2.1.1. Концентриран стандартен разтвор на желязо, съдържащ един грам Fe (III) на литър.

Използва се стандартен разтвор (1 g/l), предлаган в търговската мрежа. Разтворът може да приготви и в лабораторни условия, като се разтворят 8,6341 g фероамониев сулфат $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ в дестилирана вода, леко подкисиселена с 1M солна киселина. Полученият обем се довежда до един литър.

2.1.2. Разреден стандартен разтвор на желязо с концентрация 100 mg/l.

2.2. Апаратура

2.2.1. Ротационен изпарител с водна баня с термостатично регулиране.

2.2.2. Атомно-абсорбционен спектрофотометър с горелка въздух — ацетилен.

2.2.3. Лампа с кух катод за определяне на желязо.

2.3. Начин на работа

2.3.1. Приготвяне на пробата

Алкохолът от виното се отстранява, като се намали съдържанието на пробата до половината от първоначалния ѝ обем с ротационен изпарител (50—60 °C). Допълва се до първоначалния ѝ обем с дестилирана вода.

Ако е необходимо, пробата се разрежда преди определянето.

2.3.2. Калибриране

В набор от мерителни колби с обем 100 ml се поставят съответно по 1, 2, 3, 4 и 5 ml от разтвора, съдържащ 100 mg желязо на литър (точка 2.1.2.). Съдържанието се допълва до 100 ml с дестилирана вода. Така приготвените разтвори съдържат съответно 1, 2, 3, 4 и 5 mg желязо на литър.

Тези разтвори се съхраняват в полиетиленови бутилки.

2.3.3. Определяне

Дължината на вълната се настройва на 248,3 nm. Скалата за отчитане на абсорбцията се нулира, като се използва дестилирана вода. Разредената проба се впръсква директно в горелката на спектрофотометъра, последвана от серия впръсквания с петте стандартни разтвора (точка 2.3.2.). Отчитат се стойностите на абсорбция. Всяко определяне се извършва два пъти.

▼ B2.4. **Изразяване на резултатите**2.4.1. *Метод на изчисление*

Графиката с измененията на абсорбцията се построява като функция от съдържанието на желязо в стандартните разтвори. На нея се нанася средната стойност на абсорбцията, получена за пробата с разрежено вино, и се определя съдържанието на желязо C в него.

Съдържанието на желязо в милиграми на литър вино с точност до първия десетичен знак е равна на $F.C$, където F е факторът на разреждане.

▼ M8



31. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА МЕД

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА
Методът се основава на атомно-абсорбционна спектрофотометрия.
2. АПАРАТУРА
 - 2.1. Платинен тигел.
 - 2.2. Атомно-абсорбционен спектрофотометър.
 - 2.3. Лампа с кух катод за определяне на мед.
 - 2.4. Захранване с газ: въздух—ацетилен или азотен окис—ацетилен.
3. РЕАГЕНТИ
 - 3.1. Мед (метал).
 - 3.2. Азотна киселина (HNO₃), концентрация 65 %, ρ₂₀ = 1,38 g/ml.
 - 3.3. Разрежена азотна киселина, 1:2 (v/v).
 - 3.4. **Разтвор на мед в концентрация 1 g/l.**
Използва се стандартен фирмен разтвор на мед. Такъв разтвор може да се приготви, като се отмери един грам мед (чист метал) и се прехвърли без загуба в мерителна колба от 1 000 ml. Добавя се разрежена азотна киселина в съотношение 1:2 (v/v) (точка 3.3) в количество, достатъчно да разтвори метала. Добавят се 10 ml от концентрираната азотна киселина (точка 3.2) и с бидестилирана вода колбата се допълва до марката.
 - 3.5. **Разтвор, съдържащ мед в концентрация 100 mg/l.**
В мерителна колба с обем 100 ml се поставят 10 ml от разтвора, приготвен според точка 3.4, и с бидестилирана вода колбата се допълва до пълния ѝ обем.
4. НАЧИН НА РАБОТА
 - 4.1. **Приготвяне на пробата и определяне съдържанието на мед**
При необходимост се приготвя подходящо разреден разтвор с бидестилирана вода.
 - 4.2. **Калибриране**
В набор от мерителни колби с обем 100 ml се отмерват съответно по 0,5, 1,0 и 2,0 ml от разтвора по точка 3.5. (100 mg/l мед) и обемът им се допълва до 100 ml с бидестилирана вода. Така приготвените разтвори съдържат съответно по 0,5, 1,0 и 2,0 mg мед на литър.
 - 4.3. Абсорбцията се измерва при 324,8 nm. Скалата се нулира с бидестилирана вода. Абсорбцията на стандартните разтвори, приготвени съгласно методиката в точка 4.2, се измерва директно в последователност. Всяко измерване се извършва два пъти.
5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ
 - 5.1. **Метод на изчисление**
Графиката с измененията на абсорбцията се построява като функция от концентрацията на мед в стандартните разтвори.
Като се използва измерената абсорбция на пробите, върху калибровъчната крива се отчита концентрацията *C* в милиграми на литър (mg/l).
Ако *F* е факторът на разреждане, съдържанието на мед в милиграми на литър се изчислява по формулата: $F \times C$. Резултатите се изразяват с точност до втория десетичен знак.

▼ B

Забележки:

- а) Разтворите за построяване на калибровъчната крива и разрежданията на пробата се избират в съответствие с чувствителността на използвания апарат и концентрацията на мед в пробата.
- б) Когато за тест-пробата се очакват много ниски концентрации на мед, се процедира, както следва: в платинен тигел се поставят 100 ml от пробата. Течността се изпарява на водна баня при 100 °C, докато придобие гъстота на сироп. Капка по капка се добавят 2,5 ml концентрирана азотна киселина (точка 3.2.), докато дъното на тигела се покрие изцяло. Утайката се изгаря внимателно до пепел на електрически котлон или слаб пламък, след което тигелът се оставя в муфелна пещ, загрята до 500 °C ± 25 °C, в продължение приблизително на един час. След като бъде охладена, пепелта се овлажнява с един милилитър концентрирана азотна киселина (точка 3.2.), докато се раздробява със стъклена пръчка. Сместа се оставя да се изпари и отново се изгаря до пепел, както преди. Тигелът се поставя отново в муфелната пещ за 15 минути. Третирането с азотна киселина се повтаря най-малко три пъти. Пепелта се разтваря, като в съда се добави един милилитър концентрирана азотна киселина (точка 3.2.) и 2 ml бидестилирана вода. Прехвърля се в колба от 10 ml. Тигелът се измива три пъти, като всеки път се използват по 2 ml бидестилирана вода. Накрая обемът на колбата се допълва с бидестилирана вода.



32. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА КАДМИЙ

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Съдържанието на кадмий се определя директно от виното чрез безламъкова атомно-абсорбционна спектрофотометрия

2. АПАРАТУРА

Преди употреба лабораторната стъклария се измива в концентрирана азотно киселина, загрята до 70—80 °С, след което се изплаква с двойно дестилирана вода.

2.1. Атомно-абсорбционен спектрофотометър, оборудван с графитна пещ и мултипотенциометър, и с възможност за корекция на фона.

2.2. Лампа с кух катод за определяне на кадмий.

2.3. Микропипети от 5 µl, със специални накрайници за атомно-абсорбционни измервания.

3. РЕАГЕНТИ

Използваната вода трябва да бъде двойно дестилирана в боросиликатен стъклен апарат или да се използва вода с еквивалентна чистота. Всички реагенти трябва да бъдат химически чисти за анализ и да не съдържат кадмий.

3.1. Фосфорна киселина, 85 %, ($\rho_{20} = 1,71 \text{ g/ml}$).

3.2. Разтвор на фосфорна киселина, получен от разреждането на 8 ml фосфорна киселина с вода до 100 ml.

3.3. 0,02 M разтвор на двувалентна натриева сол на етилен диамин тетраоцетната киселина (EDTA).

3.4. Буферен разтвор с pH 9: в мерителна колба от 100 ml се разтварят 5,4 g амониев хлорид в няколко милилитра вода. Добавят се 35 ml разтвор на амониев хидроксид ($\rho_{20} = 0,92 \text{ g/ml}$), разреден до 25 % (v/v), и се допълва с вода до 100 ml.

3.5. Черно ерихромно Т: 1 % (m/m) твърда смес от натриев хлорид.

3.6. Кадмиев сулфат ($\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$).

Титърът на разтвора от кадмиев сулфат се проверява въз основа на следния метод:

В цилиндричен съд с малко вода се отмерват точно 102,6 mg от пробата с кадмиев сулфат. Съдът се разклаща, докато съдържанието му се разтвори. Добавят се 5 ml от буферния разтвор с pH 9 и приблизително 20 mg от черно ерихром Т. Титрува се с разтвора на EDTA до оцветяване на индикатора в синьо.

Обемът на добавената EDTA е 20 ml. Ако има малка разлика в обема, премерената доза кадмиев сулфат за тестване, използвана за приготвянето на еталонния разтвор, се коригира в съответствие с нея.

3.7. Еталонен разтвор на кадмий с концентрация един грам на литър.

Използва се стандартен разтвор, предлаган в търговската мрежа. Той може да се приготви, като 2,2820 g кадмиев сулфат се разтварят във вода и полученият обем се допълни до един литър. Съхранява в бутилка от боросиликатно стъкло с шлифована стъклена запушалка.

4. НАЧИН НА РАБОТА

4.1. Приготвяне на пробата

Виното се разрежда в съотношение 1:2 (v/v) с разтвор на фосфорна киселина.

▼ B**4.2. Подготовка за калиброване на разтворите**

Еталонният разтвор на кадмий се използва за приготвянето на серия от разредени разтвори с титър, съответно 2,5; 5; 10 и 15 µg кадмий на литър.

4.3. Определяне**4.3.1. Програмиране на пещта (представената по-долу информация е само ориентировъчна)**

Изсушаване при температура 100 °C в продължение на 30 секунди.

Минерализация при температура 900 °C в продължение на 20 секунди.

Атомизация при температура 2 250 °C в продължение на 2 до 3 секунди.

Дебит на азота (продухващ газ): 6 литра в минута (l/min).

Забележка: В края на процедурата температурата се увеличава до 2 700 °C, за да почисти пещта.

4.3.2. Измервания с атомна абсорбция

Избира се дължина на вълната от 228,8 nm. Скалата за отчитане на абсорбцията се нулира с бидестилирана вода. С помощта на микропипета в пещта се поставят на три порции по 5 µl от всеки разтвор от калибровъчния обхват и от тест-пробата на разтвора. След всяко отпипетиране се отчита измерената абсорбция. Тя се изчислява като средна стойност на резултатите от трите измервания.

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ**5.1. Метод на изчисление**

Кривата с измененията в абсорбцията се построява като функция от концентрацията на кадмий в разтворите от калибрационния обхват. Промените следват линейна зависимост. Средната стойност на абсорбцията, получена за тест-разтвора, се отбелязва върху кривата и се отчита съответната концентрация на кадмий *C*. Концентрацията на кадмий във виното, изразена в микрограма на литър, е:

2C

▼B**33. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА СРЕБРО**

1. **ПРИНЦИП НА МЕТОДА**

Методът се основава на атомно-абсорбционна спектрофотометрия след минерализиране на пробата.
2. **АПАРАТУРА**
 - 2.1. Платинен тигел.
 - 2.2. Водна баня с термостатичен регулатор до 100 °C.
 - 2.3. Пещ с контролирана температура от 500 °C до 525 °C.
 - 2.4. Атомно-абсорбционен спектрофотометър.
 - 2.5. Лампа с кух катод за определяне на сребро.
 - 2.6. Захранване с газ: въздух, ацетилен.
3. **РЕАГЕНТИ**
 - 3.1. Сребърен нитрат (AgNO_3).
 - 3.2. Азотна киселина (HNO_3), $\rho_{20} = 1,38 \text{ g/ml}$, с концентрация 65 %.
 - 3.3. Разрежена азотна киселина в съотношение 1: 10 (v/v).
 - 3.4. Разтвор на сребро в концентрация един грам на литър (1 g/l).

Използвал се стандартен разтвор, предлаган в търговската мрежа.

Разтворът може да се приготви и в лабораторни условия, като 1,575 g сребърен нитрат се разтвори в разрежена азотна киселина и полученият обем се доведе до 1 000 ml с разредената киселина (точка 3.3).
 - 3.5. Разтвор, съдържащ 10 mg сребро на литър.

Десет ml от приготвения съгласно точка 3.4 разтвор се разрежда до 1 000 ml с разрежена азотна киселина.
4. **НАЧИН НА РАБОТА**
 - 4.1. **Приготвяне на пробата**

В платинен тигел се поставят 20 ml от пробата. Течността се оставя да се изпари до сухо на кипяща водна баня. Утайката се изгаря до пепел в пещта при 500—525 °C. Бялата пепел се овлажнява с един милилитър концентрирана азотна киселина (точка 3.2). Течността се изпарява на кипяща водна баня, като се добавя още един милилитър азотна киселина (точка 3.2) и повторно се изпарява. Добавят се 5 ml от разредената азотна киселина (точка 3.3) и се нагрива леко до разтваряне.
 - 4.2. **Калибриране**

В набор от мерителни колби с обем 100 ml с пипета се отмерват съответно по 2, 4, 6, 8, 10 и 20 ml от разтвора в точка 3.5 (10 mg сребро на литър) и колбите се допълват до марката с разрежена азотна киселина (точка 3.3). Така приготвените разтвори съдържат съответно по 0,20, 0,40, 0,60, 0,80, 1,0 и 2,0 mg сребро на литър.
 - 4.3. Дължината на вълната се настройва на 328,1 nm. Скала за отчитане на абсорбцията се нулира с двойно дестилирана вода. Абсорбцията на последователно получените разтвори съгласно точка 4.2 се измерва директно от уреда. Всяко измерване се извършва два пъти.

▼B

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

5.1. **Метод на изчисление**

Графиката с измененията в абсорбцията се построява като функция от концентрацията на сребро в стандартните разтвори.

Като се използва измерената абсорбция на пробата, се отчита концентрацията C в mg/l.

Концентрацията на сребро във виното, изразена в милиграми на литър, е $0,25 C$. Определя се с точност до втория десетичен знак.

Забележка:

Концентрацията на разтворите за построяване на калибровъчната крива, обемът на използваната проба и крайният обем на течността се избират така че да съответстват на чувствителността на използвания уред.

▼B**34. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЦИНК**

1. **ПРИНЦИП НА МЕТОДА**

Съдържанието на цинк се измерва директно от виното с атомно-абсорбционна спектрофотометрия след отстраняване на алкохола.
2. **РЕАГЕНТИ**

Използваната в боросиликатния стъклен апарат вода трябва да е двойно дестилирана или с еквивалентна чистота.

 - 2.1. **Стандартен разтвор, съдържащ един грам цинк на литър (1 g/l).**

Използва се стандартен разтвор на цинк, предлаган в търговската мрежа. Разтворът може да се приготви и в лабораторни условия, като 4,3975 g цинков сулфат ($ZnSO_4 \times 7H_2O$) се разтворят във вода и полученият обем се доведе до един литър.
 - 2.2. **Разреден разтвор на цинк, съдържащ 100 mg цинк на литър.**
3. **АПАРАТУРА**
 - 3.1. Ротационен изпарител с водна баня с термостатичен регулатор.
 - 3.2. Атомно- абсорбционен спектрофотометър с ацетиленова горелка.
 - 3.3. Лампа с кух катод за определяне на цинк.
4. **НАЧИН НА РАБОТА**
 - 4.1. **Приготвяне на пробата**

От проба със 100 ml вино се отстранява алкохолът, като се намали обемът на пробата наполовина, използвайки ротационния изпарител (температура 50—60 °C). Допълва се до първоначалния обем от 100 ml с двойно дестилирана вода.
 - 4.2. **Калибриране**

В четири мерителни колби с обем 100 ml се поставят съответно по 0,5, 1,0, 1,5 и 2,0 ml от разтвора, съдържащ 100 mg цинк на литър (точка 2.2), и се допълва до марката с двойно дестилирана вода. Така приготвените разтвори съдържат съответно по 0,5, 1,0, 1,5 и 2,0 mg цинк на литър.
 - 4.3. **Определяне**

Дължината на вълната се настройва на 213,9 nm. Скалата за отчитане на абсорбцията се нулира с двойно дестилирана вода. Виното се впръсква директно с горелката на спектрофотометъра, следвано от последователни впръсквания с четирите стандартни разтвора. Отчита се абсорбцията. Всяко измерване се извършва два пъти.
5. **ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ**
 - 5.1. **Метод на изчисление**

Графиката с измененията в абсорбцията се построява като функция от концентрацията на цинк в стандартните разтвори. На нея се отбелязва средната стойност на абсорбцията, получена за пробата с разредено вино, и се отчита концентрацията на цинк в нея. Изчислява се с точност до първия десетичен знак.

▼ В**35. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ОЛОВО**

1. **ПРИНЦИП НА МЕТОДА**
Съдържанието на олово се определя директно от виното с атомно-абсорбционна спектрофотометрия.
2. **АПАРАТУРА**
Преди употреба лабораторната стъклария се измива с концентрирана азотна киселина, загрята до 70—80 °С, и се изплаква с двойно дестилирана вода.
 - 2.1. Атомно-абсорбционен спектрофотометър, оборудван с графитна пещ и мултипотенциометър, с възможност за корекция на неспецифичната абсорбция.
 - 2.2. Лампа с кух катод за определяне на олово.
 - 2.3. Микропипети от 5 µl със специални накрайници за измервания с атомна абсорбция.
3. **РЕАГЕНТИ**
Всички реагенти трябва да бъдат химически чисти за анализ и да не съдържат олово. Използваната вода трябва да бъде двойно дестилирана, съхранявана в боросиликатни стъкленици, или с еквивалентна чистота.
 - 3.1. Фосфорна киселина ($\rho_{20} = 1,71 \text{ g/ml}$), с концентрация от 85 %.
 - 3.2. Разтвор на фосфорна киселина, получен от разреждането на 8 ml фосфорна киселина с вода до 100 ml.
 - 3.3. Азотна киселина ($\rho_{20} = 1,38 \text{ g/ml}$).
 - 3.4. Разтвор на олово в концентрация един грам на литър (1 g/l).
Използва се стандартен разтвор, предлаган в търговската мрежа. Разтворът може да се приготви и в лабораторни условия, като 1,600 g оловен (II) нитрат ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) се разтворят в разрежена до един процент (v/v) азотна киселина. Полученият обем се довежда до един литър. Разтворът се съхранява в съд от боросиликатно стъкло с шлифована стъклена запушалка.
4. **НАЧИН НА РАБОТА**
 - 4.1. **Приготвяне на пробата**
Виното се разрежда в съотношение 1:2 или 1:3 с разтвор на фосфорна киселина в зависимост от предполагаемата концентрация на олово.
 - 4.2. **Подготовка на обхвата от калибровъчни разтвори**
Като се използва еталонният разтвор на олово, се приготвят серия от разтвори с титър съответно 2,5, 5, 10 и 15 µg олово на литър чрез разреждане с двойно дестилирана вода.
 - 4.3. **Определяне**
 - 4.3.1. *Програмиране на пещта (представените по-долу параметри са само ориентировъчни):*
Изсушаване при температура 100 °С в продължение на 30 секунди.
Минерализация при температура 900 °С в продължение на 20 секунди.
Атомизация при температура 2 250 °С в продължение на 2 до 3 секунди.
Дебит на азота (продухващ газ): 6 литра в минута (l/min).
Забележка:

▼B

В края на процедурата температурата се увеличава до 2 700 °C с цел почистване на пещта.

4.3.2. Измерване

Избира се дължина на вълната от 217 nm. Скалата за отчитане на абсорбцията се нулира с двойно дестилирана вода. С помощта на микропипета в програмираната пещ се въвеждат на три порции по 5 µl от всеки разтвор от обхвата на калибриране и тест-разтвора. Записват се измерените стойности на абсорбция. Намира се средната абсорбция от резултатите, получени за трите порции.

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ**5.1. Метод на изчисление**

Кривата с измененията в абсорбцията се построява като функция от концентрациите на оловото в обхвата на калибриране. Зависимостта е линейна. Стойността на абсорбция за изследвания разтвор се нанася на калибровъчната крива, откъдето се изчислява и концентрацията на оловото C . Концентрацията на олово в микрограмове на литър е равна на:

$$C \times F,$$

където

F = фактор на разреждане.



36. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ФЛУОРИДИ

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Съдържанието на флуориди във вино, което е добавено към буферен разтвор, се определя със селективен електрод с твърда мембрана. Измереният потенциал е пропорционален на логаритъма от активността на флуоридните йони в налицаната среда в съответствие със следното уравнение:

$$E = E_0 \pm S \log a_F,$$

където

E = потенциал на йон-селективния електрод, измерен по отношение на референтен електрод в анализирания среда;

E_0 = стандартен потенциал на сензора (измерваща клетка);

S = напрежение на йон-селективния електрод (ефект на Нернст). При температура 25 °C теоретичното напрежение е равно 59,2 mV;

a_F = активност на флуоридните йони в изследвания разтвор.

2. АПАРАТУРА

2.1. Флуориден йон-селективен кристален мембранен електрод.

2.2. Референтен електрод (каломелов или Ag/AgCl).

2.3. Миливолтметър (рН-метър с разширена скала в милivolта) с точност до 0,1 mV.

2.4. Магнитна бъркалка с изолираща пластина, която предпазва анализирания разтвор от топлината на мотора. Съдът за разбъркване е покрит с пластмаса (полиетилен или еквивалентен материал).

2.5. Пластмасови чашки с вместимост от 30 до 50 ml и бутилки (полиетилен или еквивалентен материал).

2.6. Прецизни пипети (градуирани в микролитри или други еквивалентни пипети).

3. РЕАГЕНТИ

3.1. Основен разтвор на флуориди от един грам на литър (1 g/l).

Използват се стандартни разтвори от един грам на литър, предлагани в търговската мрежа. Разтворът може да бъде приготвен и чрез разтваряне на 2,210 g натриев флуорид (предварително изсушен в продължение на 3 часа при температура 105 °C) в дестилирана вода. Долива се до един литър с дестилирана вода. Разтворът се съхранява в пластмасова бутилка.

3.2. Стандартните разтвори на флуориди със съответната концентрация се приготвят чрез разреждане на основния разтвор с дестилирана вода и се съхраняват в пластмасови бутилки. Разтворите със съдържание на флуориди в mg/l се приготвят непосредствено преди работа с тях.

3.3. Буферен разтвор с рН 5,5.

Към вода (около 50 ml) се добавят 10 g от циклохексан-диамин-(1,2)-тетраоцетна киселина (CDTA). В 700 ml дестилирана вода се добавя разтвор, съдържащ 58 g натриев хлорид и 29,4 g тринатриев цитрат. CDTA се разтваря посредством прибавяне на около 6 ml от 32 % (m/v) разтвор на натриев хидроксид.

Накрая се добавят 57 ml оцетна киселина ($\rho_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$) и с 32 % натриев хидроксид (около 45 ml) рН се довежда до 5,5. Охлажда се с дестилирана вода и се долива до един литър.

4. НАЧИН НА РАБОТА

Предварителни бележки

По време на измерването всички разтвори трябва да се държат на температура от 25 °C (± 1 °C). (Изменение на температурата с 1 °C води до отклонение от 0,2 mV.)

▼ B**4.1. Директен метод**

Определен обем вино се поставя в пластмасова чашка заедно с равен обем буферен разтвор.

Разтворът се разбърква равномерно. Когато индикаторът не показва повече колебания, точка е. когато се установи между 0,2 и 0,3 mV за три минути, се отчита стойността на потенциала в mV.

4.2. Метод на стандартната добавка

Без да се прекъсва разбъркването, с помощта на прецизна пипета се добавя известен обем от стандартния разтвор на флуориди към анализирания среда. След стабилизиране на индикатора стойността на потенциала се отчита в mV.

Концентрацията на стандартния разтвор, който следва да се добави, се избира, както следва:

- а) концентрацията на флуориди в анализирания среда се увеличава два или три пъти;
- б) обемът на анализирания среда трябва да остане на практика постоянна величина (увеличение на обема от 1 % или по-малко).

(Условие б) улеснява изчисленията (виж точка 5).

Приблизителната концентрация на анализирания среда се отчита на калибровъчна крива, построена на семи-логаритмична скала със стандартните разтвори на флуориди с титър съответно: 0,1, 0,2, 0,5, 1,0 и 2,0 mg/l.

Забележка:

Ако приблизителната концентрация на изследваната среда не попада в стойностите на концентрация на еталонните разтвори, пробата се разрежда.

Пример:

Ако приблизителното съдържание на флуориди в анализирания среда (с обем 20 ml) е 0,25 mg/l F⁻, концентрацията трябва да се увеличи с 0,25 mg/l. За тази цел с пипета се прибавят например 0,20 ml (= 1 %) от стандартния разтвор, съдържащ 25 mg/l F⁻, или 0,050 ml стандартен разтвор със 100 mg/l F⁻.

5. ИЗЧИСЛЕНИЕ

Съдържанието на флуориди в анализирания среда се изразява в mg/l и се изчислява по формулата:

$$C_F = \frac{V_a \times C_a}{V_o} \times \frac{1}{(\text{antilog } \Delta E/S) - 1}$$

C_F = концентрация на флуориди в анализирания среда, mg/l;

C_a = концентрация на флуориди (mg/l), добавени към анализирания среда (V_a);

V_o = първоначален обем на анализирана среда преди добавянето в ml;

V_a = обем на добавения разтвор (в ml);

ΔE = разлика в потенциали E_1 и E_2 , измерени в точки 4.1 и 4.2, (в mV);

S = напрежението на електрода в анализирания среда.

Ако V_a е много близък по стойност до V_o (виж точка 4.2), изчисленията се извършват, като се използва следната опростена формула:

$$C_F = C_a \times \frac{1}{(\text{antilog } \Delta E/S) - 1}$$

Изчислената стойност се умножава по фактора на разреждане, получен от добавянето на буферния разтвор.

▼B**37. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ВЪГЛЕРОДЕН ДИОКСИД****▼M13**

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

▼B

1.1. Референтен метод

1.1.1. *Негазирани вина* (допълнително налягане на $\text{CO}_2 \leq 0,5 \times 10^5 \text{ Pa}$) ⁽¹⁾.

Обемът вино, взет от пробата, се охлажда до около 0 °C и се смесва с необходимото количество натриев хидроксид, което да доведе до рН 10—11. Титрува се с разтвор на киселина в присъствието на карбоанхидраза. Съдържанието на въглероден диоксид се изчислява от обема на киселината, необходим за промяната на рН от 8,6 (бикарбонатна форма) до 4,0 (въглена киселина). Титруването на празната проба се провежда при същите условия с вино, освободено от въглероден диоксид, за да се отчете обемът на разтвора от натриев хидроксид, необходим за неутрализирането на киселините във виното.

1.1.2. *Пенливи и искрящи вина*

Пробата с виното за анализ се охлажда почти до точката на замръзване. След като се отдели известно количество вино за празната проба след декарбонизация, останалата част от съдържанието в бутилката се алкализират, за да се определи цялото количество въглероден диоксид под формата на $\text{Na}_2 \text{CO}_3$. Титрува се с разтвор на киселина в присъствието на карбоанхидраза. Съдържанието на въглеродния диоксид се изчислява от обема на разтвора на киселината, необходим за промяна на рН от 8,6 (бикарбонатна форма) до 4,0 (въглена киселина). Контролното титруване на празната проба се провежда при същите условия с вино, от което е отделен въглеродният диоксид, с цел да се определи обемът натриев хидроксид, изразходван за неутрализиране на киселините на виното.

▼M13**▼B**

2. РЕФЕРЕНТЕН МЕТОД

2.1.

Негазирани вина (допълнително налягане на $\text{CO}_2 \leq 0,5 \times 10^5 \text{ Pa}$).

2.1.1. *Апаратура*

2.1.1.1. Магнитна бъркалка.

2.1.1.2. рН-метър.

2.1.2. *Реагенти*

2.1.2.1. 0,1 М разтвор на натриев хидроксид (NaOH).

2.1.2.2. 0,05 М разтвор на сярна киселина (H_2SO_4).

2.1.2.3. Разтвор на карбоанхидраза (1 g/l).

2.1.3. *Начин на работа*

Пробата с виното заедно с пипетата от 10 ml, използвана за взимането ѝ, се охлажда до около 0 °C.

В бехерова чаша с обем 100 ml се поставят 25 ml натриев хидроксид (точка 2.1.2.1.) и се добавят две капки воден разтвор на карбоанхидраза (точка 2.1.2.3.). С помощта на пипета, охладена до 0 °C, се добавят 10 ml от виното.

Чашата се поставя на магнитната бъркалка, включва се електродът на рН-метъра и се бърка с умерено темпо.

⁽¹⁾ $10^5 \text{ pascal (Pa)} = 1 \text{ bar}$.

▼B

Когато течността достигне стайна температура, се титрува бавно с разтвор на сярна киселина (точка 2.1.2.2.) до рН 8,6. Отчита се обемът в бюретата.

Титруването се продължава със сярна киселина (точка 2.1.2.2.) до достигане на рН до 4,0. С n ml се означава използваното количество киселина между рН 8,6 и 4,0.

Отстранява се CO_2 от около 50 ml от пробата с вино посредством разбъркване под вакуум за около 3 минути, като колбата е загрята на водна баня до около 25 °С.

Същата процедура се повтаря и с 10 ml от декарбонизираното вино. С n се обозначава използвания обем сярна киселина за титруване.

2.1.4. *Изразяване на резултатите*

Един милилитър от титрувания 0,1 М разтвор на натриев хидроксид отговаря на 4,4 mg въглероден диоксид (CO_2).

Количеството въглероден диоксид в грамове на литър вино е равно на:

$$0,44 (n - n_0).$$

Изчислява се с точност до втория десетичен знак.

Забележка: Когато виното съдържа малко въглероден диоксид ($\text{CO}_2 < 1 \text{ g/l}$), добавянето на карбоанхидраза за катализиране хидратацията на CO_2 не се налага.

2.2. **Пенливи и искрящи вина**

2.2.1. *Апаратура*

2.2.1.1. Магнитна бъркалка.

2.2.1.2. рН-метър.

2.2.2. *Реагенти*

2.2.2.1. Натриев хидроксид (NaOH), 50 % (m/m).

2.2.2.2. 0,05М разтвор на сярна киселина (H_2SO_4).

2.2.2.3. Разтвор на карбоанхидраза (1 g/l).

2.2.3. *Начин на работа*

Нивото на виното в бутилката се маркира и след това се охлажда до започване на замръзването. Бутилката се затопля леко с разклащане до изчезване на ледените кристали. Запушалката се отстранява бързо и 45—50 ml от виното се пренасят в мерителен цилиндър за контролно титруване. Точно отделеният обем v ml се определя от скалата на цилиндъра, след като е възстановил температура си до стайна.

Непосредствено след като бъде отстранена празната проба, в бутилка с обем 750 ml се добавят 20 ml от разтвора на натриев хидроксид (точка 2.2.2.1.).

Изчаква се, докато виното достигне стайна температура.

В бехерова чаша от 100 ml се прехвърлят 30 ml преварена дестилирана вода и две капки от разтвора на карбоанхидразата (точка 2.2.2.3.). Добавят се 10 ml от предварително алкализираният разтвор. Чашата се поставя на магнитната бъркалка, включва се електродът. Разбърква се с умерено темпо.

Титрува се бавно с разтвор на сярна киселина (точка 2.2.2.2.) до достигане на рН 8,6. Отчитат се резултатите на бюретата.

Титруването продължава бавно с разтвор на сярна киселина (точка 2.2.2.2.) докато рН достигне 4,0. С n ml се обозначава обемът киселина, изразходван за промяна на рН от 8,6 до 4,0).

От виното v ml, отделено за контролното титруване, се отстранява CO_2 чрез третиране във вакуум в продължение на 3 минути. Колбата се загрява на водна баня до около 25 °С. Отделят се 10 ml от декарбонизираното вино, към което се прибавят 30 ml прева-

▼B

рена дестилирана вода и 2—3 капки разтвор на натриев хидроксид (точка 2.2.2.1.), за да се доведе рН до 10—11. Работата продължава по описания по-горе начин. С n ml се обозначава обемът на добавената 0,05 М сярна киселина.

2.2.4. *Изразяване на резултатите*

Един ml 0,05 М сярна киселина съответства на 4,4 mg CO₂.

Бутилката с алкализираният вино се изпразва и първоначалният обем се определя с точност до един милилитър, като се долива до марката с вода — V ml.

Количеството CO₂, изразено в грамове на литър вино (g/l), се изчислява по следната формула:

$$0,44(n - n_0) \times \frac{(V - v + 20)}{V - v}$$

Получените резултати се определят с точност до втория десетичен знак.

2.3. **►M13** Изчисление на теоретичното свръхналягане ◀

Допълнителното налягане при температура 20 °C ($P_{\text{aph}_{20}}$), измерено в паскали, се изчислява по следната формула:

$$P_{\text{aph}_{20}} = \frac{Q}{1,951 \times 10^{-5}(0,86 - 0,01 A)(1 - 0,00144 S)} - P_{\text{atm}}$$

където

Q: съдържание на CO₂ във виното (g/l);

A: алкохолно съдържание на виното при температура 20 °C;

S: съдържание на захар във виното (g/l);

P_{atm} : атмосферното налягане в паскали.

▼M8

▼M13

▼ M13**37a — ИМЕРВАНЕ НА СВРЪХНАЛЯГАНЕТО В ПЕНЛИВИ И ИСКРЯЩИ ВИНА****1. ПРИНЦИП**

След стабилизиране на температурата и разклащане на бутилката свръхналягането се измерва с помощта на афрометър (манометър). То се изразява в паскали (Pa) (метод тип 1). Методът се прилага също и за аерирани пенливи вина и за аерирани искрящи вина.

2. ОБОРУДВАНЕ

Апаратът, с който се измерва свръхналягането в бутилките с пенливо и искрящо вино, се нарича афрометър. Той може да има различна форма в зависимост от начина на затваряне на бутилката (с метални капсули, с капачка, с коркова тапа или с пластмасова запушалка).

2.1 Бутилки с капсули

Афрометърът е съставен от три части (фигура 1):

— горната част (винтов иглен държач) е съставена от манометър, пръстен за ръчно затягане, подвижен винт, който се плъзга в средната част, и игла, която минава през капсулата. В иглата има страничен отвор, който пренася налягането към манометъра. Един шарнир осигурява плътното му прилепване към капсулата на бутилката,

— средната част (или гайката) позволява центрирането на горната част. Тя се завинтва в долната част, като закрепва целия апарат здраво върху бутилката,

— долната част (скобата) е снабдена с един издатък, който се плъзга под пръстена на бутилката, като по този начин държи целия апарат. Има пръстени, които са предвидени да пасват на всякакви бутилки.

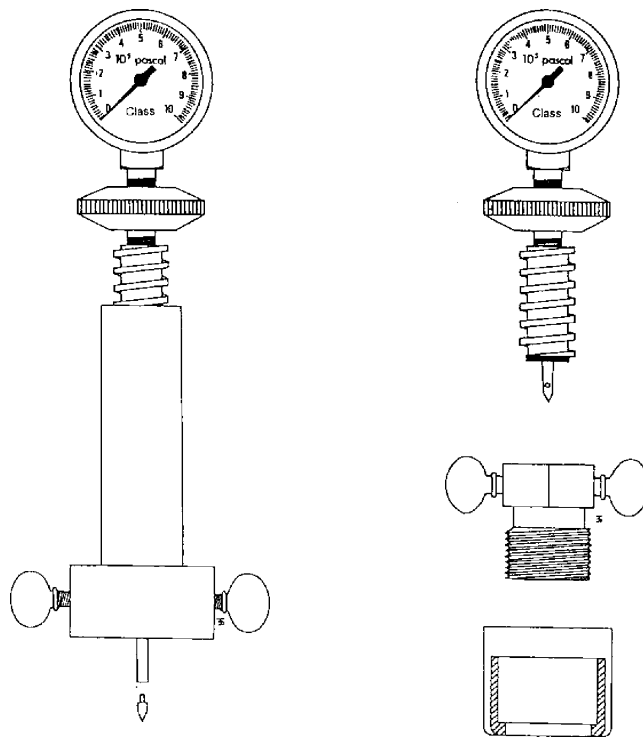
2.2 Бутилки с коркови тапи

Афрометърът е съставен от две части (фигура 2):

— горната част е идентична на тази от предходния апарат, но иглата е по-дълга. Тя е съставена от дълга празна тръба с острие в единия край, което спомага за преминаването на иглата през корковата тапа. Това острие се отделя и пада във виното след като пробие корковата тапа,

— долната част е съставена от гайка и основа-поставка върху запушалката. На нея има четири затягащи винта, които служат за задържане на целия апарат върху запушалката.

▼ M13



Фигура 1 — Афрометър за капсули

Фигура 2 — Афрометър за коркови тапи

Забележки относно манометрите, които са включени в тези два вида апарати:

- те могат да бъдат механични устройства тип Bourdon, или цифрови пиезоелектрични датчици. В първия случай бурдоновата тръба трябва да е изработена от неръждаема стомана,
- те са градуирани в паскали (Pa). За искрящи вина е по-практично като измерителни единици да се използват 10^5 паскали (10^5 Pa), или килопаскали (kPa),
- те могат да бъдат различни класове. Класът на един манометър е прецизността на отчитане спрямо цялата скала, изразена в проценти (напр. един манометър 1 000 kPa от клас 1 означава максимално полезно налягане 1 000 kPa, което се отчита при ± 10 kPa). За по-прецизни измервания се препоръчват уреди с клас 1.

3. ПРОЦЕДУРА

Измерванията трябва да се извършват на бутилки, чиято температура е стабилизирана в продължение на 24 часа. След пробиване на коронката, корковата тапа или пластмасовата запушалка, бутилката се разклаща силно до достигане на постоянно налягане, за да се направи замерването.

3.1 Бутилки с капсули

Скобата се плъзва върху издатъка под пръстена на бутилката. Гайката се затяга, докато целият апарат е добре затегнат върху бутилката. Горната част се завинтва върху гайката. За да се избегне загубата на газ, капсулата следва да се пробие възможно най-бързо, за да се допре шарнирното съединение до капсулата. Бутилката трябва да се разклати силно до достигане на постоянно налягане, когато може да се извърши замерване.

3.2 Бутилки с коркова тапа

Поставя се острието в края на иглата. То се разполага върху корковата тапа. Затягат се четирите винта върху корковата тапа.

▼ **M13**

Затяга се горната част (иглата пробива корка). Острието трябва да падне в бутилката, за да може налягането да се предаде към манометъра. Замерването се прави, след като разклатите бутилката, докато достигне до едно постоянно налягане. Острието се прибира обратно, след като се направи замерването.

4. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Свръхналягането при 20 °C ($P_{rh_{20}}$) се изразява в паскали (Pa) или килопаскали (kPa). Това зависи от точността на манометъра (напр. $6,3 \times 10^5$ Pa или 630 kPa, а не $6,33 \times 10^5$ Pa или 633 kPa за манометър клас 1 със скала, градуирана до 1 000 kPa).

Когато температурата е различна от 20 °C, това трябва да бъде компенсирано, като измереното налягане се умножи по съответния коефициент (виж таблица 1).

Таблица 1

Съотношение между свръхналягането $P_{rh_{20}}$ при пенливи и искрящи вина при 20 °C и свръхналягането P_{rh_t} при температура t

°C	
0	1,85
1	1,80
2	1,74
3	1,68
4	1,64
5	1,59
6	1,54
7	1,50
8	1,45
9	1,40
10	1,36
11	1,32
12	1,28
13	1,24
14	1,20
15	1,16
16	1,13
17	1,09
18	1,06
19	1,03
20	1,00
21	0,97
22	0,95
23	0,93
24	0,91
25	0,88

▼ M13

5. КОНТРОЛИРАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Метод за директно определяне на физичните параметри (метод по критерии тип I)

Проверка на афрометрите

Афрометрите трябва да се проверяват редовно (най-малко веднъж годишно)

Това се извършва с помощта на калибраща установка. Тя позволява манометърът, който се използва за замерванията, да бъде сравнен с един високо-качествен еталонен манометър, калибриран по националните стандарти и монтиран успоредно с първия. С проверката се сравняват стойностите, които отчитат двата уреда при повишаване и след това спадане на стойностите на налягането. Ако има разлика, манометърът се регулира от регулиращия винт.

Лабораториите и упълномощените да извършват тези измервания организации са оборудвани с калибращи установки; освен това такива се предлагат от производителите на манометри.

▼ **M7****38. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НА ЦИАНИДНИ ПРОИЗВОДНИ**

(Внимание: да се спазват мерките за безопасност при работа с химикалите хлорамин-Т, пиридин, калиев цианид, солна киселина и фосфорна киселина. Отстраняването на използваните продукти да става в съответствие с действащото законодателство по опазване на околната среда. Да се внимава с циановодородната киселина, отделяща се при дестилацията на подкислено вино.)

1. ПРИНЦИП

Общото количество свободна циановодородна киселина във виното се освобождава чрез киселинна хидролиза и се отделя чрез дестилация. След протичане на реакция с хлорамин-Т и пиридин, образуваният се глутакониев диалдехид се доказва чрез колориметрия на базата на синьото оцветяване, което той дава с 1,3-диметилбарбитурова киселина.

2. АПАРАТУРА**2.1. Дестилационна апаратура**

Използва се описаната дестилационна апаратура за определяне на алкохолното съдържание на виното.

- 2.2. 500-милилитрова колба с кръгло дъно със стандартизирани шлифовани съединения.
- 2.3. Водна баня, термостатично поддържана на 20 °С.
- 2.4. Спектрофотометър, позволяващ абсорбцията да бъде измервана на дължина на вълната 590 nm.
- 2.5. Стъклени клетки или клетки за еднократна употреба с дължина на оптичния път 20 mm.

3. РЕАГЕНТИ

- 3.1. Фосфорна киселина (H_3PO_4) при 25 % (m/v).
- 3.2. Разтвор на хлорамин-Т ($\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNa O}_2\text{S}, 3\text{H}_2\text{O}$) 3 % (m/v).
- 3.3. Разтвор на 1,3-диметилбарбитурова киселина: разтварят се 3,658 g 1,3-диметилбарбитурова киселина ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3$) в 15 ml пиридин и 3 ml солна киселина ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) и се добавят 50 ml дестилирана вода.
- 3.4. Калиев цианид (KCN).
- 3.5. Разтвор на калиев йодид (KI) 10 % (m/v).
- 3.6. Разтвор на сребърен нитрат (AgNO_3), 0,1 M.

4. ПРОЦЕДУРА**4.1. Дестилация**

Сипват се 25 ml вино, 50 ml дестилирана вода, 1 ml солна киселина (3.1) и се добавят няколко стъклени маниста в 500-милилитровата колба (2.2). Колбата се слага веднага на дестилационната апаратура. С помощта на изтънена тръба дестилатът се отвежда в 50-милилитрова градуирана колба, съдържаща 10 ml вода. Градуираната колба се потапя в ледена вода. Събират се 30—35 ml от дестилата (или общо около 45 ml течност) в градуираната колба.

Промива се изтънената тръба на хладника с няколко милилитра дестилирана вода, дестилатът се загрява до 20 °С и се допълва с дестилирана вода до марката.

4.2. Измерване

Сипват се 25 ml от дестилата в 50-милилитрова конична колба с шлифована стъклена тапа, добавя се 1 ml разтвор на хлорамин-Т (3.2) и се запушва с тапата. Точно след 60 секунди се добавят 3 ml

▼ M7

разтвор на 1,3-диметилбарбитурова киселина (3.3), запущва се с тапата и се оставя да престои 10 минути. След това се измерва абсорбцията, като се сравнява с контролен разтвор (25 ml дестилирана вода вместо 25 ml дестилат) при дължина на вълната 590 nm в кювети с дължина на оптичния път 20 mm.

5. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА КАЛИБРОВЪЧНАТА КРИВА

5.1. **Аргентометрично титруване на калиевия цианид**

Разтварят се около 0,2 g KCN (3.4), внимателно премерен, в 100 ml дестилирана вода в 300-милилитрова градуирана колба. Добавят се 0,2 ml разтвор на калиев йодид (3.5) и се титрува с 0,1 M разтвор на сребърен нитрат (3.6) до получаване на устойчиво жълтеникаво оцветяване.

Изчислява се концентрацията на пробата KCN, като се приема, че 1 ml 0,1 M разтвор на сребърен нитрат отговаря на 13,2 mg KCN.

5.2. **Стандартна крива**5.2.1. *Приготвяне на стандартни разтвори*

След определянето на концентрацията на KCN съгласно процедурата, описана в 5.1, се приготвя стандартен разтвор, съдържащ 30 mg/l циановодородна киселина (30 mg HCN \square 72,3 mg KCN). Разтворът се разрежда до 1/10.

Отсипват се по 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml и 5,0 ml от разреждения пробен разтвор в 100-милилитрови градуирани колби и се допълват с дестилирана вода до марката. Така приготвените разтвори съдържат съответно 30 μ g, 60 μ g, 90 μ g, 120 μ g и 150 μ g циановодородна киселина на литър.

5.2.2. *Титруване*

Вземат се 25-милилитрови проби от така получените разтвори и се продължава съгласно инструкциите, дадени в 4.1 и 4.2 по-горе.

Стойностите, получени за абсорбцията, взети спрямо стандартните разтвори като функция на съответното съдържание на циановодородна киселина, следва да дават права, преминаваща през началото.

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Циановодородната киселина се изразява в микрограме на литър (μ g/l), без знаци след десетичната запетая.

6.1. **Метод на изчисление**

Съдържанието на циановодородната киселина се отчита по калибровъчната крива. Ако пробата е била разреждана, резултатът се умножава по фактора на разреждане.

Повторяемост (r) и възпроизводимост (R)

Бяло вино = $r = 3,1 \mu\text{g/l}$ или приблизително 6 % $\cdot x_i$

$R = 12 \mu\text{g/l}$ или приблизително 25 % $\cdot x_i$

Червено вино = $r = 6,4 \mu\text{g/l}$ или приблизително 6 % $\cdot x_i$

$R = 23 \mu\text{g/l}$ или приблизително 6 % $\cdot x_i$

x_i = средна концентрация на HCN във виното

x_i = 48,4 $\mu\text{g/l}$ за бяло вино

x_i = 80,5 $\mu\text{g/l}$ за червено вино.

▼B**39. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА АЛИЛ ИЗОТИОЦИАНАТ**

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА
Алил изотиоцианатът, съдържащ се във виното, се изолира чрез дестилация и се определя посредством газова хроматография.
2. РЕАГЕНТИ
 - 2.1. Абсолютен алкохол.
 - 2.2. Стандартен разтвор: разтвор на алил изотиоцианат в абсолютен алкохол, съдържащ 15 mg/l активен алил изотиоцианат.
 - 2.3. Замразител, състоящ се от етанол и сух лед (температура – 60 °C).
3. АПАРАТУРА
 - 3.1. Дестилационен апарат с непрекъснат поток на азот, както е показано на фигурата на следващата страница.
 - 3.2. Подгряващ кожух с термостатичен регулатор.
 - 3.3. Дебитометър.
 - 3.4. Газов хроматограф с пламъко-фотометричен детектор, снабден със селективен филтър за съединенията на сяра (дължина на вълната 394 nm), или друг подходящ детектор.
 - 3.5. Хроматографска колона от неръждаема стомана с вътрешен диаметър 3 mm и дължина 3 m, пълна с Carbowax 20 M върху 10 % на Chromosorb WHP, 80—100 mesh.
 - 3.6. Микроспринцовка, 10 µl.
4. НАЧИН НА РАБОТА

В дестилационната колба се наливат два литра вино. В двете епруветки за събиране на дестилат се добавят няколко милилитра етанол (точка 2.1.), така че порьозните части на тръбите за газова дисперсия да бъдат напълно покрити. Двете епруветки се изстудяват външно със сместа-замръзвател. Колбата се свързва с епруветките за събиране на дестилата и се пропуска азот с дебит 3 литра на час. Виното се загрява до 80 °C с помощта на загряващия кожух. Дестилира се и се отделят 45-50 ml от дестилата.

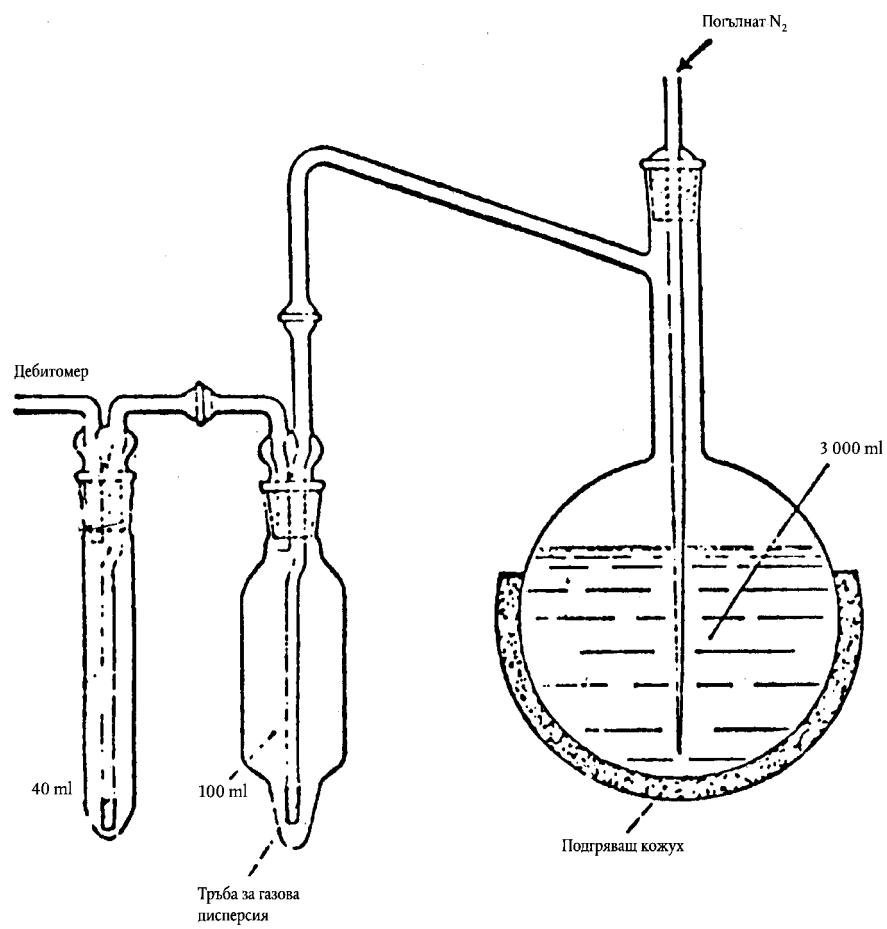
Хроматографът се стабилизира. Препоръчва се да се използват следните параметри:

- температура на инжектора: 200 °C;
- температура на колоната: 130 °C;
- поток на газ-носител (хелий): 20 ml/min.

С помощта на микроспринцовка се въвежда определено количество стандартен разтвор, така че пикът, съответстващ на алил изотиоцианата, да се открие лесно на хроматограмата.

По същия начин в хроматографа се въвежда и аликвотно количество от дестилата. Прави се проверка дали времето на задържане на получения пик съответства на времето за пика на алил изотиоцианата.

При гореописаните условия за химическите съединения, които естествено присъстват във виното, не трябва да се получат интерфериращи пикове на хроматограмата на пробата.

▼B

Апарат за дестилация в поток от азот



40. ХРОМАТИЧНИ СВОЙСТВА

1. ВИНА И ГРОЗДОВА МЪСТ

1.1. Определение

Хроматичните свойства на виното са пропускливост и хроматичност.

Пропускливостта варира и е обратно пропорционална на интензитета на цвета на виното.

Хроматичността се представя от доминиращата дължина на вълната (която характеризира нюанса) и чистотата.

Съгласно установената практика и за по-голямо удобство хроматичните свойства на червените вина и вината розе се представят като интензитет на цвета и нюанс, които се определят по обикновения метод.

1.2. Принцип на методите

1.2.1. Референтен метод

Методът се основава на спектрофотометрията, която позволява да се дефинират тримерните величини и три координати на хроматичността за определяне на цвета съгласно изискванията на Международната комисия по осветяването (International Commission on Illumination CIE).

1.2.2. Обичаен метод (*приложим за червените вина и розе*)

Това е спектрофотометричен метод за определяне на хроматичните свойства. Съгласно установената практика тези свойства се изразяват като:

интензитет на цвета, представен от сумата на абсорбциите при дължина на вълната 420, 520 и 620 nm за излъчване, пресичащо оптичен път от 1 сантиметър, в пробата; и

нюанс, който се изразява като отношение между стойностите на абсорбцията при дължина на вълната 420 и 520 nm.

1.3. Референтен метод

1.3.1. Апаратура

1.3.1.1. Спектрофотометър, позволяващ извършването на измервания при дължина на вълната между 300 и 700 nm.

1.3.1.2. Двойки стъклени кювети с оптичен път b , равен на 0,1, 0,2, 0,5, 1,2 и 4 cm.

1.3.2. Начин на работа

1.3.2.1. Приготвяне на пробата за анализ

Мътното вино се избистря чрез центрофугиране. Въглеродният диоксид в младото и пенливо вино се отстранява посредством разклащане във вакуум.

1.3.2.2. Измерване

Оптичният път b в стъклените кювети трябва да бъде така избран, че измерената абсорбция да попада в интервала между 0,3 и 0,7.

Като ориентировъчни параметри се препоръчва да се използват кювети с 2 (или 4) cm оптичен път за белите вина; един сантиметър — за вината розе, и 0,1 (или 0,2) cm за червените вина.

Спектрофотометричното измерване се извършва с дестилирана вода като референтната течност в кювета със същия оптичен път b , за да се нулира скалата, отчитаща абсорбцията, при дължина на вълната 445, 495, 550 и 625 nm.

▼ **B**

Съответните четири стойности на абсорбция за виното се измерват с точност до третия десетичен знак за оптичен път b и се означават със: A_{445} , A_{495} , A_{550} , A_{625} .

1.3.3. *Изчисление*

Като се използват данните от таблица I и стойностите на абсорбцията за оптичен път b cm, се изчисляват и съответните стойности на пропускливост ($T\%$), обозначени със: T_{445} , T_{495} , T_{550} и T_{625} .

— Изчисляват се примерните величини X , Y и Z като десетична дроб от следните уравнения:

$$X = 0,42 T_{625} + 0,35 T_{550} + 0,21 T_{445}$$

$$Y = 0,20 T_{625} + 0,63 T_{550} + 0,17 T_{495}$$

$$Z = 0,24 T_{495} + 0,94 T_{445}$$

— Изчисляват се координатите на хроматичност x и y , както следва:

$$x = \frac{X}{X + Y + Z} \quad y = \frac{Y}{X + Y + Z}$$

1.3.4. *Изразяване на резултатите*

1.3.4.1. Относителната пропускливост се определя от стойността на Y , изразена в проценти (за черно — $Y = 0\%$, за безцветни течности — $Y = 100\%$).

1.3.4.2. Хроматичността се определя от доминиращата дължина на вълната и чистотата.

Определянето на тези две количествени величини се извършва от диаграмата на хроматичността, ограничена от спектралната траектория, както е показано във фигура 1. Отбелязаната на диаграмата точка O представлява източника на бяла светлина и има координатите на стандартен източник C: $x_o = 0,3101$ и $y_o = 0,3163$, характеризиращи средно ярка дневна светлина.

— Доминираща дължина на вълната

На диаграмата се нанася точка C с координати x , y .

Ако точка C лежи извън триъгълника AOB, се прекарва права линия, свързваща точките O и C. Тя се продължава докато пресече спектъра в точка S, която отговаря на доминиращата дължина на вълната.

Ако точка C лежи във вътрешността на триъгълника AOB, от точка C към точка O се прекарва права, която се продължава докато пресече спектралната траектория в точка, отговаряща на дължината на вълната, характерна за допълнителния цвят на виното. Тази дължина на вълната се обозначава с нейната стойност, следвана от буквата C.

— Чистота

Когато точка C лежи извън триъгълника AOB, чистотата се изразява в % чрез съотношението:

$$100 \times \frac{\text{разстоянието от точка C до точка O}}{\text{разстоянието от точка O до точка S}}$$

Когато точка C лежи в триъгълника AOB, чистотата се определя от следното съотношение в проценти:

$$100 \times \frac{\text{разстояние от точка C до точка O}}{\text{разстоянието от точка O до точка P}}^{(1)}$$

(¹) Разстоянието следва да се дава в посока от точка O към точка C.

▼ B

където Р е точката, в която правата ОС пресича линията на ярко червения спектър АВ.

Чистота може да се определи също така и директно от хроматичните диаграми, като се знаят x и y (фигура 2, 3, 4, 5 и 6).

1.3.4.3. Резултати

Цветът на виното се определя напълно от неговата пропускливост, хроматичност (представена чрез доминиращата дължина на вълната) и чистотата му.

Стойностите на тези величини заедно с дължината на оптичния път, при която е извършено измерването, се вписват в доклада за анализа.

▼ M8



ТАБЛИЦА I

**Трансформация на абсорбцията в пропускливост (излъчване)
($T\%$)**

Указания за работа

В първата колона се намира първият знак от стойността на абсорбцията. Съответстващият ѝ ред се обозначава с R. Вторият знак след десетичната запетая се отчита от горния хоризонтален ред. Съответстващата ѝ колона се обозначава с C. В мястото на пресичане се намира съответната цифра. За да се намери стойността на пропускливост, числото се разделя на: 10, ако абсорбцията е по-малка от единица; 100, ако абсорбцията попада в интервала между 1 и 2; и 1 000, ако абсорбцията е между 2 и 3.

Забележка:

Числото в горния десен ъгъл на всяко квадратче дава възможност да се намери третият десетичен знак от получения резултат за абсорбцията чрез интерполация.

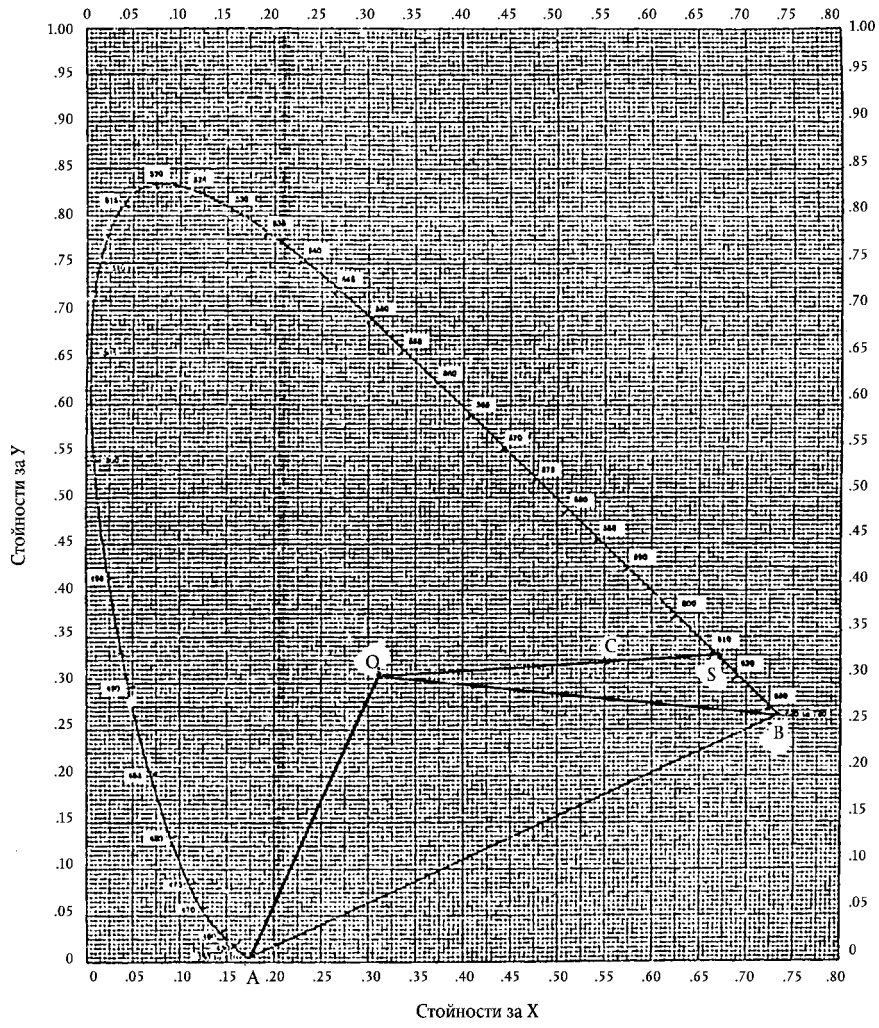
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	1000 ²³	977 ²²	955 ²²	933 ²¹	912 ²¹	891 ²⁰	871 ²⁰	851 ¹⁹	832 ¹⁹	813 ¹⁹
1	794 ¹⁸	776 ¹⁸	759 ¹⁷	741 ¹⁷	724 ¹⁶	708 ¹⁶	692 ¹⁶	676 ¹⁵	661 ¹⁵	646 ¹⁵
2	631 ¹⁴	617 ¹⁴	603 ¹⁴	589 ¹⁴	575 ¹³	562 ¹³	549 ¹³	537 ¹²	525 ¹²	513 ¹²
3	501 ¹¹	490 ¹¹	479 ¹¹	468 ¹¹	457 ¹⁰	447 ⁹	436 ⁹	427 ¹⁰	417 ¹⁰	407 ⁹
4	398 ⁹	389 ⁹	380 ⁹	371 ⁸	363 ⁸	355 ⁸	347 ⁸	339 ⁸	331 ⁷	324 ⁸
5	316 ⁷	309 ⁷	302 ⁷	295 ⁷	288 ⁶	282 ⁷	275 ⁶	269 ⁶	263 ⁶	257 ⁶
6	251 ⁶	245 ⁵	240 ⁶	234 ⁵	229 ⁵	224 ⁵	219 ⁵	214 ⁵	209 ⁵	204 ⁵
7	199 ⁴	195 ⁵	190 ⁴	186 ⁴	182 ⁴	178 ⁴	174 ⁴	170 ⁴	166 ⁴	162 ⁴
8	158 ³	155 ⁴	151 ³	148 ⁴	144 ⁴	141 ³	138 ³	135 ³	132 ³	129 ³
9	126 ³	123 ³	120 ³	117 ²	115 ³	112 ²	110 ³	107 ²	105 ³	102 ²

Пример:

Абсорбция	0,47	1,47	2,47	3,47
$T\%$	33,9 %	3,4 %	0,3 %	0 %

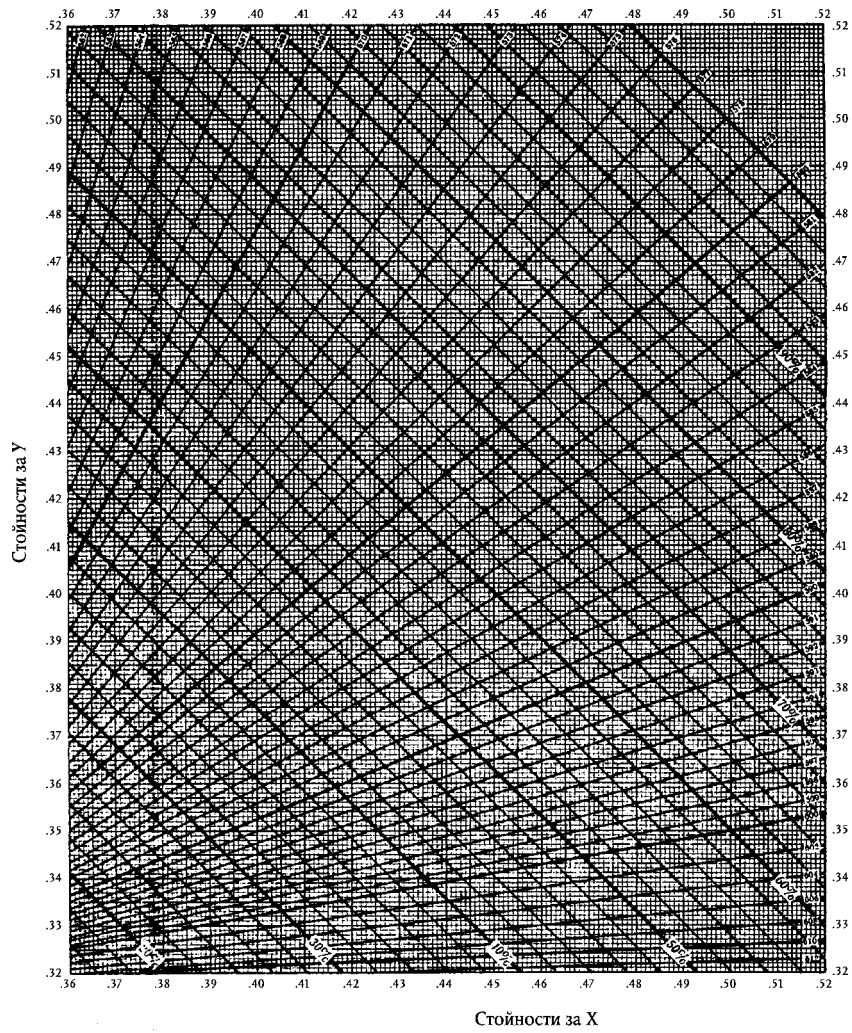
Коефициентът на пропускливост $T\%$ трябва да се изчисли с точност до 0,1 %.

▼B



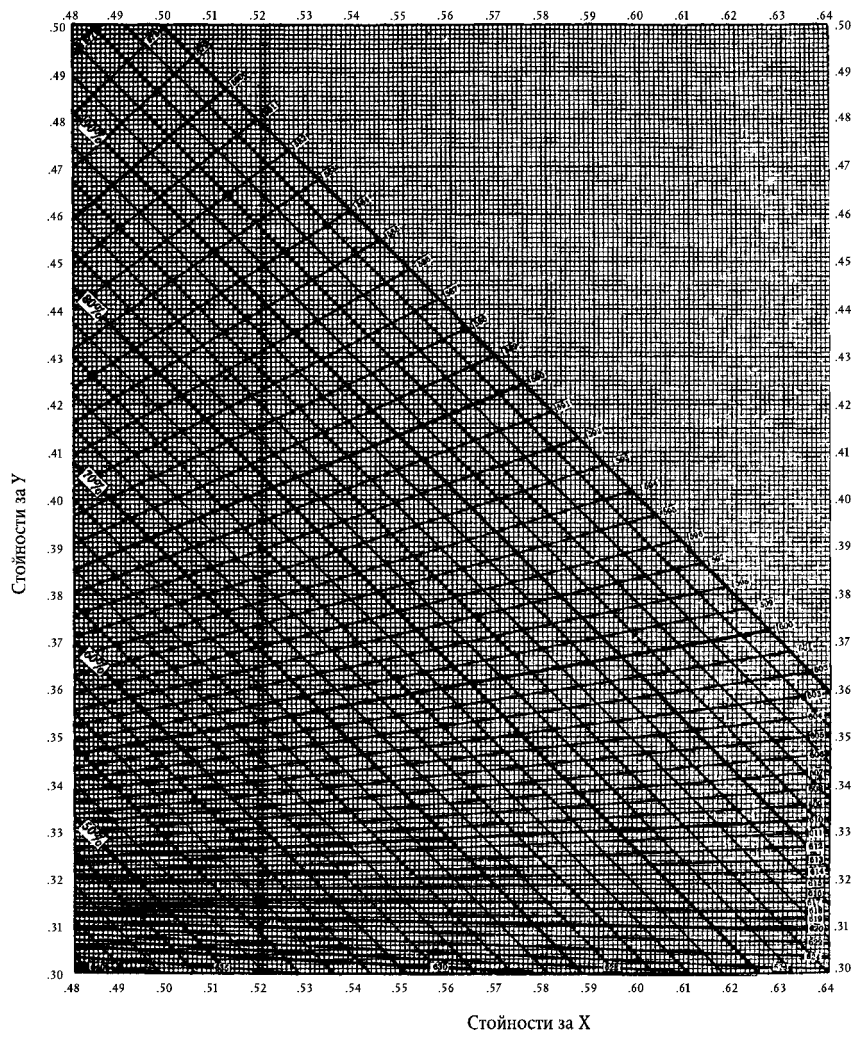
ФИГУРА 1

Хроматична диаграма с всички цветове от спектъра

▼B

ФИГУРА 2

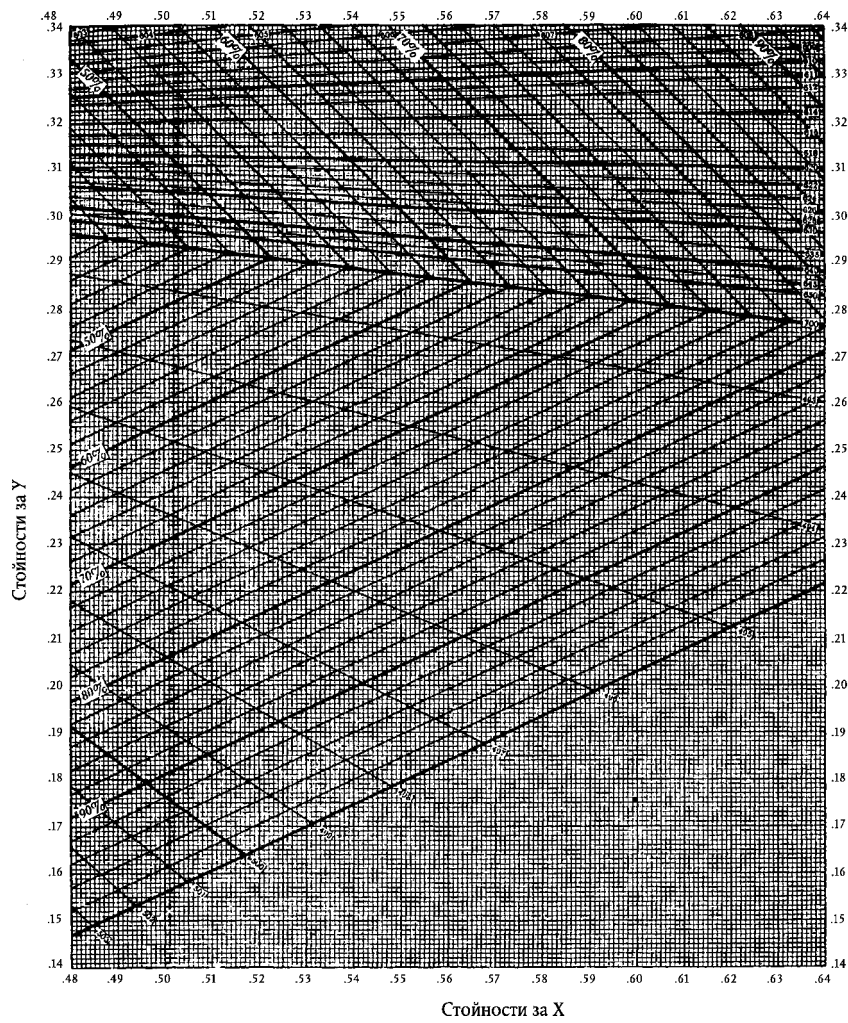
Хроматична диаграма за неподправени вина с ярко
червен цвят и вина с керемидено червен цвят

▼B

ФИГУРА 3

Хроматична диаграма за неподправени вина с ярко
червен цвят и вина с керемидено червен цвят

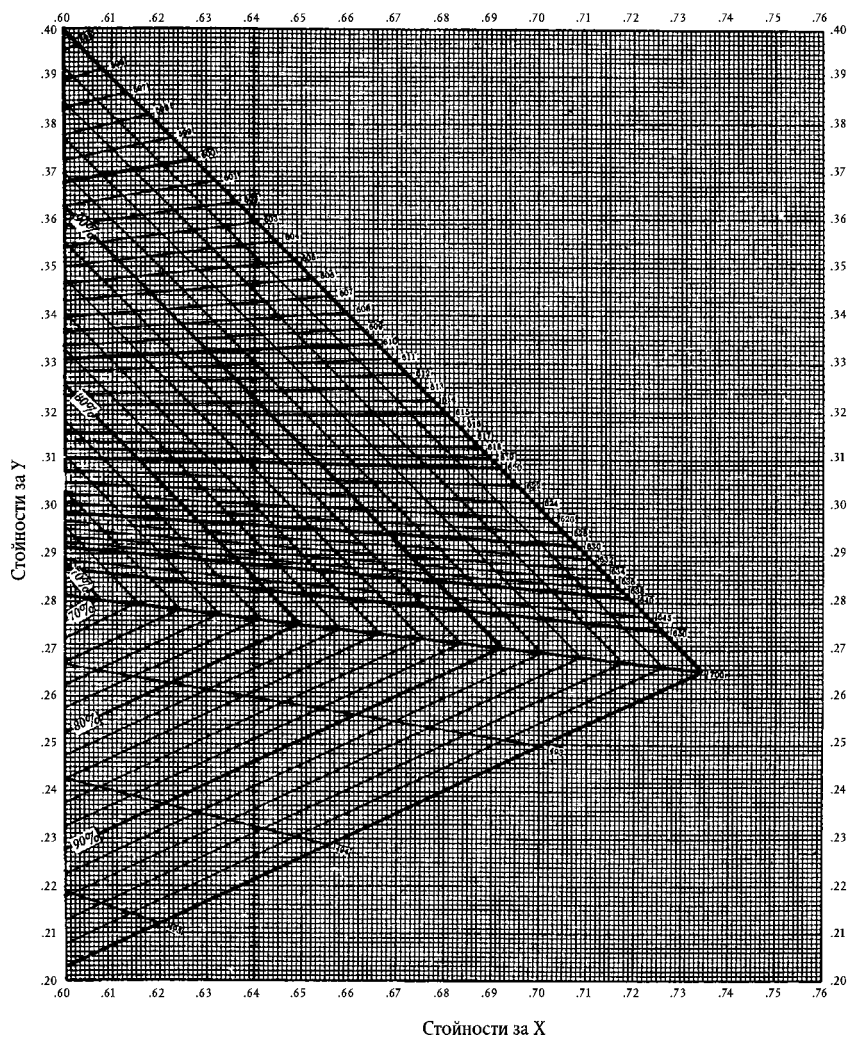
▼B



ФИГУРА 4

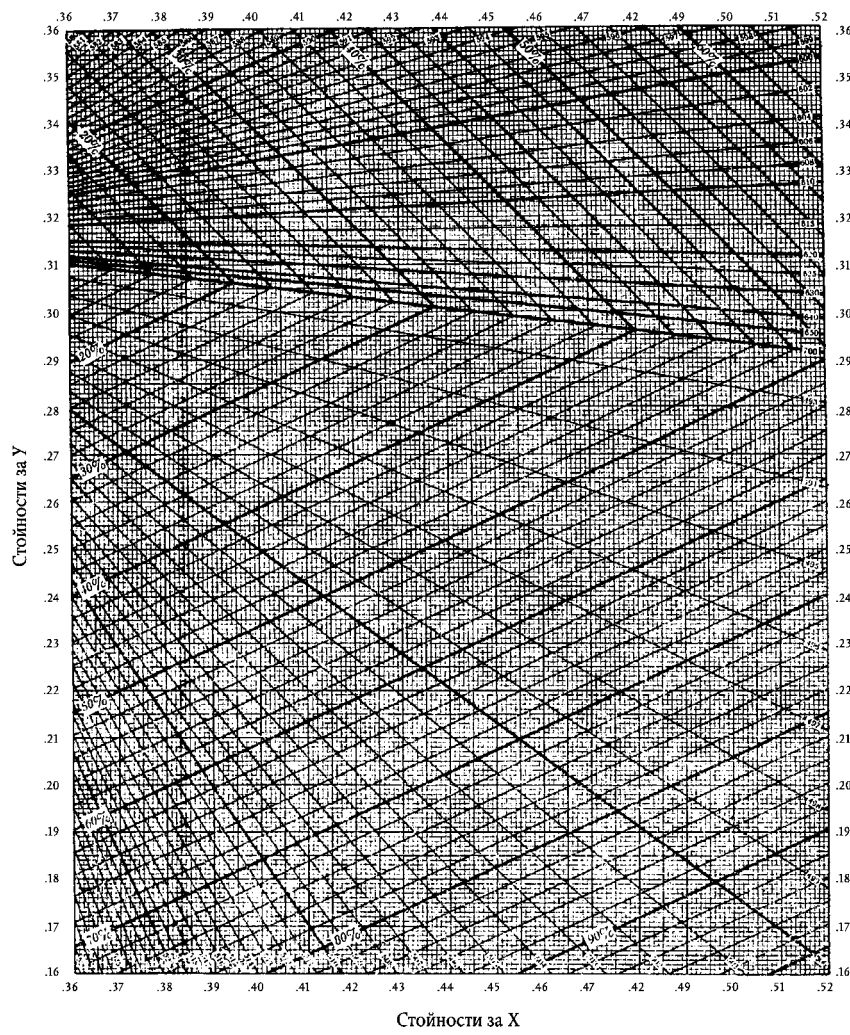
Хроматична диаграма за неподправени вина с ярко и
пурпурно червен цвят

▼B



ФИГУРА 5

Хроматична диаграма за неподправени вина с ярко
червен и пурпурно червен цвят

▼B

ФИГУРА 6

Хроматична диаграма за неподправени вина с ярко
червен и пурпурно червен цвят

▼B**2. РЕКТИФИЦИРАНА КОНЦЕНТРИРАНА МЪСТ****2.1. Принцип на метода**

Абсорбцията на ректифицираната концентрирана гроздова мъст се измерва при дължина на вълната 425 nm и оптичен път от един сантиметър след разреждане, което довежда концентрацията на захар до 25 % (m/m) (25° Brix).

2.2. Апаратура

2.2.1. Спектрофотометър, с който измерванията се извършват при дължина на вълната между 300 и 700 nm.

2.2.2. Стъклени кювети с дължина на оптичния път един сантиметър.

2.2.3. Мембранен филтър с размер на порите 0,45 µm.

2.3. Начин на работа**2.3.1. Приготвяне на пробата**

Използва се разтворът с концентрация на захар 25 % (m/m) (25° Brix), приготвен, съгласно указанията в глава „Определяне на рН“, точка 4.1.2. Филтрира се през мембранен филтър с диаметър на порите 0,45 µm.

2.3.2. Определяне на абсорбцията

Скалата за отчитане стойностите на абсорбция се нулират при дължина на вълната 425 nm, като се използва кювета с дестилирана вода и дължина на оптичния път 1 cm.

При същата дължина на вълната се измерва абсорбцията *A* на разтвора, съдържащ 25 % захар (25° Brix), приготвен съгласно указанията в точка 2.3.1 и поставен в кювета с оптичен път 1 cm.

2.4. Изразяване на резултатите

Абсорбцията на ректифицираната концентрирана гроздова мъст при дължина на вълната 425 nm в разтвор, съдържащ 25 % захар (25° Brix), се определя с точност до втория десетичен знак.

▼ B**41. ОПРЕДЕЛЯ ИНДЕКСА НА ФОЛИН-ЧИКАЛТО****1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

Индексът на Фолин-Чикалто се получава от прилагането на долуописания метод на анализ.

2. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Всички фенолни съединения, съдържащи се във виното, се окисляват в присъствието на реагента на *Фолин-Чикалто*. Този реагент се получава от смес на фосфор-волфрамова киселина ($H_3PW_{12}O_{40}$) и фосфор-молибденова киселина ($H_3PMo_{12}O_{40}$), която след окисляване на фенолите се редуцира до смес от сини окиси на волфрама (W_8O_{23}) и молибдена (Mo_8O_{23}).

Полученото синьо оцветяване достига максимална абсорбцията при дължина на вълната 750 nm и е пропорционално на общото количество първоначални фенолни съединения.

3. РЕАГЕНТИ

Всички реагенти са с квалификация „химически чисти за анализи“. Използваната вода е дестилирана или с еквивалентна чистота.

3.1. Реагент на Фолин-Чикалто

Реагентът се предлага в готов вид в търговската мрежа. Приготвя се по следния начин: в 700 ml дестилирана вода се разтварят 100 g натриев волфрамат ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$) и 25 g натриев молибдат ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$). Добавят се 50 ml 85 % фосфорна киселина ($\rho_{20} = 1,71 \text{ g/ml}$) и 100 ml концентрирана солна киселина ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$). Разтворът се довежда до кипене и се оставя да ври в продължение на 10 часа в условията на свободно извирание на водата, след което към него се прибавят 150 g литиев сулфат ($Li_2SO_4 \cdot H_2O$) и няколко капки бром. Довежда се отново до кипене в продължение на 15 минути. Охлажда се и се долива с дестилирана вода до един литър.

3.2. Безводен натриев карбонат (Na_2CO_3), превърнат в разтвор 20 % (m/v).**4. АПАРАТУРА**

Обикновена лабораторна апаратура и по-специално:

4.1. Мерителни колби с обем 100 ml.**4.2. Спектрофотометър, годен за работа при дължина на вълната 750 nm.****5. НАЧИН НА РАБОТА****5.1. Червени вина**

Като се спазва строго следната последователност, в мерителна колба от 100 ml (точка 4.1) се прехвърлят:

1 ml вино, предварително разрежено в съотношение 1:5;

50 ml дестилирана вода;

5 ml реагент на Фолин-Чикалто (точка 3.1);

20 ml разтвор на натриев карбонат (точка 3.2).

Долива се с дестилирана вода до 100 ml.

Хомогенизира се чрез разбъркване. Изчаква се 30 минути докато се стабилизира реакцията, след което се измерва абсорбцията при дължина на вълната 750 nm в кювета с дължина на оптичния път един сантиметър спрямо празна проба, приготвена с дестилирана вода вместо вино.

▼B

Ако стойността на абсорбцията не клони към 0,3, пробата се разрежда в подходящо съотношение.

5.2. Бели вина

Прилага се същият начин на работа, като в пробата се поставя 1 ml неразредено вино.

5.3. Ректифицирана концентрирана гроздова мъст**5.3.1. Приготвяне на пробата**

Използва се разтворът с концентрация на захар 25 % (m/m) (25° Brix), приготвен по начина, описан в глава „Определяне на pH“, точка 4.1.2.

5.3.2. Измерване

Процедира се по начина, описан за червеното вино (точка 5.1), като се използва проба от 5 ml съгласно указанията в точка 5.3.1. Измерва се абсорбцията спрямо празна проба, приготвена от 5 ml разтвор на инвертна захар с концентрация 25 % (m/m).

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ**6.1. Метод на изчисление**

Резултатът се изразява под формата на индекс, получен от умножаването стойността на абсорбцията по: а) 100 за разредените в съотношение 1:5 червени вина (или по съответния коефициент на разреждане за други разтвори); б) 20 за белите вина. За ректифицираната концентрирана мъст резултатът се умножава по 16.

6.2. Повторяемост

Разликата между резултатите от две паралелни или последователни определяния, извършени от един и същ анализатор с една и съща проба при еднакви условия, не трябва да е по-голяма от единица.

Добра повторяемост на резултатите се постига с изключително чиста апаратура (мерителните колби и спектрофотометричните кювети).

▼B**42. СПЕЦИФИЧНИ МЕТОДИ ЗА АНАЛИЗ НА РЕКТИФИЦИРАНАТА КОНЦЕНТРИРАНА МЪСТ**

а) ОБЩИ КАТИОНИ

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Пробата се третира през силно кисела катионообменна смола. Катионите се обменят срещу H^+ . Общите катиони се представят като разликата между общата киселинност на елюата и тази на анализираната проба.

2. АПАРАТУРА

2.1. Стъклена колона с вътрешен диаметър 10—11 mm и дължина приблизително 300 mm с канюла за изтичане.

2.2. рН-метър със скала, разграфена най-малко в 0,1 рН мерни единици.

2.3. Електроди:

— стъклен електрод, съхраняван в дестилирана вода;

— каломелов електрод/референтен електрод с наситен калиев хлорид, съхраняван в наситен разтвор калиев хлорид; или

— комбиниран електрод, съхраняван в дестилирана вода.

3. РЕАГЕНТИ

3.1. Силна катион-обменна смола в H^+ форма, предварително наикиснатата във вода за една нощ, за да набъбне.

3.2. 0,1 M разтвор на натриев хидроксид.

3.3. Хартен рН-индикатор.

4. НАЧИН НА РАБОТА

4.1. Приготвяне на пробата

Използва се разтворът, получен от разреждането на ректифицирана концентрирана гроздова мъст до 40 % (m/v) съгласно описанието в глава „Определяне на обща киселинност“, точка 5.1.2.

4.2. Подготовка на йонообменната колона

В колоната се поставят приблизително 10 ml от предварително набъбнала йонообменна смола в H^+ форма. Колоната се изплаква с дестилирана вода до пълното изчезване на киселинността, като за проверка се използва хартиен индикатор.

4.3. Йонен обмен

През колоната се пропускат 100 ml от разтвора на ректифицираната концентрирана гроздова мъст, приготвен съгласно точка 4.1, със скорост една капка на секунда. Елюатът се събира в бехерова чаша. Колоната се изплаква с 50 ml дестилирана вода. Киселинността на елюата (включително водата от изплакването) се титрува с 0,1 M разтвор на натриев хидроксид, докато рН достигне 7 при температура 20 °C. Алкалният разтвор се прибавя бавно, а полученият разтвор се разклаща продължително. С n ml се обозначава обемът на използвания 0,1 M разтвор на натриев хидроксид.

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Общите катиони в елюата се изразяват в милиеквиваленти на килограм обща захар с точност до първия десетичен знак.

▼ B

5.1. Изчисление

— Киселинността на елюата се изразява в милиеквиваленти на килограм ректифицирана концентрирана гроздова мъст по формулата:

$$E = 2,5 n.$$

— Общата киселинност на ректифицираната концентрирана мъст в милиеквиваленти на килограм (виж „Определяне на обща киселинност“, точка 6.1.2) е равна на *a*.

— Общите катиони се изразяват в милиеквиваленти на килограм обща захар:

$$\frac{2,5 n a}{P} \times 100$$

където

P = концентрация на обща захар (m/m), изразена в проценти.

б) ПРОВОДИМОСТ

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

Електропроводимостта на течна колона, определена от два паралелни платинени електрода в двата ѝ края, се измерва посредством едно от рамената на Уитстонов мост.

Проводимостта се изменя с промяната в температурата и затова стойността ѝ се изразява при температура 20 °C.

2. АПАРАТУРА

2.1. Кондуктометър, позволяващ измерванията на проводимостта да се извършват в обхват от 1 до 1 000 микросименса на сантиметър ($\mu\text{S cm}^{-1}$).

2.2. Водна баня за довеждане температурата на анализирания проба до около 20 °C (20 ± 2 °C).

3. РЕАГЕНТИ

3.1. Дейонизирана вода със специфична проводимост под $2 \mu\text{S cm}^{-1}$ при температура 20 °C.

3.2. Референтен разтвор на калиев хлорид.

В дейонизирана вода (точка 3.1) се разтварят 0,581 g калиев хлорид (KCl), предварително изсушен до постоянна маса при температура 105 °C. Допълва се до един литър с дейонизирана вода (точка 3.1). Разтворът има проводимост от $1\,000 \mu\text{S cm}^{-1}$ при температура 20 °C и е годен за употреба в продължение на не повече от три месеца.

4. НАЧИН НА РАБОТА

4.1. Приготвяне на пробата за анализ

Използва се разтвор с концентрация на обща захар 25 % (m/m) (25° Brix), както е описано в глава „Определяне на pH“, точка 4.1.2.

4.2. Определяне на проводимостта

Температурата на пробата за анализ се довежда до 20 °C, като се постави във водна баня. Поддържа се с точност до $\pm 0,1$ °C.

Клетката за проводимост се промива два пъти с тест-разтвора.

Измерва се проводимостта. Полученият резултат се изразява в $\mu\text{S cm}^{-1}$.

▼ В**5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ**

Резултатът, получен за разтвора на ректифицирана концентрирана гроздова мъст с концентрация 25 % (m/m) (25° Brix), се изразява в микросименси на сантиметър ($\mu\text{S cm}^{-1}$) при температура 20 °C.

5.1. Изчисление

Ако апаратът не е снабден с компенсатор на температурата, проводимостта се коригира, като се използва таблица I. Ако температурата е по-ниска от 20 °C, корекцията се добавя. Ако температурата е по-висока от 20 °C, корекцията се изважда.

ТАБЛИЦА I

Корекция на проводимостта за температури, различни от 20 °C, (в $\mu\text{S cm}^{-1}$)

Проводимост	Температура (°C)									
	20,2 19,8	20,4 19,6	20,6 19,4	20,8 19,2	21,0 19,0	21,2 18,8	21,4 18,6	21,6 18,4	21,8 18,2	22,0 ⁽¹⁾ 18,0 ⁽²⁾
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
50	0	0	1	1	1	1	1	2	2	2
100	0	1	1	2	2	3	3	3	4	4
150	1	1	2	3	3	4	5	5	6	7
200	1	2	3	3	4	5	6	7	8	9
250	1	2	3	4	6	7	8	9	10	11
300	1	3	4	5	7	8	9	11	12	13
350	1	3	5	6	8	9	11	12	14	15
400	2	3	5	7	9	11	12	14	16	18
450	2	3	6	8	10	12	14	16	18	20
500	2	4	7	9	11	13	15	18	20	22
550	2	5	7	10	12	14	17	19	22	24
600	3	5	8	11	13	16	18	21	24	26

⁽¹⁾ Добавяне на корекцията.

⁽²⁾ Изваждане на корекцията.

в) ХИДРОКСИМЕТИЛФУРФУРОЛ (НМФ)**1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА****1.1. Колориметричен метод**

Алдехидните производни на фурана, най-важният от които е хидроксиметилфурфуролът, реагират с барбитуровата киселина и паратолуидина, при което се получава червено съединение. Определя се чрез колориметрия при дължина на вълната 550 nm.

1.2. Високоэффективна течна хроматография (HPLC)

Изолиране чрез пропускане през хроматографска колона с обрънатата фаза и определяне при дължина на вълната 280 nm.

2. КОЛОРИМЕТРИЧЕН МЕТОД**2.1. Апаратура**

2.1.1. Спектрофотометър за измервания при дължина на вълната между 300 и 700 nm.

▼ B

2.1.2. Стъклени кювети с дължина на оптичния път един сантиметър.

2.2. Реагенти

2.2.1. *Разтвор на барбитурова киселина, 0,5 % (m/v).*

В дестилирана вода се разтварят 500 mg барбитурова киселина ($C_4O_3N_2H_4$). Разтворът се загрява леко на водна баня при температура 100 °C. Долива се с дестилирана вода до 100 ml. Годен е за употреба в продължение на една седмица.

2.2.2. *Разтвор на паратулоидин 10 % (m/v).*

В мерителна колба с обем 100 ml се прехвърлят 10 g паратулоидин ($C_6H_4(CH_3)NH_2$), добавят се 50 ml изопропанол ($CH_3CH(OH)CH_3$) и 10 ml ледена оцетна киселина (CH_3COOH) ($\rho_{20} = 1,05$ g/ml). Полученият обем се довежда до 100 ml с изопропанол. Разтворът се подновява всеки ден.

2.2.3. *Воден разтвор на етанал (ацеталдехид) (CH_3CHO), 1 % (m/v).*

Приготвя се непосредствено преди употреба.

2.2.4. *Воден разтвор на хидроксиметилфурфурол ($C_6O_3H_6$), 1 g/l.*

Чрез поредни разреждания се приготвят разтвори, съдържащи съответно 5, 10, 20, 30 и 40 mg/l. Разтворът с концентрация един грам на литър и разредените разтвори се приготвят непосредствено преди употреба.

2.3. Начин на работа

2.3.1. *Приготвяне на пробата за анализ*

Използва се разтвор, получен от разреждането на ректифицирана концентрирана гроздова мъст до 40 % (m/v), както е описано в глава „Определяне на обща киселинност“, точка 5.1.2. Анализът се извършва за 2 ml от разтвора.

2.3.2. *Колориметрично определяне*

В две колби *a* и *b* с обем 25 ml със запушалки от шлифовано стъкло се поставят по 2 ml от пробата, приготвена съгласно инструкциите в точка 2.3.1. Във всяка от тях се добавят по 5 ml разтвор на паратулоидин (точка 2.2.2) и се разбърква. Доливат се един милилитър дестилирана вода в колба *b* (празна проба) и един милилитър барбитурова киселина (точка 2.2.1) в колба *a*. Хомогенизират се с разклащане. Съдържанието на колбите се прехвърля в спектрофотометрични кювети с дължина на оптичния път един сантиметър. Скалата за отчитане на абсорбцията се нулира, като се използва съдържанието на колба *b* за дължина на вълната 550 nm. Проследяват се колебанията в абсорбцията на съдържанието в колба *a*; записва се максималната стойност на абсорбция *A*, която се достига след две до пет минути.

Пробите с концентрация на хидроксиметилфурфурол, по-голяма от 30 mg/l, се разреждат преди анализа.

2.3.3. *Построяване на калибровъчна крива*

В два набора от колби „*a*“ и „*b*“, всяка от които с обем 25 ml, се прехвърлят 2 ml от разтворите на хидроксиметилфурфурол с концентрация съответно 5, 10, 20, 30, и 40 mg/l (точка 2.2.4), след което работата продължава съгласно указанията, дадени в точка 2.3.2.

Графиката с измененията в абсорбцията при концентрация на хидроксиметилфурфурол, изразена в милиграми на литър, е права линия, преминаваща през центъра на координатната система.

▼ В**2.4. Изразяване на резултатите**

Концентрацията на хидроксиметилфурфуrol в ректифицираната концентрирана гроздова мъст се изразява в милиграма на килограм (mg/kg) обща захар.

2.4.1. Метод на изчисление

Концентрацията на хидроксиметилфурфуrol C mg/l в анализиранията проба е отчетената на калибровъчната крива концентрация, която съответства на измерената от пробата абсорбция A .

Концентрацията на хидроксиметилфурфуrol, изразена в милиграми на килограм обща захар, се изчислява по формулата:

$$250 \times \frac{C}{P}$$

където

P = концентрация на обща захар в ректифицираната концентрирана гроздова мъст (m/m) в проценти.

3. ВИСОКОЕФЕКТИВНА ТЕЧНА ХРОМАТОГРАФИЯ**3.1. Апаратура****3.1.1. Високоэффективен течен хроматограф, снабден със:**

- инжектор — йозе, 5 μ l или 10 μ l;
- спектрофотометричен детектор за измервания при дължина на вълната 280 nm;
- колона от силика гел (например *Boandapak C18 - Corasil, Waters Ass.*);
- записващ устройство — по възможност интегратор.

Скорост на потока на подвижната фаза: 1,5 ml/min.

3.1.2. Мембранен филтър с диаметър на порите 0,45 μ m.**3.2. Реагенти****3.2.1. Двойно дестилирана вода.****3.2.2. Метанол (CH₃OH), разреден или за HPLC.****3.2.3. Оцетна киселина (CH₃COOH) (ρ = 1,05 g/ml).****3.2.4. Подвижна фаза: вода-метанол (точка 3.2.2) и оцетна киселина (точка 3.2.3), предварително филтрирани през мембранен филтър (0,45 μ m), (40:9:1 v/v).**

Подвижната фаза се приготвя всеки ден и се дегазира преди употреба.

3.2.5. Референтен разтвор на хидроксиметилфурфуrol, 25 mg/l (v/v).

В мерителна колба с обем 100 ml се поставят 25 mg точно претеглен хидроксиметилфурфуrol (C₆H₃O₆) и се долива до марката с метанол (точка 3.2.2). Разтворът се разрежда с метанол (точка 3.2.2) в съотношение 1:10 и се филтрира през мембранен филтър (0,45 μ m).

Съхраняван в кафяво шише в хладилник, разтворът има трайност от две до три седмици.

3.3. Начин на работа**3.3.1. Приготвяне на пробата за анализ**

Използва се разтвор, получен от разреждането на ректифицирана концентрирана гроздова мъст до 40 % (m/v), съгласно указанията в

▼ В

глава „Определяне на обща киселинност“, точка 5.1.2, който се филтрира през мембранен филтър (с размер на порите 0,45 µm).

3.3.2. *Хроматографски анализ*

В хроматографа се инжектират 5 (или 10) µl от пробата, приготвена съгласно точка 3.3.1, и 5 (или 10) µl от референтния разтвор на хидроксиметилфурфурол (точка 3.2.5). Записва се хроматограмата.

Времето на задържане на хидроксиметилфурфуrol е приблизително 6—7 минути.

3.4. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Съдържанието на хидроксиметилфурфурол в ректифицираната концентрирана гроздова мъст се изразява в милиграми на килограм обща захар.

3.4.1. *Метод на изчисление*

Ако C в mg/l е концентрацията на хидроксиметилфурфурол в разтвор 40 % (m/v) на ректифицирана концентрирана гроздова мъст,

концентрацията на хидроксиметилфурфурол, изразена в милиграми на килограм обща захар, е равна на:

$$250 \times \frac{C}{P}$$

където

P = концентрация на обща захар (m/m) в ректифицираната концентрирана гроздова мъст в проценти.

г) ТЕЖКИ МЕТАЛИ

1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА

I. **Бърз метод за оценка на тежки метали**

Тежките метали се откриват в подходящо разрежена ректифицирана концентрирана гроздова мъст по оцветяването, получено вследствие образуването на сулфиди. Те се анализират въз основа на сравнение със стандартен разтвор на олово, отговарящ на максимално допустимата концентрация.

II. **Определяне съдържанието на олово с атомно-абсорбционна спектрофотометрия**

Полученият от взаимодействието на олово и амониев пиролидиндитиокарбамат хелат се екстрахира с помощта на метилизобутилкетон. Абсорбцията се измерва при дължина на вълната 283,3 nm. Съдържанието на олово се определя, като се използват допълнителни количества от метала, участващи в серия референтни разтвори с известна концентрация.

2. БЪРЗ МЕТОД ЗА ОЦЕНКА НА ТЕЖКИ МЕТАЛИ

2.1. **Реагенти**2.1.1. *Разредена солна киселина, 70 % (m/v)*

Разреждат се 70 g солна киселина (HCl) ($\rho_{20} = 1,16—1,19$ g/ml) с вода в обем от 100 ml.

2.1.2. *Разредена солна киселина, 20 % (m/v)*

Разреждат се 20 g солна киселина (HCl) ($\rho_{20} = 1,16—1,19$ g/ml) с вода в обем от 100 ml.

▼ B

- 2.1.3. Разреден амоняк. Разреждат се 14 g амоняк (NH_3) ($\rho_{20} = 0,931\text{—}0,934\text{ g/ml}$) с вода в обем 100 ml.
- 2.1.4. *Буферен разтвор с рН 3,5*
В 25 ml вода се разтварят 25 g амониев ацетат ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$). Към тях се прибавят 38 ml разредена солна киселина (точка 2.1.1). Ако е необходимо, рН се коригира с разрежена солна киселина (точка 2.1.2) или разреден амоняк (точка 2.1.3). Допълва се с вода до 100 ml.
- 2.1.5. Разтвор на тиаоацетамид ($\text{C}_2\text{H}_5\text{SN}$), 4 % (m/v).
- 2.1.6. Разтвор на глицерол, 85 % (m/v), ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) ($n_{\text{D}}^{20} = 1,449\text{—}1,455$).
- 2.1.7. *Реагент на тиаоацетамид.*
Към 0,2 ml разтвор на тиаоацетамид (точка 2.1.5) се прибавя един милилитър смес, приготвена от 5 ml вода, 15 ml разтвор на 1 M натриев хидроксид и 20 ml глицерол (точка 2.1.6). Загрива се на водна баня при температура 100 °C в продължение на 20 секунди. Приготвя се непосредствено преди употреба.
- 2.1.8. *Разтвор, съдържащ 0,002 g олово на литър.*
Разтворът на олово с концентрация 1 g/l се приготвя, като в колба от 250 ml с вода се разтворят 0,400 g оловен нитрат ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) и се долее до 250 ml с вода. По време на работата разтворът се разрежда с вода на две части в 1 000 (v/v) за да се получи разтвор на олово с концентрация 0,002 g/l.

2.2. Начин на работа

Тест-проба с 10 g ректифицирана концентрирана гроздова мъст се разтваря в 10 ml вода. Добавят се 2 ml от буферния разтвор с рН 3,5 (точка 2.1.4) и се разбърква. Прибавят се 1,2 ml реагент — тиаоацетамид (точка 2.1.7). Смесват се веднага. Контролната проба се приготвя по същия начин, като се използват 10 ml разтвор на олово с концентрация 0,002 g/l (точка 2.1.8).

След 2 минути възможното оцветяване на ректифицираната концентрирана гроздова мъст не трябва да бъде по-наситено от оцветяването на контролната проба.

2.3. Изчисление

При гореописаните условия на работа контролната проба отговаря на максимално допустимата концентрация за тежките метали, изразена като олово — 2 mg/kg ректифицирана концентрирана гроздова мъст.

3. ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА ОЛОВО С АТОМНО-АБСОРБЦИОННА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ**3.1. Апаратура**

- 3.1.1. Атомно-абсорбционен спектрофотометър, снабден с горелка въздух-ацетилен.
- 3.1.2. Лампа с кух катод за определяне на олово.

3.2. Реагенти

- 3.2.1. *Разредена оцетна киселина*
Отмерват се 12 g ледена оцетна киселина ($\rho = 1,05\text{ g/ml}$) и се разтварят във вода. Полученият обем се долива до 100 ml.
- 3.2.2. Разтвор на амониев пиридиндитиокарбамат ($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_2$), 1 % (m/v).
- 3.2.3. Метилизобутилкетон ($(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$).

▼ B

3.2.4. Разтвор на олово (0,010 g/l).

Разтворът с концентрация 1 g/l (точка 2.1.8) се разрежда до 1 % (v/v).

3.3. **Начин на работа**3.3.1. *Приготвяне на разтвора за анализ*

Разтварят се 10 g от ректифицираната концентрирана мъст в смес от равни части ледена оцетна киселина (точка 3.2.1) и вода. Долива се до 100 ml със същата смес.

Добавят се 2 ml от разтвора на амониев пиролидиндитиокарбамат (точка 3.2.2) и 10 ml метилизобутилкетон (точка 3.2.3). Предпазен от ярка светлина, разтворът се разклаща в продължение на 30 секунди. Остава се да се отдели двата слоя. Използва се метилизобутилкетоновият слой.

3.3.2. *Приготвяне на референтните разтвори*

Приготвят се три референтни разтвора, които освен 10 g ректифицирана концентрирана гроздова мъст, съдържат още и 1, 2 и 3 ml разтвор на олово с концентрация 0,010 g/l (точка 3.2.4). Третират се по същия начин като разтвора за анализ.

3.3.3. *Контролна проба*

Контролната проба се приготвя при същите условия, описани в точка 3.3.1, но без добавяне на ректифицирана концентрирана гроздова мъст.

3.3.4. *Определяне*

Вълната се настройва на 283,3 nm.

Метилизобутилкетонът от контролната проба се атомизира в пламъка на горелката и се нулира скалата за отчитане на абсорбцията.

Определя се абсорбцията на разтвора за анализ и референтните разтвори, като се работи със съответните екстракти на разтворителите.

3.4. **Изразяване на резултатите**

Съдържанието на олово се изразява в милиграми на килограм ректифицирана концентрирана гроздова мъст с точност до първия десетичен знак.

3.4.1. *Изчисление*

Построява се крива с измененията в абсорбцията като функция от концентрацията на олово, добавено към референтните разтвори. В началото на координатната система (0) се нанася концентрацията на разтвора за анализ.

Екстраполира се правата линия, свързваща точките, до пресичането ѝ с отрицателните стойности по оста на концентрация. Концентрацията на разтвора за анализ се изчислява от разстоянието между точката на пресичане и началото на координатната система.

д) **ХИМИЧНО ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЕТАНОЛ**

Методът се използва за определя съдържанието на алкохол в нискоалкохолни течности като мъст, концентрирана мъст и ректифицирана концентрирана гроздова мъст.

▼ B

1. **ПРИНЦИП НА МЕТОДА**

Обикновена дестилация. Окисляване на етанола в дестилата с калиев бихромат. Титруване на излишъка от бихромат с разтвор на желязо (II).
2. **АПАРАТУРА**
 - 2.1. Използва се дестилационният апарат, описан в „Определяне на алкохолното съдържание“, точка 3.2.
3. **РЕАГЕНТИ**
 - 3.1. **Разтвор на калиев бихромат**

В достатъчно количество вода се разтварят 33,600 g калиев бихромат ($K_2Cr_2O_7$), за да се получи един литър разтвор при температура 20 °C.

Един милилитър от този разтвор окислява 7,8924 mg алкохол.
 - 3.2. **Разтвор на феро (II) амониев сулфат**

В достатъчно количество вода се разтварят 135 g феро (II) амониев сулфат ($FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$), за да се получи един литър разтвор. Доливат се 20 ml концентрирана сярна киселина (H_2SO_4) ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml). Повече или по-малко полученият разтвор съответства на половината обем на разтвора от бихромат, когато е прясно приготвен. Окислява се бавно с течение на времето.
 - 3.3. **Разтвор на калиев перманганат**

В достатъчно количество вода, за да се получи един литър разтвор, се поставят 1,088 g калиев перманганат ($KMnO_4$).
 - 3.4. **Сярна киселина, разрежена в съотношение 1:2 (v/v)**

На малки части при непрекъснато разбъркване към 500 ml вода се прибавят 500 ml сярна киселина (H_2SO_4) ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml).
 - 3.5. **Реагент на железен ортофенантролин**

В 100 ml вода се разтварят 0,695 g железен сулфат ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$). Добавя се 1,485 g ортофенантролинов монохидрат ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$). Съдържанието се загрява, за да се улесни разтварянето. Полученият яркочервен разтвор има добра трайност.
4. **НАЧИН НА РАБОТА**
 - 4.1. **Дестилация**

В дестилационна колба се поставят 100 g ректифицирана концентрирана гроздова мъст и 100 ml вода. Дестилира се и дестилатът се събира в мерителна колба с обем 100 ml, след което се довежда до марката с вода.
 - 4.2. **Окисляване**

Използва се колба със запушалка от шлифовано стъкло и широко гърло, което позволява да бъде промивано без загуба на вещество. В нея се поставят 20 ml от разтвора за титруване — калиев бихромат (точка 3.1) и 20 ml от разредената сярна киселина 1:2 (v/v) (точка 3.4). Съдържанието се разклаща. Добавят се 20 ml от дестилата. Колбата се запушва и отново се разклаща. Изчаква се най-малко 30 минути, като периодично се разклаща (това е колбата с разтвор за измерване).

Разтворът на феро (II) амониев сулфат (точка 3.2) се титрува спрямо разтвор на калиев бромат, като за целта в идентична

▼ B

колба се поставят същите количества от реагентите, но дестилатът (20 ml) се заменя с 20 ml дестилирана вода (това е контролната проба).

4.3. Титруване

Към съдържанието на колбата с пробата, приготвена за измерване, се добавят четири капки от ортофенантролиновия разтвор (точка 3.5). Излишният бихромат се титрува чрез добавяне на феро (II) амониев сулфат (точка 3.2). Добавянето на разтвора от желязо се преустановява, когато сместа промени цвета си от зеленосин на кафяв.

За по-точното определяне края на титруването, цветът на сместа се възстановява, т.е. променя се от кафяв в зеленосин, с разтвор на калиев перманганат (точка 3.3). От обема на добавения феро (II) амониев сулфат се изважда една десета от обема на използвания разтвор. С n ml се означава разликата между обемите.

По същия начин се работи и с контролната проба. Разликата в обемите се обозначава с n ml.

5. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Съдържанието на етанол се изразява в грамове на килограм обща захар и се определя с точност до първия десетичен знак.

5.1. Метод на изчисление

n ml от разтвора на желязо редуцира 20 ml от обема на бихроматния разтвор, който от своя страна води до окисляването на 157,85 mg чист етанол.

Един милилитър от разтвора на двувалентно желязо има същата редуцираща сила като:

$$\frac{157,85}{n} \text{ mgetанол.}$$

n ml от разтвора на двувалентно желязо има същата редуцираща сила като:

$$157,85 \times \frac{(n \text{ ml})}{n} \text{ mgetанол.}$$

Концентрацията на етанол в грамове на килограм ректифицирана концентрирана гроздова мъст се изчислява по формулата:

$$7,892 \times \frac{(n \text{ ml})}{n}$$

Концентрацията на етанол в грамове на килограм обща захар се изчислява по формулата:

$$789,2 \times \frac{(n \text{ ml})}{n P}$$

където

P = концентрация (m/m) от общата захар в проценти.

е) МЕЗО-ИНОЗИТОЛ, СЦИЛО-ИНОЗИТОЛ И ЗАХАРОЗА**1. ПРИНЦИП НА МЕТОДА**

Газова хроматография на силанови производни.

2. РЕАГЕНТИ

2.1. Вътрешен стандарт: ксилитол (течен разтвор от около 10 g/l, към който с върха на шпатула е добавен натриев азид).

2.2. Бис-триметилсиллил-трифлуорацетамид — BSTFA — (C₈H₁₈F₃NOSi₂).

▼B

- 2.3. Триметилхлоросилан (C_3H_9ClSi).
- 2.4. Пиридин р.А. (C_5H_5N).
- 2.5. Мезо-инозитол ($C_6H_{12}O_6$).

3. АПАРАТУРА

- 3.1. Газов хроматограф, оборудван със:
- 3.2. Капилярна колона (например в разтопен кварц с размери: дължина 25 m и вътрешен диаметър 0,3 mm, покрита с филм OV 1 с дебелина 0,15 μm).

Експериментални условия:

- газ-носител: водород или хелий,
 - дебит на газ-носителя: около 2 ml/min,
 - температура на инжектора и детектора: 300 °C,
 - програмиране на температурата: 1 минута при 160 °C, 4 °C на минута до 260 °C, поддържане на постоянна температура от 260 °C в продължение на 15 минути,
 - съотношение на разделяне: около 1:20.
- 3.3. Интегратор.
 - 3.4. Микроспринцовка — 10 μl .
 - 3.5. Микропипети — 50, 100 и 200 μl .
 - 3.6. Колба с обем 2 ml с тефлонова запушалка.
 - 3.7. Сушилня.

4. МЕТОД НА РАБОТА

Прецизно претеглена проба от приблизително 5 g ректифицирана концентрирана гроздова мъст се поставя в колба с обем 50 ml. Добавя се един милилитър от стандартен разтвор на ксилитол (точка 2.1) и вода до марката. След хомогенизиране на пробата 100 μl от разтвора се поставят в колба (точка 3.6), където се изсушават на слаба въздушна струя. Ако е необходимо, могат да се прибавят 100 μl чист етилов алкохол за улесняване на изпаряването.

Утайката се разтваря внимателно в 100 μl пиридин (точка 2.4). Добавят се 100 μl бис-триметилсилил-трифлуорацетамид (точка 2.2) и 10 μl триметилхлорсилан (точка 2.3). Колбата се запущва с тефлонова запушалка и се нагрява в сушилня до температура 60 °C в продължение на един час.

С помощта на нагрята куха игла се инжектират 0,5 μl от бистрата течност в хроматографа, като се спазва установеното съотношение на разделяне.

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

- 5.1. Приготвя се разтвор, съдържащ:

60 g/l глюкоза, 60 g/l фруктоза, 1 g/l мезо-инозитол и 1 g/l захароза.

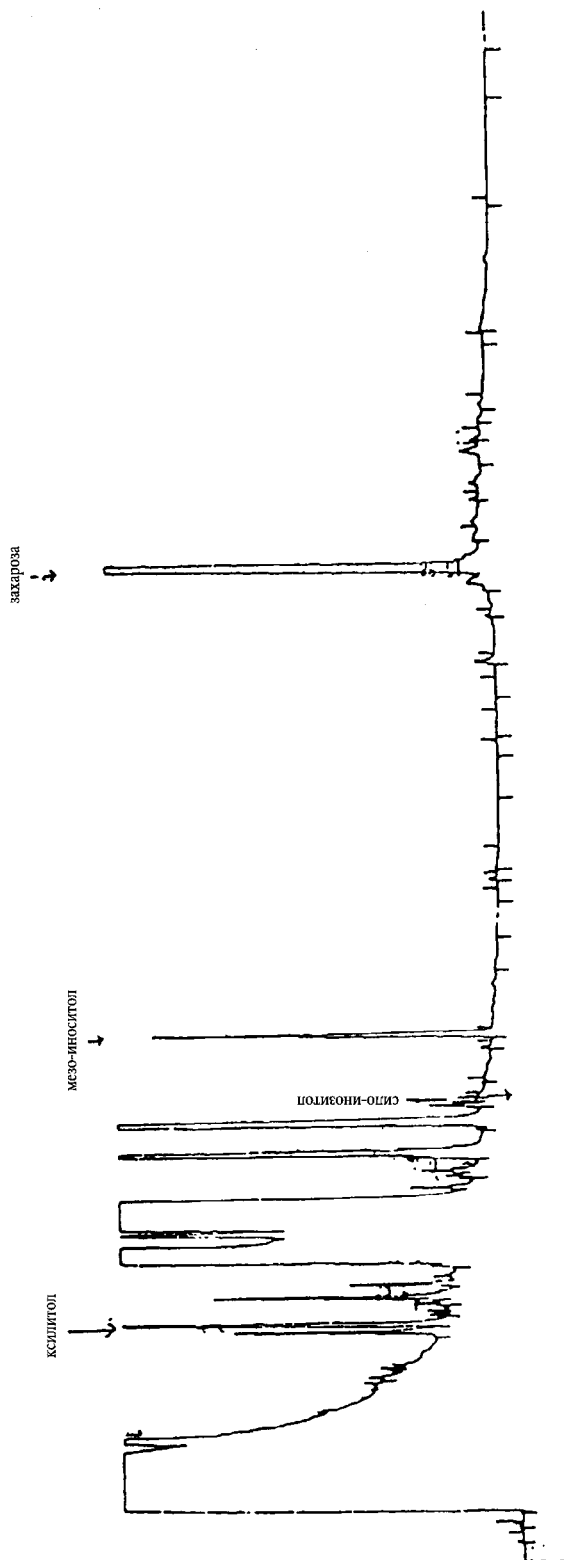
Претеглят се 5 g от разтвора и се следва процедурата, описана в точка 4. От получената хроматограма се изчисляват резултатите за мезо-инозиола и захарозата по отношение на ксилитола.

За сцило-инозитол, който не се предлага в готов вид в търговската мрежа и има време на задържане, намиращо се между последния пик на аномеричната форма на глюкозата и пика на мезо-инозиола (виж приложената диаграма), се взима същият резултат като за мезо-инозиола.

▼В

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

- 6.1. Мезо-инозитолът и сцило-инозитолът се изразяват в милиграми на килограм обща захар. Захарозата се изразява в грамове на килограм гроздова мъст.



Хроматограма в газова фаза на мезо-инозитол, сцило-инозитол и захароза

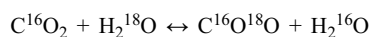
▼ **M6****43. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ИЗОТОПНОТО СЪОТНОШЕНИЕ $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ КЪМ ВОДНОТО СЪДЪРЖАНИЕ НА ВИНОТО****I. ОПИСАНИЕ НА МЕТОДА****1. Цел на метода**

Настоящият метод има за цел да измери изотопното съотношение $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ на води с различен произход. Изотопното съотношение $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ може да бъде изразено като отклонение δ ‰ спрямо стойността на изотопното съотношение на международния еталонен образец V.SMOW:

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

2. Принцип

Изотопното съотношение $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ 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 диоксид, получен след обмен с водата във виното, съгласно следната реакция:



Въглеродният диоксид в газова фаза се използва за анализ.

3. Реагенти

- въглероден диоксид 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 по отношение на еталонния образец на Международната агенция за атомна енергия във Виена (МААЕ).

4. Лабораторно оборудване

- мас-спектрометър за изотопни отношения със собствена повторяемост 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 и 46
- термостатна система ($\pm 0,5$ °C) за реализиране на равновесие между CO_2 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

▼ **M6**

- 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 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 (± 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 продухват 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 нагреят 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 диоксид 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 диоксид се прехвърля във въвеждащата камера на масовия спектрометър с помощта на капиларна тръбичка и измерването се извършва съгласно специфичния протокол за конкретния вид оборудване.

6. Изчисления и изразяване на резултатите

Относителната разлика δ' на интензитетите на йоните m/z 46 и 44 (I_{46}/I_{44}) между пробите и еталонния образец се изчислява с помощта на формулата:

▼ M6

$$\delta'_{\text{проба}} = \left[\frac{(I_{46}/I_{44})_{\text{проба}}}{(I_{46}/I_{44})_{\text{еталон}}} - 1 \right] \times 1000$$

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

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

Приетата за SLAP стойност е равна на $-55,5\%$ 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 $0,24\%$
- възпроизводимостта (R) е равна на $0,50\%$.

▼ **M7****44. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЕТИЛКАРБАМАТ ВЪВ ВИНО: МЕТОД НА ИЗБИРАТЕЛНОТО ДЕТЕКТИРАНЕ ЧРЕЗ ИЗПОЛЗВАНЕ НА ГАЗОВА ХРОМАТОГРАФИЯ/МАСОВА СПЕКТРОМЕТРИЯ**

(Приложим за доказването на етилкарбамат за концентрации между 10 и 200 µg/l)

(*Внимание:* да се спазват мерките за безопасност при работа с химикалите етанол, ацетон и канцерогенните материали (етилкарбамат и дихлорометан). Използваните разтворители да се отстраняват в съответствие с действащото законодателство за опазване на околната среда.)

A. Принцип

Взема се проба, в която се прибавя пропилкарбамат като вътрешен стандарт, разтворът се разрежда с вода и се поставя в 50-милилитрова колона за екстракция на твърдата фаза. Етилкарбаматът и пропилкарбаматът се елуират чрез дихлорометан.

Елуатът се изпарява във вакуумен ротационен изпарител. Така полученият концентрат се анализира чрез газова хроматография (GC). Детектирането става чрез масова спектрометрия, като се използва фрагментометрия в SIM режим (мониторинг на избрани йони).

B. Апаратура и хроматографски условия (пример)

- а) Газова хроматограма/масов спектрометър (GC/MS) и при необходимост филтър за пробите и система за обработка на данните или еквивалентна апаратура.

Кварцова капилярна колонка с вътрешен диаметър 30 m ⁽¹⁾ × 0,25 mm, 0,25 µg Carbowax 20M.

Операция: инжектор 180 °C, хелиев вектор при 1 ml/минута при 25 °C, инжектиране чрез неразпръскващ метод.

График на температурата: 40 °C за 0,75 минути, след което се повишава с 10 °C/минута до достигане на 60 °C, след това с 3 °C/минута до достигане на 150 °C ⁽²⁾, повишава се до 220 °C и се поддържа в продължение на 4,25 минути. Специфичното време на задържане на за етилкарбамата е 23—27 минути, а за пропилкарбамата е 27—31 минути.

Интерфейс на газовата хроматограма/спектрометъра (GC/MS): линия на трансфера 220 °C. Параметрите на масовия спектрометър се нагласяват ръчно с перфлуоротрибутиламин и се оптимизират за ниска масова чувствителност, режим на приемане SIM, време на забавяне на разтворителя и начало на приемането 22 минути, време на задържане/йон 100 ms.

- б) Вакуумен ротационен изпарител или друга концентрираща система, сходна с Kuderna Danish.

(*Внимание:* степента на извличане на етилкарбамат от опитната проба, точка B, буква ж), трябва да бъде между 90 и 110 % по време на процеса.)

- в) Колба — крушовидна, 300-милилитрова, еднократно шлифовано гърло.

- г) Концентрационна тръба — 4-милилитрова, градуирана, със съединение с тефлоново покритие и запушалка.

B. Реагенти

- а) Ацетон — качество LC

(*Внимание:* всяка партида да се проверява преди употреба в GC/MS за липса на ответна реакция за 62, 74 и 89 m/z йони.)

⁽¹⁾ За някои особено богати вина се предпочита капилярна колонка от 50 m.

⁽²⁾ За някои особено богати вина се предпочита графика на температурата да е от 2 °C/минута.

▼ M7

б) Дихлорометан

(Внимание: всяка партида да се анализира преди употреба в GC/MS след увеличение на концентрацията 200 пъти, за липса на ответна реакция за 62, 74 и 89 m/z йони.)

в) Етанол — безводен.

г) Стандартни разтвори на етилкарбамат (ЕС)

1. Изходен разтвор — 1,00 mg/ml. Претеглят се 100 mg ЕС (с чистота ≥ 99 %) в 100-милилитрова обемна колба и се разреждат с ацетон до марката.
2. Стандартен работен разтвор — 10,0 $\mu\text{g/ml}$. Прехвърля се 1 ml от изходния разтвор на ЕС в 100-милилитрова обемна колба и се разрежда с ацетон до марката.

д) Стандартни разтвори на пропилкарбамат (РС)

1. Изходен разтвор — 1,00 mg/ml. Претеглят се 100 mg РС (химически чист) в 100-милилитрова обемна колба и се разрежда с ацетон до марката.
2. Стандартен работен разтвор — 10,0 $\mu\text{g/ml}$. Прехвърля се 1 ml от изходния разтвор на РС в 100-милилитрова обемна колба и се разрежда с ацетон до марката.
3. Разтвор на РС за вътрешен стандарт — 400 ng/ml. Прехвърлят се 4 ml от стандартния работен разтвор на РС в 100-милилитрова обемна колба и се разреждат с вода до марката.

е) Стандартни калибровъчни разтвори на ЕС—РС

Разреждат се с дихлорометан стандартният работен разтвор на ЕС, буква г), параграф 2, и стандартният работен разтвор на РС, буква д), параграф 2, така че да се получат:

1. (100 ng ЕС и 400 ng РС)/ml;
2. (200 ng ЕС и 400 ng РС)/ml;
3. (400 ng ЕС и 400 ng РС)/ml;
4. (800 ng ЕС и 400 ng РС)/ml;
5. (1 600 ng ЕС и 400 ng РС)/ml.

ж) Опитна проба — 100 ng ЕС/ml в етанол 40 %.

Прехвърля се 1 ml от стандартния работен разтвор на ЕС, буква г), параграф 2, в 100-милилитрова обемна колба и се разрежда с етанол 40 % до марката.

з) Колона за екстракция на твърдата фаза — материал за еднократна употреба, предварително снабдена с инфузорна пръст, капацитет 50 ml.

Внимание: преди анализ да се проверява всяка партида колони за извличане на ЕС и РС и за липса на ответна реакция за 62, 74 и 89 m/z йони. Приготвят се 100 ng ЕС/ml от опитната проба, буква ж). Анализират се 5,00 ml от опитната проба, както е описано в точка Г, буква а) и точки Д и Е. Извличането на 90—110 ng ЕС/ml е задоволително. Абсорбенти с неправилен диаметър на частиците могат да доведат до забавяне на потока, което влияе на извличането на ЕС и РС. Ако след няколко опита не са получени 90—110 % от стойността на опитната проба, се сменя колоната или се използва коригирана калибровъчна крива на извличането, за да се определи ЕС количествено. За да се получи коригираната калибровъчна крива, се приготвят стандартни разтвори, както е описано в буква е), като се използва етанол 40 % вместо дихлорометан.

Анализира се 1 ml от стандартния калибровъчен разтвор, както е описано в точки Г, Д и Е.

Изготвя се нова калибровъчна крива, като се използва съотношението ЕС/РС от извлечените стандарти.

▼M7**Г. Приготвяне на опитната проба**

Поставят се следните обеми от опитния материал в две отделни 100-милилитрови мензури:

- а) вина, съдържащи над 14 об. % алкохол: $5,00 \pm 0,01$ ml;
- б) вина, съдържащи максимум 14 об. % алкохол: $20,00 \pm 0,01$ ml.

Долива се във всяка мензура по 1 ml разтвор на РС за вътрешен стандарт, точка В, буква д), параграф 3, и вода, така че да се получи общ обем 40 ml (или 40 g).

Д. Екстракция

Екстракцията следва да се извършва в камина с подходяща вентилация.

Пробата, приготвена според инструкциите в точка Г, се прехвърля в колоната за екстракция.

Мензурата се изплаква с 10 ml вода и същата вода се прехвърля в колоната.

Течността се оставя да се абсорбира за четири минути. Елуира се с 2×80 ml дихлорометан. Елуатът се събира в 300-милилитрова конична колба.

Изпарява се елуатът от 2—3 ml в ротационен изпарител на водна баня при 30 °C.

(Внимание: да не се допуска течността да изври до дъно.)

Прехвърля се концентрираният остатък в 4-милилитрова градуирана тръба, като се използва пипета на Пастъор.

Колбата се изплаква с 1 ml дихлорометан и същата течност се прехвърля в тръбата. Пробата се концентрира до 1 ml под слаба струя азот.

При необходимост концентратът се прехвърля в колба за автоматично правене на проби за GC/MS анализ.

Е. GC/MS анализ**а) Калибровъчна крива**

Инжектира се по 1 μ l от всеки стандартен калибровъчен разтвор точка В, буква е) в GC/MS системата. Начертава се графиката на съотношението на областта ЕС—РС за 62 m/z йонна ответна реакция върху вертикалната ос и количеството ЕС в ng/ml върху хоризонталната ос (100, 200, 400, 800, 1 600 ng/ml).

б) Количествено определяне на ЕС

Инжектира се 1 μ l от концентрирания екстракт, приготвен съгласно точка Д, системата в GC/MS и се изчислява съотношението на областта ЕС—РС за 62 m/z йона. Определя се концентрацията на ЕС (ng/ml) в екстракта, като се използва калибровъчната крива на вътрешния стандарт. Изчислява се концентрацията на ЕС в опитната проба (ng/ml), като се разделя количеството ЕС (ng) в екстракта на обема на опитната проба (ml).

в) Потвърждаване на идентичността на ЕС

Определя се дали ответните реакции за 62, 74 и 89 m/z йони се появяват по време на периода на задържане на ЕС. Тези ответни реакции са признаци съответно на основните фрагменти $(M - C_2H_2)^+$ и $(M - CH_3)^+$ на молекулния йон $(M)^+$. Присъствието на ЕС се потвърждава, ако относителните съотношения на тези йони се вменват в 20 % от съотношенията за ЕС стандарта. Може да се наложи допълнително концентриране на екстракта с цел получаване на задоволителна ответна реакция за 89 m/z йона.

▼ M7

Ж. Съвместен анализ

В таблицата са показани индивидуалните резултати от пробата с практическо улавяне и за двата вида вино.

Тестът на Кокран доведе до елиминирането само на една двойка резултати — за вина с алкохолно съдържание над 14 об. % и за вина с алкохолно съдържание 14 об. % или по-малко, дадени от две различни лаборатории.

Относителната възпроизводимост (RSD_R) има тенденцията да намалява с увеличаването на концентрацията на етилкарбамат.

Представяне на метода за доказване на етилкарбамат ЕС в алкохолни напитки чрез GC/MS

Проба	Средна стойност на открития ЕС (ng/ml)	Извличане на добавения ЕС (%)	S_T	S_R	RSD_T (%)	RSD_R (%)
Вина > 14 об. %	40		1,59	4,77	4,01	12,02
	80	89	3,32	7,00	4,14	8,74
	162	90	8,20	11,11	5,05	6,84
Вина ≤ 14 об. %	11		0,43	2,03	3,94	18,47
	25	93	1,67	2,67	6,73	10,73
	48	93	1,97	4,25	4,10	8,86

▼ **M10****45. ОПРЕДЕЛЯНЕ ЧРЕЗ СПЕКТРОМЕТРИЯ НА ИЗОТОПНАТА МАСА НА СЪОТНОШЕНИЕТО $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ В ЕТАНОЛ ВЪВ ВИНО ИЛИ ПОЛУЧЕН ЧРЕЗ ФЕРМЕНТАЦИЯТА НА ШИРА, КОНЦЕНТРИРАНА ШИРА ИЛИ ПРЕЧИСТЕНА КОНЦЕНТРИРАНА ШИРА****1. ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ**

Методът позволява измерване на съотношението $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ в етанол във вино или получен чрез ферментацията на продукти от грозде (шира, концентрирана шира, пречистена концентрирана шира).

2. ДЕЙСТВАЩИ СТАНДАРТИ

ISO: 5725:1994 г. „Точност (вярност и точност) на методи за измерване и резултати: Основен метод за определянето на повтаряемостта и репродуктивността на стандартен метод за измерване“.

V-PDB: Vienna-Pee-Dee Belemnite ($R_{\text{PDB}} = 0,0112372$).

Метод 8 от приложението към настоящия регламент: „Детекция на обогатяването на гроздова шира, пречистена концентрирана гроздова шира и вина чрез прилагане на ядрен магнитен резонанс на деутерий (SNIF-NMR).“

3. ТЕРМИНИ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

$^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$: съотношение на изотопите на въглерод 13 (^{13}C) към въглерод 12 (^{12}C) за дадена проба.

$\delta^{13}\text{C}$: съдържание на въглерод 13 (^{13}C), изразено в части на 1 000 (‰).

SNIF-NMR: фракциониране на определен естествен изотоп, който се изследва чрез ядрен магнитен резонанс.

V-PDB: Vienna-Pee-Dee Belemnite. PDB е основният материал за измерване на естествени отклонения на съдържанието на изотопа на въглерод 13, състоящ се от калциев карбонат от запазени люспести останки от периода Креда при образуването на реката Pee-Dee в Южна Каролина (САЩ). Неговото изотопно съотношение $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ или R_{PDB} е 0,0112372. Резервите от PDB са изчерпани от дълго време, но той е останал най-важен при изразяване на естествени отклонения на съдържанието на изотопа на въглерод и за който съответният материал, наличен в Международната агенция за атомна енергия (IAEA) във Виена (Австрия) е разчетен. Изотопните индикации на естествено срещащ се въглерод 13 са обикновено изразени във връзка с V-PDB.

m/z: съотношение между масата към заряда.

4. ПРИЦИП

По време на фотосинтеза, приемането на въглероден двуокис от растения става чрез две основни форми на метаболизъм, метаболизъмът C_3 (цикълът на Calvin) и метаболизъмът C_4 (Hatch и Slack). Тези два механизма за фотосинтез представят различен вид изотопно фракциониране. Продукти от растения C_4 , например захар и алкохол, получен от ферментация, имат по-високи нива на въглерод 13 отколкото подобни продукти от растения C_3 . Повечето растения, включително лози и захарно цвекло, принадлежат към групата C_3 . Захарната тръстика и царевичката принадлежат към групата C_4 . Измерването на съдържанието на въглерод 13 позволява детекцията и измерването на захар с произход C_4 (захарна тръстика или царевична изоглюкоза), прибавена към продукти от грозде (гроздова шира, вина и др.). Информацията за съдържанието на въглерод 13, съчетана с получената от SNIF-NMR позволява да бъдат определени прибавените количества захарни или алкохолни смеси, получени от растения C_3 и C_4 .

▼ M10

Съдържанието на въглерод 13 се определя чрез въглероден двуокис, произведен по време на пълното изгаряне на пробата. Изобилието от основни изотопомери с маси 44 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2$), 45 ($^{13}\text{C}^{16}\text{O}_2$ и $^{12}\text{C}^{17}\text{O}^{16}\text{O}$) и 46 ($^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$), в резултат на различни възможни комбинации на изотопи ^{18}O , ^{17}O , ^{16}O , ^{13}C и ^{12}C , се определят от йонните потоци, измерени с три различни колектора на изотопен спектрометър на масата. Приносът на изотопомерите $^{13}\text{C}^{17}\text{O}^{16}\text{O}$ и $^{12}\text{C}^{17}\text{O}_2$ може да бъде пренебрегнат, като се имат предвид техните ниски нива. Йонният поток за $m/z = 45$ се коригира за приноса на $^{12}\text{C}^{17}\text{O}^{16}\text{O}$, което се изчислява съобразно текущия интензитет, измерен за $m/z = 46$, докато се взема предвид относителното изобилие на ^{18}O и ^{17}O (корекция на Craig). Сравнение с разчетен за международния V-PDB позволява изчисление на съдържанието на въглерод 13 по относителната скала $\delta^{13}\text{C}$.

5. РЕАГЕНТИ

Материалът и храните зависят от апаратурата (точка 6), използвана от лабораторията. Системите, които се използват обикновено, се основават на анализатори на елементи. Тези системи могат да бъдат оборудвани така че да позволяват внасянето на проби, поставени в запечатани метални капсули или инжектирането на течни проби чрез спринцовка.

В зависимост от вида на използвания инструмент могат да бъдат използвани следните материали, реагенти и храни:

- материали
- налични от IAEA:

Име	Материал	$\delta^{13}\text{C}$ отнесено към V-PDB (9)
— IAEA-CH-6	Захароза	-10,4 ‰
— IAEA-CH-7	Полиетилен	-31,8 ‰
— NBS22	Олио	-29,7 ‰
— USGS24	Графит	-16,1 ‰

- налични от IRMM в Geel (B) (Институт за материали и измервания):

Име	Материал	$\delta^{13}\text{C}$ отнесено към V-PDB (9)
— CRM/BCR 656	Винен алкохол	-26,93 ‰
— CRM/BCR 657	Глюкоза	-10,75 ‰
— CRM/BCR 660	Хидроалкохолен разтвор (ASV 12 ‰)	-26,72 ‰

- стандартна работна проба с известно съотношение $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$, разчетена за международни материали,
- индикативен списък на храни за системи с постоянен поток:
 - хелий за анализ (CAS 07440-59-7),
 - кислород за анализ (CAS 07782-44-7),
 - въглероден двуокис за анализ, използван като втори газ за съдържанието на въглерод 13 (CAS 00124-38-9),
 - реагент за окисляване за пещта на системата за изгаряне, например меден (II) окис за анализ на елементите (CAS 1317-38-0),
 - изсушител за отстраняване на водата, отделяща се при изгаряне, например анхидрон за анализ на елементите (магнезиев перхлорат) (CAS 10034-81-8) (Това не е необходимо за апарати, оборудвани със система за отстраняване на водата чрез използване на криогенни сифони или пропускливи избираемо капилари).

▼ **M10**

6. АПАРАТУРА И ОБОРУДВАНЕ

6.1. **Спектрометър за изотопно съотношение на масата (IRMS)**

Спектрометърът за изотопно съотношение на масата (IRMS) може да определя относителното съдържание на ^{13}C на газа CO_2 , който се среща в природата с вътрешна точност 0,05 % или по-добре изразено като относителна стойност (точка 9). Вътрешна точност в този случай се определя като разликата между две измервания на една и съща проба CO_2 . Спектрометърът на масата, използван за измерване на изотопните съотношения по принцип е оборудван с троен колектор за едновременно измерване на интензитети за $m/z = 44, 45$ и 46 . Спектрометърът за изотопно съотношение на масата трябва или да бъде снабден с двоен вход, за да измерва алтернативно неизвестната проба и референтната проба, или да използва интегрирана система, която извършва квантово изгаряне на проби и разделя въглеродния двуокис от другите продукти за изгаряне преди измерване в спектрометърът на масата.

6.2. **Апаратура за изгаряне**

Апаратурата за изгаряне може квантово да преобразува етанол във въглероден двуокис и да отстранява всички други продукти за изгаряне, включително вода, без никакво изотопно фракциониране. Апаратурата може да бъде както система с постоянен поток, интегрирана с апаратурата за спектрометрия на масата (точка 6.2.1), така и отделна система за изгаряне (точка 6.2.2). Апаратурата трябва да позволява точност най-малко колкото посочената в (точка 11).

6.2.1. *Системи с постоянен поток*

Те включват или анализатор на елементите, или газов хроматограф с включена система за изгаряне.

Следното лабораторно оборудване е необходимо за системи, оборудвани за внасянето на проби, съхранявани в метални капсули:

- калибрирана микроспринцовка или микропипета с подходящи крайници,
- везна с точност до μg или по-голяма,
- пинсети за капсулиране,
- калаени капсули за течни проби,
- калаени капсули за твърди проби.

Забележка:

за да се намали риска от изпаряване на етанолните проби, в капсулите може да бъде поставен абсорбиращ материал (например Chromosorb водопогълщаемост 45-60 отвора), който първо е бил проверен чрез измерване без проба, че не съдържа значително количество въглерод, което би могло да повлияе на резултатите.

Следното лабораторно оборудване е необходимо при използването на анализатор на елементите, оборудван с инжектор на течности или в случаите на изгаряне хроматографична система за подготвяне:

- спринцовка за течности,
- колби, снабдени с херметични системи за затваряне и инертни прегради.

Лабораторното оборудване, посочено в списъците по-горе е примерно и може да бъде заменено с друго оборудване със същите възможности в зависимост от вида на апаратурата за изгаряне и спектрометрия на масата, използвани от лабораторията.

6.2.2. *Отделна система за подготовка*

Пробите на въглероден двуокис, получени от изгарянето на пробите, които ще се анализират и референтната проба се

▼ **M10**

събират в колби, които след това се поставят в двойния вход на спектрометъра за изотопен анализ. Могат да се използват няколко апаратури за изгаряне, описани в литературата:

- затворена система за изгаряне, пълна с циркулиращ кислород,
- анализатор на елементите с поток от хелий и кислород,
- запечатана стъклена колба, пълна с меден (II) оксид за оксидация.

7. ПОДГОТВЯНЕ НА ПРОБИТЕ ЗА ТЕСТВАНЕ

Етанолът трябва да бъде извлечен от виното преди изотопното тестване. Това се извършва чрез дестилиране на виното, както е описано в точка 3.1 на метод № 8 (SNIF-NMR).

В случай на гроздова шира, концентрирана гроздова шира и пречистена концентрирана гроздова шира, захарта трябва първо да бъде ферментирала в етанол, както е описано в точка 3.2 на метод № 8.

8. ПРОЦЕДУРА

Всички етапи на подготовката трябва да бъдат извършени без значителни загуби на етанол от изпаряване, което може да промени изотопния състав на пробата.

Следното описание се отнася до процедурите, които по принцип се използват за изгаряне на проба от етанол, като се използват комерсиални автоматични системи за изгаряне. Всички други методи, които гарантират, че цялата проба от етанол е преобразувана във въглероден двуокис без никакви загуби на етанол от изпаряване могат да бъдат използвани за приготвянето на въглероден двуокис за изотопен анализ.

Експериментална процедура, основана на използването на анализатор на елементи:

а) поставяне на проби в капсули:

- използват се капсули, пинсети и плосък съд, всеки един от които трябва да бъде чист,
- взема се капсула с подходящ размер, като се използват пинсетите,
- внася се подходящо количество течност в капсулата като се използва микропипета,
- *Забележка:*
3,84 mg чист етанол или 4,17 mg дестилат с алкохол, силен 92 % m/m са необходими, за да се получат 2 mg въглерод. Подходящото количество дестилат трябва да бъде изчислено на тази основа, в зависимост от необходимото количество въглерод при дадена чувствителност на апаратурата за спектрометрия на масата,
- капсулата се затваря с пинсетите,
- всяка капсула трябва да бъде напълно запечатана. В случай, че не е, тя трябва да се изхвърли и да се приготви нова капсула,
- за всяка проба трябва да бъдат приготвени две капсули,
- капсулите се поставят на подходящото място върху плоския съд на автоматичния пробатор на анализатора на елементи. Всяка капсула трябва да бъде внимателно идентифицирана чрез пореден номер,
- систематично се поставят капсули, които ще се използват в работата в началото и в края на поредицата от проби,
- регулярно се внасят контролни проби в поредицата от проби;

▼ **M10**

- б) проверка и настройка на апаратурата за анализ на елементите и спектрометрия на масата:

— настройва се температурата на пещите за анализатор на елементи и потоците от хелий и кислород за оптимално изгаряне на пробата,

— проверява се системата за анализ на елементи и спектрометрия на масата за течове (например чрез проверка на йонния поток, където $m/z = 28$ за N_2),

— настройва се спектрометъра на масата за измерване на йонните потоци, където $m/z = 44, 45$ и 46 ,

— проверява се системата като се използват известни контролни проби преди да започне измерването на пробите;

- в) извършват се поредица измервания

Пробите, поставени на автоматичния пробатор на анализатора на елементи (или на хроматографа) се внасят последователно. Въглеродният двуокис от изгарянето на всяка проба се отстранява чрез разтворител в посока на спектрометъра на масата, който измерва йонните потоци. Интерфейсният компютър записва йонните потоци и изчислява стойността δ за всяка проба (точка 9).

9. ИЗЧИСЛЕНИЕ

Целта на метода е да измери изотопното съотношение $^{13}C/^{12}C$ на етанол, извлечен от вино или от продукти, получени от грозде след ферментация. Изотопното съотношение $^{13}C/^{12}C$ може да бъде изразено чрез неговото отклонение от работните стойности. Изотопното отклонение на въглерод 13 ($\delta^{13}C$) се изчислява след това в мащаб делта към хиляда ($\delta/1\ 000$) чрез сравняване на резултатите, получени за пробата — предмет на измервания с работните такива, които преди са калибрирани въз основа на основния международен материал (V-PDB). Стойностите на $\delta^{13}C$ се изразяват по отношение на работните стойности както следва:

$$\delta^{13}C_{\text{sam/ref}} \text{‰} = 1\ 000 \times (R_{\text{sam}} - R_{\text{ref}}) / R_{\text{ref}}$$

където R_{sam} и R_{ref} са съответно $^{13}C/^{12}C$ изотопните съотношения на пробата и на въглеродния двуокис, използван като референтен газ.

Стойностите на $\delta^{13}C$ се изразяват по отношение на V-PDB както следва:

$$\delta^{13}C_{\text{sam/V-PDB}} \text{‰} = \delta^{13}C_{\text{sam/ref}} + \delta^{13}C_{\text{ref/V-PDB}} + (\delta^{13}C_{\text{sam/ref}} \times \delta^{13}C_{\text{ref/V-PDB}}) / 1\ 000,$$

където $\delta^{13}C_{\text{ref/V-PDB}}$ е предварително определеното изотопно отклонение на работните стойности от V-PDB.

Малки отклонения могат да се получат по време на измерването, които се дължат на промени в условията на инструментите. В този случай стойностите на $\delta^{13}C$ на пробите трябва да бъдат коригирани в съответствие с разликата в измерената стойност на $\delta^{13}C$ на стандартната работна проба и нейната действителна стойност, калибрирана преди това срещу V-PDB чрез сравнение с един от международните референтни материали. Между двете измервания на стандартната работна проба, отклонението и следователно корекцията, които ще се приложат към резултатите, получени от пробите, може да се допусне да бъдат линейни. Стандартната работна проба трябва да бъде измерена в началото и в края на всички поредици от проби. След това може да бъде изчислена корекция за всяка проба като се използва линейна интерполация.

10. КАЧЕСТВЕНО ОБЕЗПЕЧЕНИЕ И КОНТРОЛ

Проверява се, че стойността на ^{13}C за работните стойности не се различава с повече от 0,5 ‰ от допустимата стойност. В случай, че това не е изпълнено, трябва да бъдат проверени настройките на апаратурата за спектрометрия и при необходимост, коригирани.

▼ **M10**

За всяка проба се проверява, че разликата в резултатите за две капсули, измерени последователно е по-малка от 0,3 %. Окончателният резултат за дадена проба е средната стойност от двете капсули. В случай, че отклонението е по-голямо от 0,3 %, измерването трябва да бъде повторено.

Проверки за точност на измерването могат да се основават на йонния поток, където $m/z = 44$, който е пропорционален на количеството въглерод, инжектиран в анализатора на елементи. При стандартни условия, йонният поток трябва да бъде почти постоянен за анализирани проби. Значително отклонение може да бъде индикатор за изпаряване на етанола (например неплътна запечатана капсула) или нестабилност на анализатора на елементи или спектрометъра на масата.

11. ХАРАКТЕРИСТИКИ НА РАБОТА НА МЕТОДА (ТОЧНОСТ)

Първоначално съвместно изследване (точка 11.1) беше извършено върху дестилати, съдържащи алкохол, получен от грозде и от захарна тръстика и цвекло, както и различни смеси от тях. Поради това, че това изследване не отчита дестилационната процедура, по-нататъшна информация от други вътрешнолабораторни изследвания на вино (точка 11.2) и в частност, поредица от тестове за качествено изпълнение (точка 11.3) за изотопни измервания също се разгледаха. Резултатите показват, че при задоволителни условия и в частност условията за измерване като се използва SNIF-NMR, различните системи за дестилация не дават значително отклонение при определянето на стойността на $\delta^{13}\text{C}$ на етанол във вино. Параметрите на точност, наблюдавани за виното са почти идентични на получените в съвместното изследване на дестилати (точка 11.1).

11.1 Съвместно изследване на дестилати

Година на вътрешнолабораторния тест: 1996 г.
 Брой на лабораториите: 20
 Брой на пробите: сравнение между шест еднакви двойни проби
 Аналит: $\delta^{13}\text{C}$ етанол

Код на пробата	Алкохол, получен от грозде	Алкохол, получен от цвекло	Алкохол, получен от захарна тръстика
A & G	80 %	10 %	10 %
B & C	90 %	10 %	0 %
D & F	0 %	100 %	0 %
E & I	90 %	0 %	10 %
H & K	100 %	0 %	0 %
J & L	0 %	0 %	100 %

Проби	A/G	B/C	D/F	E/I	H/K	J/L
Брой на лабораториите, ангажирани след отстраняването на нетипични резултати	19	18	17	19	19	19
Брой на приетите резултати	38	36	34	38	38	38

▼ M10

Проби	A/G	B/C	D/F	E/I	H/K	J/L
Средна стойност ($\delta^{13}\text{C}$) ‰	- 25,32	- 26,75	- 27,79	- 25,26	- 26,63	- 12,54
S_r^2	0,0064	0,0077	0,0031	0,0127	0,0069	0,0041
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_r) ‰	0,08	0,09	0,06	0,11	0,08	0,06
Лимит на повтаряемост r ($2.8 \times S_r$) ‰	0,22	0,25	0,16	0,32	0,23	0,18
S_R^2	0,0389	0,0309	0,0382	0,0459	0,0316	0,0584
Стандартно отклонение на възпроизвеждане (S_R) ‰	0,20	0,18	0,20	0,21	0,18	0,24
Лимит на възпроизвеждане (R) ($2.8 \times S_r$)	0,55	0,49	0,55	0,60	0,50	0,68

11.2. Вътрешнолабораторно изследване на две вина и един алкохол

Година на 1996 г.
вътрешнолабораторния
тест:

Брой на лабораториите: 14 за дестилация на вино, седем от които са измерили също $\delta^{13}\text{C}$ на етанола във виното,
Осем за измерване на $\delta^{13}\text{C}$ на алкохолна проба.

Брой на пробите: Три (бяло вино с 9,3 % ASV, бяло вино с 9,6 % ASV и алкохол със сила 93 % m/m).

Аналит: $\delta^{13}\text{C}$ етанол

Алкохол	Проби	Червено вино	Бяло вино
Брой на лабораториите	7	7	8
Брой на приетите резултати	7	7	8
Средна стойност ($\delta^{13}\text{C}$) ‰	- 26,20	- 26,20	- 25,08
Отклонение при възпроизвеждане S_R^2	0,0525	0,0740	0,0962
Стандартно отклонение на възпроизвеждане (S_R) ‰	0,23	0,27	0,31
Лимит на възпроизвеждане R ($2.8 \times S_R$) ‰	0,64	0,76	0,87

Различни системи за дестилация са използвани от участващите лаборатории. Определянето на изотопите ($\delta^{13}\text{C}$) е извършено в една лаборатория за всички дестилати, върнати от участниците, не показват нетипични стойности или стойности, които се различават значително от средните стойности. Отклонението съгласно резултатите ($S^2 = 0,0059$) е сравнимо с отклоненията на повтаряемостта S_r^2 в съвместното изследване на дестилатите (точка 11.1).

▼ **M10****11.3. Резултати от наблюденията на качествено изпълнение на изотопните тестове**

От декември 1994 г. регулярно се организират международни тестове за качествено изпълнение на тестове за определяне на изотопни измервания на вино и алкохол (дестилати с 96 % ASV). Резултатите дават възможност участващите лаборатории да проверят качеството на своите анализи. Статистическите резултати позволяват оценка на отклоненията при измерванията при условия на възпроизвеждане и следователно изчисление на параметрите на отклонение и лимита на възпроизвеждане. Получените резултати за определянето на $\delta^{13}\text{C}$ за виното и дестилат етанол са обобщени в следната таблица:

Дата	Вина				Дестилати			
	N	S _R	S ² _R	R	N	S _R	S ² _R	R
Декември 1994 г.	6	0,210	0,044	0,59	6	0,151	0,023	0,42
Юни 1995 г.	8	0,133	0,018	0,37	8	0,147	0,021	0,41
Декември 1995 г.	7	0,075	0,006	0,21	8	0,115	0,013	0,32
Март 1996 г.	9	0,249	0,062	0,70	11	0,278	0,077	0,78
Юни 1996 г.	8	0,127	0,016	0,36	8	0,189	0,036	0,53
Септември 1996 г.	10	0,147	0,022	0,41	11	0,224	0,050	0,63
Декември 1996 г.	10	0,330	0,109	0,92	9	0,057	0,003	0,16
Март 1997 г.	10	0,069	0,005	0,19	8	0,059	0,003	0,16
Юни 1997 г.	11	0,280	0,079	0,78	11	0,175	0,031	0,49
Септември 1997 г.	12	0,237	0,056	0,66	11	0,203	0,041	0,57
Декември 1997 г.	11	0,127	0,016	0,36	12	0,156	0,024	0,44
Март 1998 г.	12	0,285	0,081	0,80	13	0,245	0,060	0,69
Юни 1998 г.	12	0,182	0,033	0,51	12	0,263	0,069	0,74
Септември 1998 г.	11	0,264	0,070	0,74	12	0,327	0,107	0,91
Средно претеглено		0,215	0,046	0,60		0,209	0,044	0,59

N: брой на участващите лаборатории.

11.4. Лимити на повторяемост и възпроизвеждане

Въз основа на данните от различните вътрешнолабораторни тестове, представени в горните таблици, следните лимити на повторяемост и възпроизводство могат да бъдат установени за този метод, включително за дестилационния етап:

Лимит на повторяемост г: 0.24

Лимит на възпроизводство R: 0.6.