

32003R0625

L 90/4

ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÉ UNIE

8.4.2003

## NAŘÍZENÍ KOMISE (ES) č. 625/2003

ze dne 2. dubna 2003,

kterým se mění nařízení (ES) č. 1623/2000, kterým se stanoví prováděcí pravidla k nařízení (ES) č. 1493/1999 o společné organizaci trhu s vínem, jež se týkají mechanismů trhu

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství,

s ohledem na nařízení Rady (ES) č. 1493/1999 ze dne 17. května 1997 o společné organizaci trhu s vínem <sup>(1)</sup>, naposledy pozměněné nařízením (ES) č. 2585/2001 <sup>(2)</sup>, a zejména na články 26, 33 a 36 uvedeného nařízení,

vzhledem k těmto důvodům:

(1) V hlavě I kapitole I nařízení Komise (ES) č. 1623/2000 <sup>(3)</sup>, naposledy pozměněného nařízením (ES) č. 1795/2002 <sup>(4)</sup>, byla stanovena prováděcí pravidla k režimu podpor na užití hroznů, hroznového moštu, zahuštěného hroznového moštu nebo rektifikovaného moštového koncentráту. Zkušenosti ukázaly, že by se měly podrobněji specifikovat požitelné produkty, na které se nevztahuje tento režim, měla by se zmírnit administrativní zátěž uživatelů a zpracovatelů šťávy a měla by se zavést přiměřená opatření pro kontrolu správného používání šťávy. Procentní podíl povinně kontrolovaných požitelných produktů musí být vyšší v jiných oblastech, protože produkt je často používán v jiném členském státu než v tom, v němž je vyplácena podpora.

(2) V rámci podpory pro užití moštu ke zvýšení obsahu alkoholu vinařských produktů je nezbytné opravit odkaz na metodu stanovení obsahu alkoholu. Aby se usnadnila úloha členských států, měla by jim být svěřena správa žádostí o podporu. Měly by se specifikovat kontrolní mechanismy, které by umožnily podrobné a účinné kontroly.

(3) Aby se zajistilo stejné řešení sporných případů, měly by se harmonizovat předpisy pro platbu podpory podle různých režimů podpor zahrnutých do nařízení (ES) č. 1623/2000.

(4) Aby bylo možné provádět podrobné a účinné kontroly, pokud jde o podporu soukromého skladování vína, měly by se stanovit kontrolní mechanismy a rozmezí přípustných odchylek pro ověřování obsahu alkoholu v hroznovém moštu, zahuštěném hroznovém moštu a rektifikovaném moštovém koncentráту. Aby se usnadnila platba záloh podle tohoto opatření, musí se změnit příslušný administrativní postup.

(5) Pokud jde o režim destilace vedlejších produktů vinifikace, je vhodné upravovat úroveň podpor a cen podle typu dotyčného vedlejšího produktu a zrušit v důsledku toho paušální podporu i paušální cenu. Kromě toho by v zájmu zohlednění strukturálních změn odvětví mělo být dotyčným členským státům umožněno, aby rozšířily odchylku týkající se povinnosti dodávat vedlejší produkty k destilaci na některé skupiny producentů.

(6) Jestliže se členský stát rozhodne změnit nákupní cenu placenou producentům v závislosti na výnosech v rámci destilace stanovené v článku 28 nařízení (ES) č. 1493/1999, mělo by být možné prodloužit lhůtu pro vyplacení podpory palírnám.

(7) Aby se zajistilo řádné provádění finančních operací v rámci nouzové destilace podle článku 30 nařízení (ES) č. 1493/1999, mělo by se potvrdit, že se zálohou, kterou vyplácí palírnám intervenční agentura, by se mělo zacházet stejně jako s podporami pro jiné destilace.

(8) U všech destilačních opatření by se mělo zrušit ustanovení, že použití části kontrolovaného vína musí být reprezentativní pro veškeré víno dodané k destilaci. Kromě toho by měly být zálohy na nouzovou destilaci, s nimiž se zachází jako s podporami, zahrnuty do režimu sankcí a měl by být pro všechny destilace zaveden stejný mechanismus, aby se zajistilo zaplacení minimální ceny producentům za víno, pokud palírna nesplní své povinnosti.

(9) Zkušenosti ukázaly, že by se měla upravit pravidla pro odbyt alkoholu, který byl získán různými destilacemi a je v držení intervenčních agentur. Jeví se proto nezbytným stanovit v jednotlivých případech pro významná množství alkoholu lhůty pro fyzické převzetí. V zájmu rozšíření odbytových možností by měla být zrušena současná zeměpisná omezení. Kromě toho by měly být upřesněny podmínky pro kontrolu určení alkoholu používaného v odvětví pohonných hmot.

(10) Protože správa intervenčních opatření vyžaduje, aby členské státy poskytovaly Komisi velké množství informací, měla by se stanovit pravidla pro tuto činnost.

(11) Proto je vhodné změnit nařízení (ES) č. 1623/2000.

<sup>(1)</sup> Úř. věst. L 179, 14.7.1999, s. 1.

<sup>(2)</sup> Úř. věst. L 345, 29.12.2001, s. 10.

<sup>(3)</sup> Úř. věst. L 194, 31.7.2000, s. 45.

<sup>(4)</sup> Úř. věst. L 272, 10.10.2002, s. 15.

- (12) Některé změny jsou zaměřeny na vyjasnění stávajících opatření nebo poskytnutí doplňujících informací a jsou pro hospodářské subjekty výhodné. Proto by se měly použít se zpětnou působností.
- (13) Jiné změny jsou zaměřeny na zlepšení podmínek, jimiž se řídí samostatná opatření pro odbyt alkoholu. Proto by se měly použít od vyhlášení tohoto nařízení.
- (14) Převážná většina změn spočívá v technických změnách opatření pro řízení trhu. Aby nebyl narušen běžný hospodářský rok, měly by se tyto změny použít od začátku příštího hospodářského roku.
- (15) Opatření tohoto nařízení jsou v souladu se stanoviskem Řídicího výboru pro víno,

PŘIJALA TOTO NAŘÍZENÍ:

#### Článek 1

Nařízení (ES) č. 1623/2000 se mění takto:

1. hlava I kapitola I se nahrazuje tímto:

„KAPITOLA I

#### VÝROBA HROZNOVÉ ŠTÁVY

##### Článek 3

#### Předmět podpory

Podpora podle čl. 35 odst. 1 písm. a) nařízení (ES) č. 1493/1999 se poskytuje zpracovatelům, kteří:

- a) jsou samotnými nebo sdruženými producenty a kteří zpracovávají nebo nechávají zpracovávat hrozny pocházející z vlastní sklizně a hroznový mošt a zahuštěný hroznový mošt pocházející z jejich vlastních hroznů na hroznovou šťávu nebo
- b) přímo nebo nepřímo nakupují od samostatných nebo sdružených producentů hrozny sklizené ve Společenství, jakož i hroznový mošt a zahuštěný hroznový mošt za účelem výroby hroznové šťávy.

Použitý hroznový mošt a zahuštěný hroznový mošt musí pocházet z hroznů produkovaných ve Společenství.

##### Článek 4

#### Výroba ostatních požitelných produktů z hroznové šťávy

Získanou hroznovou šťávu nebo zahuštěnou hroznovou šťávu je možné zpracovat na jakékoli požitelné produkty jiné než vinařské produkty uvedené v příloze I nařízení (ES) č. 1493/1999 nebo na produkty uvedené v čl. 35 odst. 1 písm. b) a c) uvedeného nařízení.

##### Článek 5

#### Technické požadavky na produkty

1. Suroviny pro výrobu hroznové šťávy uvedené v článku 3 musí být nezávadné, mít řádnou obchodní jakost a vhodné pro zpracování na hroznovou šťávu.
2. Použitý hroznový mošt a mošt získaný z použitých hroznů musí vykazovat při 20 °C hustotu mezi 1,055 a 1,100 gramy na centimetr krychlový.
3. Při použití k výrobě požitelných produktů musí hroznová šťáva vyhovovat směrnici Rady 2001/112/ES (\*).

##### Článek 6

#### Správní pravidla pro zpracovatele v souvislosti s kontrolou

1. Zpracovatel, který vyrábí hroznovou šťávu během celého hospodářského roku, předloží před začátkem každého hospodářského roku příslušnému orgánu členského státu program zpracování hroznové šťávy. Jestliže zpracovatel vyrábí hroznovou šťávu poprvé až po zahájení hospodářského roku, musí program vypracovat před započítáním výroby.

Program obsahuje tyto informace:

- a) druh suroviny určené ke zpracování (hrozny, hroznový mošt nebo zahuštěný hroznový mošt);
- b) místo skladování hroznového moštu a zahuštěného hroznového moštu určeného na zpracování;
- c) místo zpracování.

2. Zpracovatel, který vyrábí hroznovou šťávu pouze ve stanovených lhůtách, předloží příslušnému orgánu členského státu nejpozději tři pracovní dny před započítáním výroby prohlášení o zpracování.

Toto prohlášení obsahuje tyto informace:

- a) údaje podle odst. 1 druhého pododstavce;
- b) množství hroznů, hroznového moštu nebo zahuštěného hroznového moštu určené ke zpracování;
- c) hustotu hroznového moštu a zahuštěného hroznového moštu;
- d) datum začátku zpracovatelských úkonů a jejich pravděpodobnou dobu trvání.

Prohlášení se týká minimálního množství:

- a) 1,3 tuny hroznů;
- b) 10 hektolitrů hroznového moštu;
- c) 3 hektolitry zahuštěného hroznového moštu.

3. Kromě údajů uvedených v odstavcích 1 a 2 mohou členské státy požadovat od zpracovatele doplňující údaje.

4. Příslušný orgán členského státu řádně potvrdí programy a prohlášení uvedené v odstavcích 1 a 2 a zasílá jeden opis zpět zpracovateli.

5. Odchylně od odstavců 1, 2, 3 mohou členské státy zavést zjednodušené postupy pro zpracovatele, kteří v každém hospodářském roce použijí nanejvýš 5 tun hroznů nebo 40 hektolitrů hroznového moštu nebo 12 hektolitrů zahuštěného hroznového moštu.

6. Zpracovatel vede účetnictví, ve kterém zaznamenává zejména následující údaje pocházející z průvodních dokladů nebo evidenčních knih podle článku 70 nařízení (ES) č. 1493/1999:

- a) množství a hustotu surovin denně přijímaných v podniku a případně jméno a adresu prodejce;
- b) množství a hustotu denně zpracovávaných surovin,
- c) množství hroznové šťávy denně získávané zpracováním,
- d) množství hroznové šťávy, které denně opouští jeho zařízení a jméno a adresu příjemce nebo množství hroznové šťávy denně zpracované zpracovatelem.

Podklady pro účetnictví se předkládají kontrolním orgánům při každé kontrole.

#### Článek 7

##### **Správní pravidla pro uživatele v souvislosti s kontrolou**

1. Ve smyslu této kapitoly se „uživatel“ rozumí každý hospodářský subjekt, který provádí některý z následujících pracovních úkonů: plnění, balení nebo obchodní úpravu hroznové šťávy nebo zahuštěné hroznové šťávy, skladování za účelem prodeje v jednom nebo více podnicích, které jsou pověřeny výše nebo níže uvedenými pracovními úkony, nebo přípravu jiných požitelných produktů z této šťávy.

Tyto úkony mohou též provádět zpracovatelé uvedení v článku 3.

2. Uživatelé předkládají příslušnému orgánu v místě vykládky písemný závazek nezpracovávat hroznovou šťávu na vinařské produkty uvedené v příloze I nařízení (ES) č. 1493/1999 nebo na produkty uvedené v čl. 35 odst. 1 písm. b) a c) uvedeného nařízení.

Členské státy stanoví požadavky na předkládání takových závazků. Závazek však musí být předložen před použitím hroznové šťávy nebo zahuštěné hroznové šťávy a nejpozději do čtyř měsíců po předložení žádosti o podporu uvedené v článku 8 tohoto nařízení.

Vývoz se považuje za slučitelný s takovými závazky.

3. Jestliže zpracovatel odesílá hroznovou šťávu uživateli uvnitř Společenství:

- a) zpracovatel uvede na průvodních dokladech uvedených v čl. 70 odst. 1 nařízení (ES) č. 1493/1999, zda požádal nebo má v úmyslu požádat o podporu na výrobu hroznové šťávy, a skutečný nebo plánovaný den podání žádosti;
- b) uživatel zašle průvodní doklad nejpozději patnáct dnů po obdržení produktu příslušnému orgánu místa vykládky;
- c) pokud uživatel znovu odesílá šťávu, kterou přijal od jiného hospodářského subjektu ve Společenství, ujistí se, že tento hospodářský subjekt podepsal písemný závazek a předloží tento závazek příslušnému orgánu ve lhůtě stanovené v odst. 2 druhém pododstavci;
- d) po obdržení písemného závazku příslušný orgán řádně potvrdí průvodní doklad a zašle řádně potvrzený opis průvodního dokladu zpět zpracovateli hroznové šťávy nejpozději do 30 dnů od obdržení závazku.

4. Podle článku 2 nařízení Komise (ES) č. 2729/2000 (\*\*) provádějí příslušné orgány v průběhu hospodářského roku namátkové kontroly, aby zajistily plnění závazků uvedených v odstavci 2 tohoto článku. Tyto kontroly se týkají alespoň 10 % množství, na něž se vztahují žádosti o řádné potvrzení podle odst. 3 písm. d) tohoto článku týkající se průvodních dokladů přijatých v průběhu uplynulého hospodářského roku.

#### Článek 8

##### **Žádost o podporu**

1. Za účelem získání podpory podá zpracovatel podle čl. 6 odst. 1 tohoto nařízení příslušnému orgánu nejpozději šest měsíců po ukončení hospodářského roku žádost o podporu. K žádosti jsou přiloženy tyto doklady:

- a) opis výše uvedeného programu zpracování;
- b) opis nebo souhrnný přehled podkladů pro vedení účetnictví podle čl. 6 odst. 6. Členské státy mohou požadovat, aby tyto opisy nebo souhrnný přehled byly řádně potvrzeny kontrolním orgánem.

Členské státy mohou požadovat další dokumentaci.

2. Za účelem získání podpory podá zpracovatel podle čl. 6 odst. 2 tohoto nařízení příslušnému orgánu nejpozději šest měsíců po ukončení zpracovatelských úkonů žádost o podporu. K žádosti jsou přiloženy tyto doklady:

- a) opis prohlášení o zpracování;
- b) opis nebo souhrnný přehled podkladů pro vedení účetnictví podle čl. 6 odst. 6. Členské státy mohou požadovat, aby tyto opisy nebo souhrnný přehled byly řádně potvrzeny kontrolním orgánem.

V žádosti o podporu se uvádí množství skutečně zpracované suroviny a den, ve kterém byly ukončeny zpracovatelské úkony.

3. Zpracovatel předkládá příslušnému orgánu členského státu nejpozději do šesti měsíců po předložení žádosti o podporu:

- a) opis průvodního dokladu řádně potvrzený příslušným orgánem podle čl. 7 odst. 3 písm. d);
- b) opis průvodního dokladu s razítkem celního úřadu potvrzujícím vývoz.

4. Odchylně od odstavců 1 a 2 mohou členské státy zavést zjednodušené postupy pro zpracovatele, kteří v každém hospodářském roce použijí nejvýše 5 tun hroznů nebo 40 hektolitrů hroznového moštu nebo 12 hektolitrů zahuštěného hroznového moštu. Tyto postupy musí být dokončeny nejpozději do šesti měsíců po skončení hospodářského roku.

#### Článek 9

##### Výše podpory a pravidla

1. Podpora pro používání hroznů, hroznového moštu a zahuštěného hroznového moštu se určuje na jednotkové množství skutečně použité suroviny takto:

- a) pro hrozny: 4,952 EUR na 100 kilogramů;
- b) pro hroznový mošt: 6,193 EUR na hektolitr;
- c) pro zahuštěný hroznový mošt: 21,655 EUR na hektolitr.

2. S výjimkou případů vyšší moci se žádná podpora neposkytne za množství suroviny přesahující následující poměr mezi surovinou a získanou hroznovou šťávou:

- a) 1,3 pro 100 kilogramů hrozny na hektolitr;
- b) 1,05 pro hektolitr hroznového moštu na hektolitr hroznové šťávy;
- c) 0,30 pro hektolitr zahuštěného hroznového moštu na hektolitr hroznové šťávy.

Při výrobě zahuštěné hroznové šťávy se tyto koeficienty násobí 5.

#### Článek 10

##### Výplata podpory

Příslušný orgán vyplatí podporu nejpozději do tří měsíců po obdržení všech dokladů podle článku 8.

#### Článek 11

##### Poskytnutí zálohy

1. Zpracovatel může požádat o vyplacení zálohy ve výši, která se shoduje s podporou uvedenou v článku 9 a je vypočtena podle surovin, u kterých podal doklad, že byly doručeny do jeho zpracovatelských zařízení, pokud složil jistotu ve prospěch příslušného orgánu. Tato jistota činí 120 % zálohy.

2. Záloha bude vyplacena do tří měsíců od předložení dokladu o složení jistoty. Záloha se však neposkytuje před 1. lednem daného hospodářského roku.

3. Po kontrole všech podkladů podle článku 8 příslušným orgánem se jistota podle odstavce 1 tohoto článku zcela nebo částečně uvolní postupem podle článku 19 nařízení (EHS) č. 2220/85.

#### Článek 11a

##### Sankce a případy vyšší moci

1. Jestliže zpracovatel předloží požadované podklady podle článku 8 opožděně, avšak do šesti měsíců po uplynutí lhůty uvedené v daném článku, snižuje se podpora o 30 %.

Jestliže zpracovatel podklady předloží po uplynutí výše uvedených šesti měsíců, nevyplácí se žádná podpora.

2. Jestliže kontrola zjistí, že uživatel nesplnil povinnosti uvedené v čl. 7 odst. 2 a 3, podpora se získává zpět od zpracovatele. Jestliže má uživatel sídlo v jiném členském státu než státu, kde má sídlo zpracovatel, informuje dotyčný členský stát neprodleně o neplnění členský stát, kde má sídlo zpracovatel.

3. S výjimkou případů vyšší moci, jestliže se zjistí, že zpracovatelé neplní povinnosti podle této kapitoly, mimo povinnosti zpracovat na hroznovou šťávu suroviny, na něž se vztahuje žádost o podporu, podpora se snižuje. Míru tohoto snížení stanovuje dotyčný členský stát.

4. Činí-li zpracované množství suroviny 95 až 99,9 % množství, na které byla vyplacena záloha, propadá jistota uvedená v článku 11 za množství nezpracované během hospodářského roku.

S výjimkou případů vyšší moci, činí-li zpracované množství suroviny méně než 95 % množství, pro něž byla vyplacena záloha, propadá jistota jako celek.

5. V případech vyšší moci příslušný orgán členského státu stanoví opatření, která považuje za přiměřená vzhledem k daným důvodům, a o těchto opatřeních informuje Komisi.

(\*) Úř. věst. L 10, 12.1.2002, s. 58.

(\*\*) Úř. věst. L 316, 15.12.2002, s. 16.“

2. V článku 13 se odstavec 2 nahrazuje tímto:

„2. Možný obsah alkoholu produktů uvedených v odstavci 1 se stanoví tak, že údaje z převodní tabulky v příloze I tohoto nařízení se použijí na refrakto-metrickou metodu při 20 °C podle přílohy nařízení Komise (ES) č. 558/93 (\*).

V kontrolách prováděných příslušnými orgány je přípustná odchylka 0,2.

(\*) Úř. věst. L 58, 11.3.1993, s. 50.“

3. V článku 14 se doplňuje nový odstavec, který zní:

„Členské státy však mohou stanovit, že se předkládá několik žádostí o podporu, které se vztahují na část úkonů ke zvýšení obsahu alkoholu.“

4. Vkládá se nový článek 14a, který zní:

„Článek 14a

#### Kontroly

1. Příslušné orgány členských států učiní všechna opatření k zajištění kontrol potřebných pro ověření zejména identity a objemu produktu použitého pro úkon zvýšení obsahu alkoholu a pro dodržení přílohy V bodů C a D nařízení (ES) č. 1493/1999.

2. Producenti jsou povinni kdykoli umožnit kontroly uvedené v odstavci 1.“

5. Článek 16 se nahrazuje tímto:

„Článek 16

#### Výplata podpory

Příslušný orgán vyplácí podporu nejpozději do 31. srpna následujícího po ukončení běžného hospodářského roku.“

6. V čl. 29 odst. 1 se písmeno c) nahrazuje tímto:

„c) hodnota odečtená při teplotě 20 °C na refraktometru použitým podle metody uvedené v příloze nařízení (EHS) č. 558/93. Přípustná odchylka je 0,5 pro hroznový mošt a 1 pro zahuštěný hroznový mošt a rektifikovaný moštový koncentrát.“

7. V článku 34 se odstavec 2 nahrazuje tímto:

„2. Aniž je dotčen odstavec 6, mohou být produkty, které jsou předmětem smlouvy, podrobeny pouze ošetřením nebo enologickým postupům potřebným

k jejich nezávadné konzervaci. Je povolena změna objemu stanoveného ve smlouvě. Tato změna nesmí překročit 2 % u vína a 3 % u hroznového moštu, zahuštěného hroznového moštu a rektifikovaného moštového koncentráta. Jestliže jsou tyto produkty plněny do jiných obalů, stanoví se přípustná odchylka na 3 % a 4 % v uvedeném pořadí.“

8. Vkládá se nový článek, který zní:

„Článek 35a

#### Kontroly

1. Příslušné orgány členských států učiní všechna opatření k zajištění kontrol potřebných pro ověření identity a objemu produktu, který je předmětem smlouvy, a pro dodržení článku 34.

2. Producenti jsou povinni kdykoli umožnit kontroly uvedené v odstavci 1.“

9. Článek 37 se nahrazuje tímto:

„Článek 37

#### Výplata podpory

1. Příslušný orgán vyplácí podporu nejpozději do tří měsíců po dni ukončení smlouvy o skladování.

2. V případech ukončení smlouvy podle článků 33 nebo 35 je splatná podpora úměrná skutečnému trvání smlouvy. Příslušný orgán vyplácí podporu nejpozději do tří měsíců po dni ukončení smlouvy.“

10. Článek 38 se nahrazuje tímto:

„Článek 38

#### Poskytnutí zálohy

1. Producenti mohou žádat o zálohu, pokud složili ve prospěch intervenční agentury jistotu ve výši 120 % zálohy. Aniž je dotčen článek 32, výše zálohy se vypočítává na základě výše podpory pro dotčený produkt uvedené v článku 25.

2. Zálohy vyplácí příslušný orgán do tří měsíců po předložení dokladu o složení zálohy.

3. Jakmile příslušný orgán vyplácí podporu, uvolňuje se jistota uvedená v odstavci 1.

Dojde-li ke ztrátě nároku na podporu podle čl. 36 odst. 1 písm. a), propadá celá jistota.

Jestliže má použití čl. 36 odst. 1 písm. b) za následek stanovení částky podpory, která je nižší než předem vyplacená částka, snižuje se jistota o 120 % částky přeplacené částky podpory. Takto snížená jistota se uvolňuje nejpozději do tří měsíců po dni uplynutí smlouvy.

V případě použití čl. 29 odst. 5 písm. i) provedou členské státy potřebné úpravy.“

11. V článku 43 se třetí pododstavec nahrazuje tímto:

„V rámci provádění destilací uvedených v této hlavě přijmou členské státy opatření nezbytná k zajišťování dodržování povinností podle druhého pododstavce.“

12. Článek 45 se mění takto:

a) do odstavce 1 se vkládá druhý pododstavec, který zní:

„Členské státy mohou stanovit, že se tato dodávka usku-  
teční přede dnem uvedeným v prvním pododstavci.“

b) zrušuje se odstavec 2.

13. V čl. 46 odst. 3 písm. a) se bod ii) nahrazuje tímto:

„ii) ve vinařské zóně C: 2 litry čistého alkoholu (skuteč-  
ného nebo možného) na 100 kilogramů, pokud byl  
získán z odrůd, které nejsou pro dotýcnou správní  
jednotku zatříděny jako moštové odrůdy; 2,8 litru  
čistého alkoholu (skutečného nebo možného) na  
100 kilogramů, pokud byl získán z odrůd, které jsou  
pro dotýcnou správní jednotku zatříděny pouze jako  
moštové odrůdy;“.

14. Článek 48 se nahrazuje tímto:

„Článek 48

### Podpora palírně

1. Částka podpory, která bude vyplacena palírně za destilaci podle článku 27 nařízení (ES) č. 1493/1999, se stanoví na základě objemových procent alkoholu na hektolitr destilací získaného produktu takto:

a) u neutrálního alkoholu:

— z matolin: 0,8453 EUR,

— z vína a z vinných kalů: 0,4106 EUR;

b) u matolinové pálenky a destilátu nebo surového alko-  
holu z matolin o obsahu alkoholu nejméně 52 %  
objemových: 0,3985 EUR

c) u vínovice a surového alkoholu z vína a vinných  
kalů: 0,2777 EUR.

Prokáže-li palírna, že destilát nebo surový alkohol, který získala destilací matolin, nebude použit k výrobě matolinové pálenky, může jí být vyplacena dodatečná částka ve výši 0,3139 EUR na % objemové a hektolitr.

2. Na množství vína dodané k destilaci, které přesahuje o více než 2 % povinnost producenta podle čl. 45 odst. 1 tohoto nařízení, se podpora neposkytuje.“

15. Článek 49 se mění takto:

a) odstavec 2 se nahrazuje tímto:

„2. Producenti, kteří během dotýcného hospodář-  
ského roku sami nevyrobí více než 25 hektolitrů vína  
nebo hroznového moštu ve svých vlastních provozov-  
nách, jsou osvobozeni od dodávky.“

b) doplňuje se nový odstavec, který zní:

„4. Podle čl. 27 odst. 8 nařízení (ES) č. 1493/1999 mohou členské státy pro celé své území nebo jeho část stanovit, že producenti, kteří nepřekročí stanovenou úroveň výroby a samotní producenti ve vlastních provozovnách mohou být osvobozeni od povinnosti dodávat vedlejší produkty uvedené v odstavcích 3 a 6 uvedeného článku prostřednictvím stažení těchto výrobků pod kontrolou. Tato úroveň výroby však nesmí překročit 80 hektolitrů vína nebo moštu.“

16. V článku 58 se první pododstavec nahrazuje tímto:

„Producenti podléhající jedné z povinností uvedených v člancích 45 a 54, kteří dodali před 15. červencem běžného hospodářského roku nejméně 90 % množství odpovídajícího jejich povinnosti, mohou svou povinnost splnit tím, že zbývající množství dodají před termínem, který stanoví příslušný státní orgán a který nemůže být pozdější než 31. červenec následujícího hospodářského roku.“

17. Článek 60 se mění takto:

a) v odstavci 5 se doplňuje druhý pododstavec, který zní:

„U destilace podle článku 28 nařízení (ES) č. 1493/1999 a rozlišuje-li členský stát nákupní cenu podle výnosu na hektar, jak je uvedeno v čl. 55 odst. 2, je lhůta uvedená v prvním pododstavci sedm měsíců.“

b) zrušuje se odstavec 6.

18. Článek 62 se mění takto:

a) odstavec 2 se nahrazuje tímto:

„2. Cena, jež má být placena příslušným orgánem palírně za dodaný produkt, se stanoví na % objemová na hektolitr takto:

a) u destilace podle článku 27 nařízení (ES) č. 1493/1999:

— surový alkohol z matolin: 1,872 EUR,

— surový alkohol z vína a vinných kalů: 1,437 EUR;

b) u destilace podle článku 28 nařízení (ES) č. 1493/1999:

— surový alkohol z vína: 1,799 EUR.

Jestliže bude alkohol skladován v zařízeních, ve kterých byl získán, snižují se výše uvedené ceny o 0,5 EUR na hektolitr alkoholu.“

b) zrušuje se odstavec 3;

19. V čl. 67 odst. 1 se doplňuje třetí pododstavec, který zní:

„Záloha, která může být producentovi v rámci použití destilace podle článku 30 nařízení (ES) č. 1493/1999 poskytnuta na cenu, již mu má zaplatit intervenční agentura, je stejná jako podpora stanovená v druhém pododstavci.“

20. Zrušuje se čl. 73 odst. 2.

21. Článek 74 se mění takto:

a) odstavec 4 se nahrazuje tímto:

„4. Intervenční agentura vybere od producenta celou nebo část částky ve výši podpory nebo zálohy vyplacené palírně, pokud producent nesplnil podmínky stanovené v předpisech Společenství pro danou destilaci z některého z těchto důvodů:

- a) producent nepředložil ve stanovené lhůtě prohlášení o sklizni, produkci nebo zásobách;
- b) producent předložil prohlášení o sklizni, produkci nebo zásobách, které příslušný orgán členského státu považuje za neúplné nebo nepřesné a chybějící nebo nepřesné údaje jsou zásadní pro uplatňování příslušných opatření;
- c) producent nesplnil povinnosti podle článku 37 nařízení (ES) č. 1493/1999 a toto porušení povinností bylo zjištěno nebo palírně oznámeno teprve poté, co proběhla výplata minimální ceny podle dřívějšího prohlášení.

V případě uvedeném v prvním pododstavci písm. a) se částka, která má být vrácena, určuje podle pravidel stanovených v článku 12 nařízení Komise (ES) č. 1282/2001 (\*).

V případě uvedeném v prvním pododstavci písm. b) se částka, která má být vrácena, určuje podle pravidel stanovených v článku 13 nařízení Komise (ES) č. 1282/2001.

V případě uvedeném v prvním pododstavci písm. c) se částka, která má být vrácena, rovná celé podpoře nebo záloze vyplacené palírně.

(\* Úř. věst. L 176, 29.6.2001, s. 14.“;

b) doplňuje se nový odstavec, který zní:

„5. Zjistí-li se, že palírna nezaplatila producentovi nákupní cenu ve lhůtě stanovené v čl. 65 odst. 7, vyplatí intervenční agentura producentovi před 1. červnem následujícím po skončení dotyčného hospodářského roku částku rovnající se podpoře nebo záloze, případně prostřednictvím intervenční agentury producenta členského státu. V tomto případě se palírně nevyplácí žádná podpora ani záloha.“

22. Článek 86 se nahrazuje tímto:

„Článek 86

### Zahájení nabídkového řízení

Komise může postupem podle článku 75 nařízení (ES) č. 1493/1999 každé čtvrtletí zahájit jedno nebo více nabídkových řízení na vývoz do stanovených třetích zemí za účelem konečného použití výhradně v odvětví pohonných hmot. Dotyčný alkohol musí být dovezen do třetí země, tam dehydratován a použit výhradně v odvětví pohonných hmot v třetí zemi.“

23. Článek 91 se mění takto:

a) v odstavci 7 se třetí pododstavec nahrazuje tímto:

„V poukázce na převzetí se uvádí datum, do kterého se musí uskutečnit fyzické převzetí alkoholu ze skladu příslušné intervenční agentury. Lhůta pro převzetí nesmí být delší než osm dní ode dne vydání poukázky na převzetí. Pokud se však poukázka na převzetí týká více než 25 000 hektolitrů, může být tato lhůta delší než 8 dní, nesmí však překročit 15 dnů.“;

b) odstavec 10 se nahrazuje tímto:

„10. Fyzické převzetí alkoholu ze skladů příslušné intervenční agentury musí být ukončeno ve lhůtě, která bude stanovena postupem podle článku 75 nařízení (ES) č. 1493/1999 v době zahájení nabídkového řízení.“

24. V článku 93 se odstavec 6 nahrazuje tímto:

„6. Fyzické převzetí alkoholu ze skladů příslušné intervenční agentury musí být ukončeno ve lhůtě, která se stanoví postupem podle článku 75 nařízení (ES) č. 1493/1999 v době zahájení nabídkového řízení.“

25. Zrušuje se čl. 95 odst. 3.

26. V článku 101 se doplňuje nový odstavec, který zní:

„4. Aniž je dotčen odstavec 1, je-li alkohol vyvážen k výhradnímu použití v odvětví pohonných hmot ve třetí zemi, provádějí se kontroly jeho skutečného použití až do okamžiku, kdy je alkohol smíchán s denaturačním prostředkem v zemi určení.

Při odbytu alkoholu za účelem užití jako bioethanol ve Společenství, provádějí se tyto kontroly až do okamžiku, kdy alkohol obdrží ropný podnik používající bioethanol nebo schválený podnik uvedený v článku 92, pokud je zajištěn dohled uvedený v třetím pododstavci od okamžiku, kdy tento schválený podnik alkohol obdrží.

V případech uvedených v prvním a druhém pododstavci musí dotyčný alkohol zůstat pod dohledem úředního subjektu, který zaručuje jeho použití v odvětví pohonných hmot podle zvláštního daňového režimu vyžadujícího toto konečné použití.“

27. Do hlavy IV se vkládá nový článek, který zní:

„Článek 102a

### Odchylky od lhůt pro plateb

Odchylně od ustanovení pro lhůty plateb poskytnuté příslušnému orgánu členských států podle tohoto nařízení provádí tento příslušný orgán, jestliže má odůvodněné pochybnosti o nároku příjemce na podporu, nezbytné kontroly a platby se neuskutečňují, dokud se nepotvrdí nárok na podporu.“

28. Článek 103 se nahrazuje tímto:

„Článek 103

### Sdělení Komisi

1. V případě podpory soukromého skladování vína a moštu podle hlavy III kapitoly I nařízení (ES) č. 1493/1999 členské státy sdělují:

- a) nejpozději do 31. prosince hospodářského roku následujícího po hospodářském roce, v němž byly smlouvy uzavřeny, množství hroznového moštu zpracovaného na zahuštěný hroznový mošt nebo rektifikovaný moštový koncentrát v době platnosti smlouvy a množství takto získaná;
- b) nejpozději do 5. března běžného hospodářského roku množství produktu, na něž se vztahuje smlouva ke dni 16. února.

2. V případě destilací podle článků 27, 28 a 30 nařízení (ES) č. 1493/1999 sdělují členské státy na konci října, prosince, února, dubna, června a srpna:

- a) množství vína, vinných kalů a alkoholizovaného vína, které bylo destilováno v předchozích dvou měsících;
- b) množství alkoholu rozlišené na neutrální alkohol, surový alkohol a vínovici,
  - vyrobené v předchozím období,
  - převzaté intervenčními agenturami v předchozím období,
  - prodané intervenčními agenturami v předchozím období a procento těchto množství, které bylo vyvezeno, včetně účtovaných prodejních cen,
  - které mají tytéž intervenční agentury v držbě na konci předchozího období.

3. Pokud jde o odbyt alkoholu převzatého intervenčními agenturami, jak je uveden v článku 31 nařízení (ES) č. 1493/1999, sdělují členské státy na konci každého měsíce:

- a) množství alkoholu fyzicky převzatého během předchozího měsíce na základě nabídkového řízení;
- b) množství alkoholu fyzicky převzatého během předchozího měsíce na základě veřejné dražby.

4. V případě destilace podle článku 29 nařízení (ES) č. 1493/1999 sdělují členské státy na konci každého měsíce:

- a) množství vína destilovaného během předchozího měsíce;
- b) množství alkoholu, který během předchozího měsíce získal vedlejší podporu.

5. V případě podpor pro zahuštěný hroznový mošt a rektifikovaný moštový koncentrát používaný k obohacení, které jsou uvedeny v článku 34 nařízení (ES) č. 1493/1999, sdělují členské státy nejpozději do 31. prosince hospodářského roku následujícího po běžném hospodářském roce:

- a) počet producentů, kteří obdrželi podporu;
- b) množství obohaceného vína;
- c) množství k tomu použitého zahuštěného hroznového moštu a rektifikovaného moštového koncentrátu, vyjádřeno v % objemových možného obsahu alkoholu na hektolitr a rozčleněno podle vinařské zóny, z níž pocházejí.

6. V případě podpory pro výrobu hroznové šťávy a ostatních požitelných produktů z hroznové šťávy podle čl. 35 odst. 1 písm. a) nařízení (ES) č. 1493/1999 sdělují členské státy nejpozději do 30. dubna za předcházející hospodářský rok:

- a) množství suroviny, na které byla požadována podpora, přičemž tyto suroviny jsou rozčleněny podle druhu;
- b) množství suroviny, na něž byla poskytnuta podpora, přičemž tyto suroviny jsou rozčleněny podle druhu.

7. V případě podpor pro výrobu některých produktů ve Spojeném království a Irsku podle čl. 35 odst. 1 písm. b) a c) nařízení (ES) č. 1493/1999 sdělují členské státy nejpozději 30. dubna za předcházející hospodářský rok:

- a) množství hroznového moštu a zahuštěného hroznového moštu, na které bylo žádáno o podporu, rozčleněno podle vinařských zón, z nichž pochází;
- b) množství hroznového moštu a zahuštěného hroznového moštu, na něž byla poskytnuta podpora, rozčleněno podle vinařských zón, z nichž pochází;
- c) ceny za hroznový mošt a zahuštěný hroznový mošt uhrazené zpracovateli a hospodářskými subjekty.

8. Členské státy sdělují:

- a) nejpozději 30. dubna za předcházející hospodářský rok případy, ve kterých palírní nebo producenti alkoholizovaného vína nesplnili své povinnosti, a v důsledku toho přijatá opatření;
- b) 10 dnů před koncem každého čtvrtletí rozhodnutí o žádostech odvolávajících se na vyšší moc a související opatření přijatá příslušnými orgány v případech uvedených v tomto nařízení.“



29. Název přílohy I se nahrazuje tímto:

„Tabulka k přepočtu možného obsahu alkoholu a hodnot získaných při 20 °C refraktometrickou metodou podle metody stanovené v příloze nařízení (ES) č. 558/93.“

30. Příloha IV se nahrazuje přílohou tohoto nařízení.

## Článek 2

Toto nařízení vstupuje v platnost dnem vyhlášení v *Úředním věstníku Evropské unie*.

Ustanovení čl. 1 bodů 7, 16, 19, 20, 21 a 29 se použijí ode dne 1. srpna 2000.

Ustanovení čl. 1 bodů 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 17, 18, 27 a 28 se použijí ode dne 1. srpna 2003.

Toto nařízení je závazné v celém rozsahu a přímo použitelné ve všech členských státech.

V Bruselu dne 2. dubna 2003.

Za Komisi  
Franz FISCLER  
člen Komise

---

## PŘÍLOHA

## „PŘÍLOHA IV

## METODA ROZBORU SPOLEČENSTVÍ POUŽITELNÁ PRO NEUTRÁLNÍ ALKOHOL

## I. OBECNĚ

Pro účely této přílohy je:

- a) mezi opakovatelnosti: taková hodnota, pod níž leží absolutní rozdíl mezi dvěma výsledky jednotlivých zkoušek, které lze při stanovené pravděpodobnosti očekávat za stejných podmínek (stejná osoba, stejný přístroj, stejná laboratoř, krátké časové období);
- b) mezi reprodukovatelnosti: taková hodnota, pod níž leží absolutní rozdíl mezi dvěma výsledky jednotlivých zkoušek, které lze při stanovené pravděpodobnosti očekávat za různých podmínek (různá osoba, různá zařízení a/nebo různé laboratoře a/nebo různé časové období).

Jednotlivým výsledkem zkoušky se rozumí taková hodnota, kterou lze obdržet za použití normovaného zkušební postupu jedenkrát na jeden vzorek. Pokud není uvedeno jinak, předpokládá se pravděpodobnost na úrovni 95 %.

## II. METODY

## Úvod

## 1. PŘÍPRAVA VZORKU K ROZBORU

## 1.1 Obecně

Objem laboratorního vzorku k rozboru musí být 1,5 litru, pokud zvláštní ustanovení nevyžadují větší množství.

## 1.2 Příprava vzorku

Vzorek musí být před rozbořem zhomogenizován.

## 1.3 Uchovávání vzorku

Připravený vzorek musí být trvale uchováván ve vzduchotěsné nádobě, do níž neproniká vlhkost, a uložen tak, aby se zabránilo jeho znehodnocení; zejména korková, kaučuková a plastová těsnění by se neměla dostat do přímého kontaktu s alkoholem a používání těsnicího vosku se výslovně zakazuje.

## 2. ČINIDLA

## 2.1 Voda

2.1.1 Kdykoli je zmíněna voda pro roztok, zředění nebo mytí, znamená to destilovanou vodu nebo demineralizovanou vodu rovnocenné čistoty.

2.1.2 Kdykoli je učiněn odkaz na „roztok“ nebo ředění bez další specifikace činidla, je míněn vodný roztok.

## 2.2 Chemikálie

Veškeré chemikálie musí být uznané analytické kvality, není-li uvedeno jinak.

## 3. VYBAVENÍ

## 3.1 Seznam vybavení

Seznam vybavení obsahuje jen ty položky, které mají zvláštní použití, a položky s konkrétní specifikací.

## 3.2 Analytické váhy

Analytické váhy znamenají váhy s citlivostí nejméně 0,1 mg.

#### 4. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

##### 4.1 Výsledky

Výsledek uvedený ve zprávě o výsledku rozboru je průměrná hodnota získaná nejméně ze dvou stanovení, jejichž opakovatelnost ( $r$ ) je uspokojivá.

##### 4.2 Výpočet výsledků

Není-li uvedeno jinak, výsledky se vypočítávají v gramech na hektolitr ethanolu o 100 % objemových.

##### 4.3 Počet platných číslic

Výsledek nemá obsahovat více platných číslic, než odpovídá přesnosti použité metody rozboru.

### Metoda č. 1: Stanovení obsahu alkoholu

Obsah alkoholu v % objemových se stanoví v souladu s platnými předpisy členského státu nebo v případě sporu pomocí lihoměru nebo hustoměru na líh definovaných ve směrnici Rady 76/765/EHS ze dne 27. července 1976 o sblížení právních předpisů členských států týkajících se lihoměru a hustoměru na líh <sup>(1)</sup>.

Vyjadřuje se v % objemových podle směrnice Rady 76/766/EHS ze dne 27. července 1976 o sblížení právních předpisů členských států týkajících se lihoměrných tabulek <sup>(2)</sup>.

### Metoda č. 2: Vyhodnocení barvy a/nebo čirosti

#### 1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda umožňuje hodnotit barvu anebo čirost neutrálního alkoholu.

#### 2. DEFINICE

Barvou a čirostí se rozumějí barva a čirost stanovené specifikovanou metodou.

#### 3. PRINCIP

Barva a čirost se hodnotí vizuálně porovnáním s vodou proti bílému a černému pozadí.

#### 4. VYBAVENÍ

Skleněné válce, bezbarvé, alespoň 40 cm vysoké.

#### 5. POSTUP

Postavte dva skleněné válce (bod 4) na bílé nebo černé pozadí, jeden válec naplňte vzorkem asi do výšky 40 cm a druhý vodou do stejné výšky.

Porozuňte vzorek shora, tj. skrze výšku válce, a porovnejte jej s porovnávacím válcem.

<sup>(1)</sup> Úř. věst. L 262, 27.9.1976, s. 143.

<sup>(2)</sup> Úř. věst. L 262, 27.9.1976, s. 149.

## 6. VÝKLAD

Zhodnoňte barvu anebo čirost vzorku na podkladě pozorování podle bodu 5.

**Metoda č. 3: Stanovení doby vyčiřeni manganistanem draselným**

## 1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Touto metodou se stanoví doba vyčiřeni neutrálního alkoholu manganistanem draselným.

## 2. DEFINICE

Doba vyčiřeni manganistanem draselným stanovena specifickovanou metodou je počet minut nutný k tomu, aby barva vzorku byla stejná s barvou standardu po přidání 1 ml 1mmol/l roztoku manganistanu draselného do 10 ml vzorku.

## 3. PRINCIP

Doba vyčiřeni manganistanem draselným se stanoví a definuje jako doba nutná k tomu, aby barva vzorku byla stejná jako barva standardu po přidání manganistanu draselného.

## 4. ČINIDLA

## 4.1 Roztok manganistanu draselného o koncentraci 1 mmol/l. Připravuje se těsně před použitím.

## 4.2 Barevný roztok A (červený)

— navažte přesně 59,50 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,

— připravte vodný roztok 25 ml kyseliny chlorovodíkové ( $P^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) a 975 ml vody,

— do malého množství vodného roztoku HCl v 1 000 ml odměrné baňce přidejte chlorid kobaltnatý a doplňte po značku zbytkem roztoku HCl o teplotě 20 °C.

## 4.3 Barevný roztok B (žlutý)

— navažte přesně 45,00 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,

— připravte vodný roztok 25 ml kyseliny chlorovodíkové ( $P^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) a 975 ml vody a pak postupujte s naváženým množstvím chloridu železitého stejně jako v případě barevného roztoku A.

## 4.4 Roztok barevného standardu

Odpipetujte 13 ml barevného roztoku A a 5,5 ml barevného roztoku B do 100ml odměrné baňky a doplňte po značku vodou o teplotě 20 °C.

*Poznámka:*

Barevné roztoky A a B mohou být uchovávány několik měsíců bez přístupu světla při teplotě 4 °C; roztok barevného standardu by se měl čas od času připravit čerstvý.

## 5. VYBAVENÍ

## 5.1 100 ml Nesslerovy kyvety z bezbarvého průhledného skla s vyznačeným objemem 50 ml, se zabroušenou skleněnou zátkou, nebo běžné bezbarvé zkumavky o průměru kolem 20 mm.

## 5.2 1, 2, 5, 10 a 50 ml pipety.

## 5.3 Teploměr se stupnicí do 50 °C s dělením po 0,1 nebo 0,2 °C.

## 5.4 Analytické váhy.

## 5.5 Vodní lázeň o teplotě 20 ± 0,5 °C regulovanou termostatem.

## 5.6 100 a 1 000 ml odměrné baňky se zabroušenými skleněnými zátkami.

## 6. POSTUP

- 6.1 — odpipetujte 10 ml vzorku do zkumavky nebo 50 ml do Nesslerovy kyvety,  
— umístěte do vodní lázně o teplotě 20 °C,  
— přidejte 1 nebo 5 ml 1 mmol/l roztoku  $\text{KMnO}_4$  podle množství použitého vzorku, promíchejte a ponechte ve vodní lázni při teplotě 20 °C,  
— zaznamenejte čas,  
— odpipetujte 10 ml barevného standardu do zkumavky o stejném průměru nebo 50 ml barevného standardu do Nesslerovy kyvety,  
— pozorujte změnu barvy vzorku a čas od času ji znovu porovnejte s barevným standardem proti bílému pozadí,  
— zaznamenejte čas, kdy je barva vzorku stejná jako barevný standard.

### *Poznámka:*

Dávejte pozor na to, abyste roztok vzorku během zkoušky nevystavili přímému slunečnímu světlu.

## 7. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

- 7.1 Doba považovaná za dobu vyčiření je doba nutná k tomu, aby barva zkumavky se vzorkem byla stejná jako barva zkumavky se standardem.

Pro neutrální alkohol musí být tato doba nejméně 18 minut při teplotě 20 °C.

### 7.2 Opakovatelnost

Rozdíl ve výsledcích dvou zkoušek provedených současně nebo rychle za sebou stejným analytikem na stejném vzorku za stejných podmínek nesmí překročit dvě minuty.

## 8. POZNÁMKY

- 8.1 Stopy oxidu manganičitého mají katalytické účinky na reakci, a proto zajistěte, aby se používaly velmi pečlivě vyčištěné pipety a zkumavky vyhrazené jen k tomuto účelu. Vyčistěte je kyselinou chlorovodíkovou a důkladně vypláchněte vodou tak, aby na skleněné aparatuře nebylo viditelné hnědé zbarvení.
- 8.2 Kvalita k přípravě roztoku manganistanu draselného se musí pečlivě sledovat (bod 4.1); voda nesmí spotřebovat žádný manganistan draselný. Není-li možné získat požadovanou jakost, měla by se uvést do varu destilovaná voda, do níž by se mělo přidat malé množství manganistanu draselného, tak aby se slabounce zbarvila růžově. Tento roztok by se pak měl vychladit a použít k rozředění.
- 8.3 Některé vzorky se mohou odbarvit, aniž by prošly stadiem, v němž by měly stejný odstín jako referenční roztok.
- 8.4 Manganistanový test může být zkreslen, pokud vzorek alkoholu určený k rozboru nebyl uložený v dokonale čisté skleněné baňce a hermeticky uzavřený buď zabroušenou skleněnou zátkou opláchnutou lihem, nebo jinou zátkou obalenou cínem nebo hliníkem.

### **Metoda č. 4: Stanovení aldehydů**

#### 1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Touto metodou se stanoví aldehydy obsažené v neutrálním alkoholu vyjádřené jako acetaldehyd.

#### 2. DEFINICE

Obsah aldehydů: obsah aldehydů vyjádřených jako acetaldehyd určený specifikovanou metodou.

## 3. PRINCIP

Barva získaná po reakci vzorku s Schiffovým činidlem se porovnává se standardními roztoky se známým obsahem acetaldehydu.

## 4. ČINIDLA

p-rosanilinhydrochlorid (zásaditý fuchsin)

siřičitan sodný nebo bezvodý metabisičitan sodný

kyselina chlorovodíková o hustotě  $p^{20} = 1,19$  g/ml

práškové aktivní uhlí

škrobový roztok připravený z 1 g rozpustného škrobu a 5 mg HgI<sub>2</sub> (konzervační látka), z kterých se vytvoří suspenze v malém množství studené vody, smíchají s 500 ml vařící vody, 5 minut vaří a po vychladnutí filtrují

jódový roztok s koncentrací 0,05 mol/l,

1-amino-ethanol CH<sub>3</sub>CH(NH<sub>2</sub>)OH (MW 61.08)

Schiffovo činidlo

— rozpustíte 5,0 práškového p-rosanilinhydrochloridu v asi 1 000 ml horké vody v 2000ml odměrné baňce,

— v případě potřeby ponechejte ve vodní lázni až do úplného rozpuštění,

— rozpustíte 30 g bezvodého siřičitanu sodného (nebo ekvivalentní množství metabisičitanu sodného) v asi 200 ml vody a přidejte chladný roztok p-rosanilinu,

— nechejte asi 10 minut ustát,

— přidejte 60 ml kyseliny chlorovodíkové ( $p_{20} = 1,19$  g/ml),

— je-li roztok bezbarvý – slabá intenzita hnědého zbarvení není na závadu – doplňte jej po značku vodou,

— v případě potřeby přefiltrujte s malým množstvím aktivního uhlí přes skládaný filtr, aby se vytvořil bezbarvý roztok.

Poznámky:

1. Schiffovo činidlo se připravuje nejméně 14 dní před použitím.

2. Volný obsah SO<sub>2</sub> obsažený v činidle by měl být mezi 2,8 a 6,0 mmol/100 ml, pH musí být 1.

Stanovení volného SO<sub>2</sub>:

— odpipetujte 10 ml Schiffova činidla do 250ml Erlenmeyerovy baňky,

— přidejte 200 ml vody,

— přidejte 5 ml škrobového roztoku,

— titrujte s jódovým roztokem s koncentrací 0,05 mol/l až do koncového bodu škrobu,

je-li obsah volného SO<sub>2</sub> mimo předepsaný rozsah, měl by se buď:

— zvýšit pomocí vypočteného množství metabisičitanu sodného (0,126 g Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>/100 ml činidla na 1 mmol chybějícího SO<sub>2</sub>, nebo

— snížit probubláním vzduchu přes činidlo.

Výpočet volného SO<sub>2</sub> v činidle:

volný SO<sub>2</sub>/100 ml činidla v mmolech:

$$= \frac{\text{spotřeba ml jódovým roztokem (0,05 mol/l)} \times 3,2 \times 100}{64 \times 10}$$

$$= \frac{\text{spotřeba ml jódovým roztokem (0,05 mol/l)}}{2}$$

Důležitá poznámka:

Používají-li se k přípravě Schiffova činidla jiné metody, měla by se zkontrolovat citlivost činidla, tak aby během zkoušky:

— nedošlo k zbarvení referenčním bezaldehydovým lihem,

— bylo patrné růžové zbarvení vyvolané 0,1 g acetaldehydu na hektolitr alkoholu o 100 % objemových.

## 3) Vyčištění komerčního 1-amino-ethanolu

- zcela rozpusťte 5 g 1-amino-ethanolu v asi 15 ml stoprocentního ethanolu,
- přidejte asi 50 ml suchého diethyletheru (sráží 1-amino-ethanol),
- ponechejte několik hodin v chladničce,
- odfiltrujte krystaly a vymyjte suchým diethyletherem,
- tři až čtyři hodiny sušte v sušičce nad kyselinou sírovou v částečném vakuu.

*Poznámka:*

Vyčištěný 1-amino-ethanol musí být bílý; pokud není, opakujte rekrystalizační proces.

## 5. VYBAVENÍ

- 5.1 Kolorimetrické trubice o obsahu 20 ml, každá opatřená zabroušenou skleněnou zátkou
- 5.2 1, 2, 3, 4, 5 a 10 ml pipety
- 5.3 Vodní lázeň o teplotě  $20 \pm 0,5$  °C regulovanou termostatem
- 5.4 Spektrofotometr s kyvetami s tloušťkou vrstvy 50 mm

## 6. POSTUP

## 6.1 Úvodní poznámka

Stanovujete-li obsah aldehydů touto metodou, zajistěte, aby obsah alkoholu ve vzorku byl nejméně 90,0 % objemových. Pokud tomu tak není, musí být zvýšen přidáním odpovídajícího množství bezaldehydového ethanolu.

## 6.2 Kalibrační křivka

- na analytických vahách přesně navažte 1,3860 g čištěného a sušeného 1-amino-ethanolu,
- umístěte do 1 000ml odměrné baňky a přidejte bezaldehydový ethanol o teplotě 20 °C až po značku. Roztok obsahuje 1 g/l acetaldehydu,
- ve dvou seriích připravte řadu 10 referenčních roztoků obsahujících 0,1 až 1,0 mg acetaldehydu na 100 ml roztoku,
- stanovte hodnoty absorpce těchto referenčních roztoků podle 6.3 a sestrojte graf.

## 6.3 Stanovení obsahu aldehydů

- odměřte pipetou 5 ml vzorku do kolorimetrické trubice,
- přidejte 5 ml vody, zamíchejte a udržujte při stálé teplotě 20 °C,
- současně připravte slepý vzorek z 5 ml bezaldehydového alkoholu o 96 % objemových, přidejte 5 ml vody a udržujte na stálé teplotě 20 °C,
- pak do každé trubice přidejte 5 ml Schiffova činidla, trubice uzavřete zabroušenými skleněnými zátkami a dobře protřepejte,
- 20 minut udržujte ve vodní lázni o teplotě 20 °C,
- obsah přemístěte do kyvet,
- určete hodnoty absorpce na vlnové délce 546 nm.

*Poznámky:*

1. Pro stanovení hodnot aldehydů je nezbytné zkontrolovat platnost kalibračních křivek porovnáním se zkušebními roztoky; v případě negativního výsledku kontroly je nutné znovu sestrojit kalibrační křivku.
2. Zajistěte, aby slepý vzorek byl vždy bezbarvý.

## 7. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

## 7.1 Vzorec a metoda výpočtu

Sestrojte graf optické hustoty v závislosti na koncentraci acetaldehydu a určete koncentraci vzorku porovnáním s tímto grafem.

Obsah aldehydů vyjádřených jako acetaldehyd v gramech na hektolitr ethanolu o 100 % objemových je dán vzorcem

$$\frac{100 \times A}{T}$$

kde:

A = obsah acetaldehydu v roztoku vzorku v gramech na hektolitr stanovený porovnáním se standardní křivkou,

T = obsah alkoholu v % objemových ve vzorku stanovený metodou č. 1.

## 7.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených současně nebo rychle za sebou stejným analytikem na stejném vzorku za stejných podmínek nesmí překročit 0,1 g aldehydů na hektolitr ethanolu o 100 % objemových.

**Metoda č. 5: Stanovení obsahu vyšších alkoholů**

## 1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Touto metodou se stanoví vyšší alkoholy obsažené v neutrálním alkoholu vyjádřené jako 2-methylpropan-1-ol.

## 2. DEFINICE

Obsah vyšších alkoholů: obsah vyšších alkoholů vyjádřených jako 2-methylpropan-1-ol stanovený specifikovanou metodou

## 3. PRINCIP

Absorbance barevných produktů vzniklých reakcí vyšších alkoholů s aromatickým aldehydem v horké ředěné kyselině sírové (reakce Komarowského) se stanovuje při vlnové délce 560 nm, opraví se na přítomnost jakýchkoli aldehydů ve vzorku a pak porovnává s absorpencí produkovanou 2-methylpropan-1-olem reagujícím za stejných podmínek.

## 4. ČINIDLA

4.1 Roztok salicylaldehydu s koncentrací 1 % hmotnostní. Připravte jej přidáním 1 g salicylaldehydu do 99 gramů ethanolu o 96 % objemových (bez přiboudliny).

4.2 Koncentrovaná kyselina sírová o hustotě 1,84 g/cm<sup>3</sup>.

4.3 2-Methylpropan-1-ol

4.4 Standardní roztoky 2-methylpropan-1-olu

Rozřeďte 2-methylpropan-1-ol (4.3) ve vodném roztoku ethanolu o 96 % objemových tak, abyste získali řadu standardů obsahujících 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 a 1,0 g 2-methylpropan-1-olu na hektolitr roztoku.

4.5 Standardní roztoky acetaldehydu

Připravte standardní roztoky acetaldehydu podle bodu 6.2 metody č. 4.

4.6 Ethanol o 96 % objemových bez vyšších alkoholů a aldehydů



## 5. VYBAVENÍ

- 5.1 UV-VIS spektrofotometr schopný měřit absorpenci při vlnové délce 560 nm.
- 5.2 Spektrofotometrické kyvety s tloušťkou vrstvy 10, 20 a 50 mm.
- 5.3 Vodní lázeň s teplotou nastavenou na  $20 \pm 0,5$  °C regulovanou termostatem.
- 5.4 Kolorimetrické trubice vyrobené ze silného skla (Pyrex nebo podobný materiál) se zabroušenými skleněnými zátkami, o obsahu asi 50 ml.

## 6. POSTUP

### 6.1 Obsah aldehydů

Stanovte obsah aldehydů vyjádřených jako acetaldehyd ve vzorku pomocí metody č. 4.

### 6.2 Kalibrační křivka: 2-methylpropan-1-ol

Odpipetujte 10 ml každého z 2-methylpropan-1-olových standardů (bod 4.4) do 50ml skleněných válců opatřených zabroušenými skleněnými zátkami. Do válců odpipetujte 1 ml roztoku salicylaldehydu (bod 4.1) a pak 20 ml kyseliny sírové (bod 4.2). Obsah důkladně promíchejte několikerým nakloněním válců dopředu a dozadu (dávejte přitom pozor, aby se náhodou nenadzdvihly zátky). Ponechejte 10 minut při pokojové teplotě a pak umístěte do vodní lázně (bod 5.3) o teplotě  $20 \pm 0,5$  °C. Po 20 minutách vylijte obsahy do spektrofotometrických kyvet uložených v serii.

Přesně 30 minut po přidání kyseliny sírové změřte hodnoty absorpance roztoků při vlnové délce 560 nm proti vodě v referenční kyvetě spektrofotometru.

Sestrojte kalibrační křivku hodnot absorpce v závislosti na koncentraci 2-methylpropan-1-olu.

### 6.3 Kalibrační křivka: aldehydy

Opakujte bod 6.2, avšak 10 ml každého z 2-methylpropan-1-olových standardů nahraďte 10 ml každého z acetaldehydových standardů.

Sestrojte kalibrační křivku hodnot absorpance při vlnové délce 560 nm v závislosti na koncentraci acetaldehydu.

### 6.4 Měření vzorku

Opakujte bod 6.2, avšak 10ml 2-methylpropan-1-olové standardy nahraďte 10 ml vzorku.

Změřte hodnotu absorpance vzorku.

## 7. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

### 7.1 Vzorec a metoda výpočtu

7.1.1 Opravte hodnotu absorpance vzorku odečtením hodnoty absorpance odpovídající koncentraci aldehydu ve vzorku (získané z kalibrační křivky sestrojené podle bodu 6.3).

7.1.2 Určete koncentraci vyšších alkoholů vyjádřených jako 2-methylpropan-1-ol ve vzorku z kalibrační křivky sestrojené podle bodu 6.2, ale s použitím správné hodnoty absorpance (7.1.1).

7.1.3 Koncentrace vyšších alkoholů vyjádřených jako 2-methylpropan-1-ol v gramech na hektolitr ethanolu o 100 % objemových je dána vzorcem:

$$\frac{A \times 100}{T}$$

kde:

A = koncentrace vyšších alkoholů ve vzorku vypočtená v bodě 7.1.2,

T = obsah alkoholu v % objemových ve vzorku stanovený metodou č. 1.

### 7.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených současně nebo rychle za sebou stejným analytikem na stejném vzorku za stejných podmínek nesmí překročit 0,2 g na hektolitr ethanolu o 100 % objemových.

**Metoda č. 6: Stanovení celkového obsahu kyselin**

## 1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Touto metodou se stanoví celkový obsah kyselin neutrálního alkoholu vyjádřený jako obsah kyseliny octové.

## 2. DEFINICE

Celkovým obsahem kyselin vyjádřeným jako obsah kyseliny octové se rozumí celkový obsah kyselin vyjádřený jako obsah kyseliny octové stanovený specifikovanou metodou.

## 3. PRINCIP

Vzorek se po odplynění titruje vůči standardnímu roztoku hydroxidu sodného a vypočítá se obsah kyselin vyjádřený jako obsah kyseliny octové.

## 4. ČINIDLA

## 4.1 Roztoky hydroxidu sodného, 0,01 mol/l a 0,1 mol/l, uskladněné tak, aby se minimalizoval jejich kontakt s oxidem uhličitým.

## 4.2 Roztok indigokarmínu (A)

- navažte 0,2 g indigokarmínu,
- rozpustíte ve 40 ml vody a doplňte na 100 g ethanolem.

Roztok fenolové červeně (B)

- navažte 0,2 g fenolové červeně,
- rozpustíte v 6 ml hydroxidu sodného s koncentrací 0,1 mol/l a doplňte vodou ve 100ml odměrné baňce.

## 5. VYBAVENÍ

- 5.1 Byreta nebo automatický titrátor.
- 5.2 100 ml pipeta.
- 5.3 250 ml baňka s kulatým dnem se zabroušenou skleněnou zátkou.
- 5.4 Zpětný chladič se zabroušenou skleněnou zátkou.

## 6. POSTUP

- napipetujte 100 ml vzorku do 250ml baňky s kulatým dnem,
- přidejte varné kamínky a rychle zahřejte do varu ve zpětném chladiči,
- do horkého roztoku přidejte jednu kapku každého z indikačních roztoků A a B,
- pak titrujte s hydroxidem sodným o koncentraci 0,01 mol/l, dokud se neobjeví první známky změny barvy ze zelenožluté na fialovou.

## 7. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

## 7.1 Vzorec a metoda výpočtu

Celkový obsah kyselin vyjádřený jako obsah kyseliny octové v gramech na hektolitr ethanolu o 100 % objemových se počítá podle vzorce:

$$\frac{V \times 60}{T}$$

kde:

V = množství v ml hydroxidu sodného o koncentraci 0,01 mol/l nutné k neutralizaci,

T = obsah alkoholu v % objemových ve vzorku stanovený metodou č. 1.

## 7.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených současně nebo rychle za sebou stejným analytikem na stejném vzorku za stejných podmínek nesmí překročit 0,1 g na hektolitr ethanolu o 100 % objemových.

**Metoda č. 7: Stanovení esterů**

## 1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Touto metodou se stanoví estery obsažené v neutrálním alkoholu vyjádřené jako ethylacetát.

## 2. DEFINICE

Obsahem esterů se rozumí obsah esterů vyjádřených jako ethylacetát stanovený specifikovanou metodou.

## 3. PRINCIP

Estery reagují kvantitativně s hydroxylaminhydrochloridem přítomným v zásaditém roztoku za tvorby hydroxylamových kyselin, ty pak tvoří v kyselém prostředí barevné komplexy s železitými ionty. Měří se optická hustota těchto komplexů při vlnové délce 525 nm.

## 4. ČINIDLA

4.1 Kyselina chlorovodíková, 4 mol/l.

4.2 Roztok chloridu železitého, 0,37 mol/l v kyselině chlorovodíkové 1 mol/l.

4.3 Hydroxylaminhydrochlorid, 2 mol/l. Skladujte v chladničce.

4.4 Roztok hydroxidu sodného, 3,5 mol/l.

4.5 Standardní roztoky ethylacetatu obsahující 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 a 1,0 g ethylacetatu na hektolitr ethanolu o 69 % objemových.

## 5. VYBAVENÍ

5.1 Spektrofotometr s 50 mm širokými kyvetami (tj.aktivní délka průchodu světla).

## 6. POSTUP

## 6.1 Kalibrační křivka

- na analytických vahách přesně navažte 1,0 g ethylacetatu,
- do 1 000 ml baňky přidejte alkohol zbavený esterů a doplňte až po značku kalibrace při teplotě 20 °C,
- ve dvou seriích připravte řadu 20 referenčních roztoků obsahujících 0,1 až 2,0 mg ethylacetatu na 100 ml roztoku,
- určete hodnoty absorpance referenčních roztoků podle bodu 6.2 a sestrojte graf.

## 6.2 Stanovení obsahu esterů

- napipetujte 10 ml vzorku do zkumavek se zabroušenými skleněnými zátkami,
- přidejte 2 ml roztoku hydroxylaminhydrochloridu,
- současně připravte slepý vzorek z 10 ml alkoholu o 96 % objemových zbaveného esterů a 2 ml roztoku hydroxylaminhydrochloridu,
- do každého roztoku přidejte 2 ml hydroxidu sodného, uzavřete zkumavky zabroušenými skleněnými zátkami a dobře je protřepejte,
- ponechejte 15 minut ve vodní lázni o teplotě 20 °C,
- do každé zkumavky přidejte 2 ml kyseliny chlorovodíkové a krátce protřepejte,
- přidejte 2 ml roztoku chloridu železitého a dobře promíchejte,
- obsah přemístěte do kyvet,
- změřte hodnoty při vlnové délce 525 nm.

## 7. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

### 7.1 Vzorec a metoda výpočtu

Strojíte graf optických hustot standardů v závislosti na jejich koncentracích.

Obsah esterů (vyjádřený jako ethylacetát = A) úměrný hodnotě absorbance se odečítá z grafu nebo se vypočítává podle vzorce:

$$\frac{A \times 100}{T}$$

a udává se v gramech na hektolitr ethanolu o 100 % objemových,

kde T = obsah alkoholu v % objemových ve vzorku stanovený podle metody č. 1.

### 7.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených současně nebo rychle za sebou stejným analytikem na stejném vzorku za stejných podmínek nesmí překročit 0,1 g esterů vyjádřených jako ethylacetát na hektolitr ethanolu o 100 % objemových.

## Metoda č. 8: Stanovení těkavých dusíkatých bází

### 1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Touto metodou se stanoví těkavé dusíkaté báze obsažené v neutrálním alkoholu vyjádřené jako dusík.

### 2. DEFINICE

Obsah těkavých dusíkatých bází: obsah těkavých dusíkatých bází vyjádřených jako dusík stanovený specifikovanou metodou.

### 3. PRINCIP

Vzorek se odpaří na malý objem za přídavku kyseliny sírové a poté se určuje obsah čpavku s použitím Conwayovy mikrodifusní techniky.

### 4. ČINIDLA

#### 4.1 Kyselina sírová, 1 mol/l.

#### 4.2 Indikační roztok kyseliny borité. Rozpusťte 10 g kyseliny borité, 8 mg bromokresolové zeleně a 4 mg methylové červeně v 30 % obj. propan-2-olu a doplňte na 1 000 ml 30 % obj. propan-2-olem.

#### 4.3 Roztok hydroxidu draselného, 500 g/l; volný oxid uhličitý.

#### 4.4 Kyselina chlorovodíková, 0,02 mol/l.

### 5. VYBAVENÍ

#### 5.1 Odpařovací misky s dostatečnou kapacitou na 50 ml vzorku.

#### 5.2 Vodní lázeň.

#### 5.3 Conwayova baňka s těsně dosedajícím víčkem; viz obr. 1 s popisem a doporučenými rozměry.

#### 5.4 Mikrobryeta o obsahu 2 až 5 ml, se stupnicí po 0,01 ml.

### 6. POSTUP

#### 6.1 Napipetujte 50 ml vzorku (při předpokládaném obsahu dusíku nižším než 0,2 g na hektolitr vzorku odeberte 200 ml vzorku) do skleněné misky, přidejte 1 ml kyseliny sírové o koncentraci 1 mol/l (4.1), misku umístěte na vodní lázeň (5.2) a odpařujte, dokud konečný objem není asi 1 ml.

- 6.2 Napipetujte 1 ml indikačního roztoku kyseliny borité (4.2) do vnitřní komory Conwayovy baňky (5.3) a zbylou kapalinu z odpařovacího procesu (6.1) vymyjte do vnější komory. Mírně nakloňte Conwayovu baňku a do vnější komory co nejrychleji přidejte asi 1 ml roztoku hydroxidu draselného (4.3). Conwayovu baňku okamžitě hermeticky uzavřete zakrytím těsně doléhajícím víčkem potřeným tukem.
- 6.3 Smíchejte dva roztoky ve vnější komoře a dávejte přitom pozor, aby roztoky ve vnější a vnitřní části nesmíchaly. Nechte dvě hodiny stát.
- 6.4 Titrujte čpavek ve vnější komoře kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 0,02 mol/l (4.4) za použití mikrobyřety (5.4) až do neutralizace neutralizace. Objem použité kyseliny má být mezi 0,2 a 0,9 ml; objem použité kyseliny označte jako  $V_1$  ml.
- 6.5 Proveďte slepou titraci opakováním bodů 6.1 až 6.4, přitom však nahraďte 50 ml vzorku v bodu 6.1 stejným objemem vody; necht' objem použité kyseliny chlorovodíkové je  $V_2$  ml.

## 7. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

### 7.1 Vzorec a metoda výpočtu.

Obsah těkavých dusíkatých bází v gramech na hektolitr ethanolu o 100 % objemových vypočtený a vyjádřený jako dusík se počítá podle vzorce

$$\frac{(V_1 - V_0) \times 2\,800}{E \times T}$$

kde

$V_1$  = objem v ml kyseliny chlorovodíkové použité k neutralizaci vzorku,

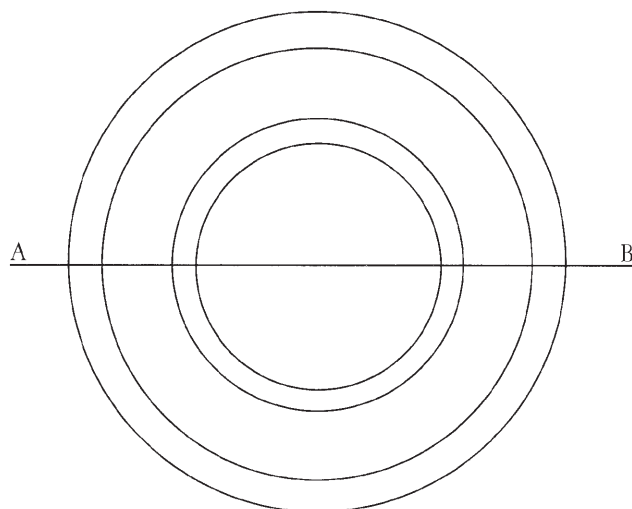
$V_2$  = objem v ml kyseliny chlorovodíkové použité ve slepé zkoušce,

T = obsah alkoholu v % objemových ve vzorku stanovený podle metody č. 1,

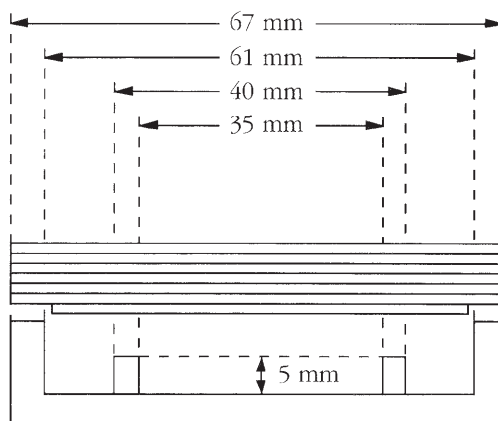
E = množství použitého vzorku v ml.

### 7.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených současně nebo rychle za sebou stejným analytikem na stejném vzorku za stejných podmínek nesmí překročit 0,05 g na hektolitr ethanolu o 100 % objemových.



Pohled shora na baňku



Svislý řez A - B

Jsou uvedeny běžné rozměry

Obr. 1: Conwayova baňka

**Metoda č. 9: Stanovení obsahu methanolu****1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ**

Touto metodou se stanoví obsah methanolu v neutrálním alkoholu.

**2. DEFINICE**

Obsahem methanolu se rozumí obsah methanolu stanovený specifikovanou metodou.

**3. PRINCIP**

Koncentrace methanolu se určuje přímým nástřikem vzorku do plynového chromatografu.

**4. POSTUP**

Vhodná je jakákoli metoda GLC, pokud plynová chromatografická kolona a pracovní podmínky umožňují dosáhnout dobré separace methanolu, acetaldehydu, ethanolu a ethylacetátu. Mez detekce methanolu v ethanolu musí být nižší než 2 g/hl.

## 5. OPAKOVATELNOST

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených současně nebo rychle za sebou stejným analytikem na stejném vzorku za stejných podmínek nesmí překročit 2 g na hektolitr ethanolu o 100 % objemových.

**Metoda č. 10: Stanovení suchého extraktu**

## 1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ

Touto metodou se stanoví suchý extrakt v neutrálním alkoholu.

## 2. DEFINICE

Obsahem suchého extraktu se rozumí obsah suché hmoty stanovený specifikovanou metodou.

## 3. PRINCIP

Přesně zvážená část vzorku se vysuší při teplotě 103 °C a gravimetricky se stanoví obsah extraktu.

## 4. VYBAVENÍ

## 4.1 Vodní lázeň.

## 4.2 Odpařovací miska o vhodném obsahu.

## 4.3 Exikátor obsahující čerstvě aktivovaný silikagel (nebo obdobný vysoušecí prostředek) s indikátorem obsahu vlhkosti.

## 4.4 Analytické váhy.

## 4.5 Sušárna s teplotou nastavitelnou na 103 ± 2 °C.

## 5. POSTUP

Přesně zvažte, s citlivostí na 0,1 mg, čistou odpařovací misku (bod 4.2) ( $M_0$ ). Pomocí pipety, popřípadě na několikrát, odměřte do misky vhodný objem vzorku (100 – 250 ml) ( $V_0$  ml). Misku se vzorkem umístěte na vodní lázeň (bod 4.1) a nechte vzorek vysušit. Pak misku se zbytkem na 30 minut vložte do sušárny (bod 4.5) nastavenou na teplotu 103 ± 2 °C a poté ji přemístěte do exikátoru (4.3). Misku nechte 30 minut chladnout při pokojové teplotě a pak ji zvažte s přesností na 0,1 mg ( $M_1$ ).

## 6. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

## 6.1 Vzorec a metoda výpočtu

Obsah suchého extraktu v gramech na hektolitr ethanolu o 100 % objemových se vypočítá podle vzorce

$$\frac{(M_1 - M_0) \times 10^7}{V_0 \times T}$$

kde:

$M_0$  = hmotnost v gramech čisté a suché misky,

$M_1$  = hmotnost v gramech misky a suchého extraktu,

$V_0$  = objem vzorku odebraného za účelem vysušení,

$T$  = obsah alkoholu v % objemových ve vzorku stanovený metodou č. 1.

## 6.2 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení provedených současně nebo rychle za sebou stejným analytikem na stejném vzorku za stejných podmínek nesmí překročit 0,5 g na hektolitr ethanolu o 100 % objemových.

**Metoda č. 11: Stanovení furfuralu**

1. PŘEDMĚT A OBLAST POUŽITÍ  
Touto metodou se zjišťuje přítomnost furfuralu v neutrálním alkoholu.
2. DEFINICE  
Mezní koncentrací furfuralu se rozumí hodnota stanovená specifikovanou metodou.
3. PRINCIP  
Vzorek alkoholu se smíchá s anilinem a ledovou kyselinou octovou. Přítomnost furfuralu se projevuje lososově růžovou barvou, která se objeví v roztoku do 20 minut od promíchání.
4. ČINIDLA
  - 4.1 Čerstvě destilovaný anilin.
  - 4.2 Ledová kyselina octová.
5. VYBAVENÍ  
Zkumavky se zabroušenými skleněnými zátkami.
6. POSTUP  
Pomocí 10 ml pipety odměřte vzorek do zkumavky (bod 5); přidejte 0,5 ml anilinu a 2 ml ledové kyseliny octové. Protřeptejte zkumavku, aby se obsah promíchal.
7. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ
  - 7.1 Výklad mezní zkoušky  
Je-li doba vyvinutí jakéhokoli lososově růžového zbarvení ve zkumavce kratší než 20 minut, je zkouška pozitivní a vzorek obsahuje furfural.
  - 7.2 Pozorování  
Výsledky dvou limitních zkoušek prováděných současně nebo rychle za sebou stejným analytikem na stejném vzorku za stejných podmínek musí být shodné.

**Metoda č. 12: UV zkouška**

1. PŘEDMĚT A OBLAST PŮSOBNOSTI  
Touto metodou se stanoví optická transparentnost neutrálního alkoholu.
2. PRINCIP  
Měří se optická transparentnost vzorku při vlnových délkách v rozsahu 220 až 270 nm proti různě definovaným referenčním látkám s vysokou optickou transparentností.
3. VYBAVENÍ
  - 3.1 UV-VIS spektrofotometr.
  - 3.2 Křemenné kyvety s tloušťkou vrstvy 10 mm, se stejným transmisním přenosem.
4. ČINIDLA  
n-hexan pro spektroskopii.
5. POSTUP
  - čisté kyvety vypláchněte roztokem vzorku a pak je naplňte vzorkem; vnějšek kyvet osušte,
  - stejným způsobem ošetřete referenční kyvetu n-hexanem a naplňte ji,
  - určete hodnoty absorbance a sestrojte graf.



## 6. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Hodnoty absorpance změřené při vlnových délkách 270, 240, 230 a 220 nm nesmějí překročit následující hodnoty: 0,02; 0,08; 0,18 a 0,3.

Absorbční křivka musí být hladká a pravidelná.

**Metoda č. 13: Stanovení obsahu  $^{14}\text{C}$  v ethanolu**

## 1. POSTUP PRO STANOVENÍ DRUHU ALKOHOLU

Stanovení obsahu  $^{14}\text{C}$  v ethanolu umožňuje rozlišit alkohol získaný z fosilních pohonných hmot (syntetický alkohol) a alkohol ze současných surovin (fermentační alkohol).

## 2. DEFINICE

Obsahem  $^{14}\text{C}$  v ethanolu se rozumí obsah  $^{14}\text{C}$  stanovený specifikovanou metodou.

Přirozený obsah  $^{14}\text{C}$  v atmosféře (referenční hodnota), která je absorbována živou vegetací prostřednictvím asimilace, není konstantní hodnotou. Referenční hodnota se proto určuje v ethanolu ze surovin získaných v posledním vegetačním období. Tato každoroční referenční hodnota se určuje každý rok prostřednictvím společných rozborů organizovaných Referenčním úřadem Společenství a Společným výzkumným střediskem Ispra.

## 3. PRINCIP

Obsah  $^{14}\text{C}$  ve vzorku obsahujícím ethanol o nejméně 85 % hmotnostních se zjišťuje přímým odčítáním scintilace roztoku.

## 4. ČINIDLA

## 4.1 Toluenový scintilátor

5,0 g 2,5-difenyloxazolu (PPO)

0,5 g p-bis-[4-methyl-5-fenyloxazolyl(2)]-benzenu (dimethyl-POPOPu) v jednom litru toluenu analytického stupně jakosti.

Mohou se též použít hotové obchodní toluenové scintilátory téhož složení.

4.2. Standard  $^{14}\text{C}$ 

n-hexadekanový  $^{14}\text{C}$  s aktivitou kolem  $1 \times 10^6$  dpm/g (přibližně  $1,67 \times 10$  cBq/g) a se zaručenou přesností určené aktivity  $\pm 2$  % rel.

4.3 Ethanol neobsahující  $^{14}\text{C}$ 

Syntetický alkohol ze surovin fosilního původu obsahující alespoň 85 % hmotnostních ethanolu, k určení pozadí.

## 4.4 Alkohol ze současných surovin získaných z posledního vegetačního období, obsahující alespoň 85 % hmotnostních ethanolu, jako referenční materiál.

## 5. VYBAVENÍ

## 5.1 Vícekanálový kapalinový scintilační spektrometr s procesorem a automatickou vnější standardizací a zobrazováním vnějšího poměru standard/kanál (obvyklá konstrukce: tři měřicí kanály a dva kanály na externí standard).

## 5.2 Počítací trubice obsahující ochuzený draslík, vhodné pro spektrometr, s tmavými šroubovacími uzávěry a polyethylenovou vložkou.

## 5.3 10ml odměrné pipety.

## 5.4 10ml automatické dávkovací zařízení.

## 5.5 250ml baňka s kulatým dnem, se zabroušenou skleněnou zátkou.

- 5.6 Lihový destilační přístroj s vyhříváním, např. typu Micko.
- 5.7 50 $\mu$ l injekční mikrostříkačka.
- 5.8 Pyknometrická nálevka, 25ml a 50ml pyknometr.
- 5.9 Termostat se s teplotní stabilitou  $\pm 0,01$  °C.
- 5.10 Úřední lihoměrné tabulky podle směrnice Rady ze dne 27. července 1976 o sblížení právních předpisů členských států týkajících se lihoměrných tabulek, zveřejněné Komisí Evropských společenství (ISBN 92-825-0146-9).

## 6. POSTUP

### 6.1 Nastavení přístrojů

Přístroje by měly být seřízeny podle pokynů výrobce. Podmínky pro měření jsou optimální, když hodnota indexu jakosti  $E_2/B$  dosahuje svého maxima.

$E$  = účinnost,

$B$  = pozadí.

Optimalizovány jsou jen dva měřicí kanály. Třetí je ponechán plně otevřený pro účely kontroly.

### 6.2 Výběr počítacích trubic

Každá z většího počtu počítacích trubic, než který bude později potřebný, se naplní 10 ml syntetického ethanolu neobsahujícího  $^{14}\text{C}$  a 10 ml toluenového scintilátoru. Každá trubice se měří po dobu nejméně 4  $\times$  100 minut. Trubice, jejichž pozadí se liší o více než  $\pm 1$  % rel. od průměru, se vyloučí. Mohou se použít jen nové trubice z továrny a ze stejné šarže.

### 6.3 Určení vnějšího poměru standard/kanál (ESCR)

Během procesu nastavování kanálů (6.1) se ESCS určuje pomocí vhodného počítačového programu, kde se stanoví účinnost. Jako vnější standard se používá esium, které již vestavěl výrobce.

### 6.4 Příprava vzorku

Je možné měřit vzorky o obsahu ethanolu nejméně 85 % hmotnostních a bez nečistot, které absorbují vlnové délky kratší než 450 nm. Malý zbytek esterů a aldehydů není na závadu. Po odlití několika prvních ml se vzorek destiluje přímo do pyknometru a pyknometricky se stanoví obsah alkoholu ve vzorku. Stanovené hodnoty se získávají z úředních lihoměrných tabulek.

## 7. MĚŘENÍ VZORKŮ POMOCÍ VNĚJŠÍHO STANDARDU

- 7.1 Prostřednictvím ESCR je možné měřit vzorky se slabou absorbcí, jako jsou ty, které jsou popsány v bodu 6.4, s ESCR kolem 1,8, kterým se uskuteční měření účinnosti.

### 7.2 Měření

10 ml každého ze vzorků připravených podle bodu 6.4 se napipetuje do vybrané počítací trubice se zkontrolovaným pozadím a pomocí automatického dávkovacího zařízení se přidá 10 ml toluenového scintilátoru. Vzorky v trubicích se vhodnými rotačními pohyby homogenizují; nesmí se připustit, aby kapalina navlhčila polyethylenovou vložku ve šroubovacím uzávěru. Stejným způsobem se připravuje trubice obsahující fosilní ethanol bez  $^{14}\text{C}$  k měření pozadí. Pro kontrolu příslušné každoroční hodnoty  $^{14}\text{C}$  se připravuje duplikát ze současného ethanolu získaného z posledního vegetačního období, přičemž se obsah trubice směšuje s vnitřním standardem podle bodu 8.

Kontrolní vzorek a vzorek pro určení pozadí se umístí na počátek měřicí série, která by měla obsahovat nejvýše 10 vzorků pro analýzu. Celková doba měření na vzorek činí nejméně 2  $\times$  100 minut, přičemž se jednotlivé vzorky měří v dílčích 100minutových etapách, tak aby se žádné zařízení neposunulo a nebo se neprojevil jiný vliv. (Jeden cyklus tedy odpovídá měřicímu intervalu 100 minut na vzorek).

Vzorek pro měření pozadí a kontrolní vzorek by se měly připravovat jako čerstvé každé čtyři týdny.

Tato metoda vyžaduje méně času a materiálu a zvláště se hodí pro zpracování velkého počtu vzorků běžnými laboratořemi.

V případě vzorků se slabou absorbancí (s ESCR kolem 1,8) změna této hodnoty jen bezvýznamně ovlivňuje účinnost. Pokud se změna nachází v pásmu  $\pm 5\%$  rel., lze očekávat stejnou účinnost. U vzorků se silnější absorbancí, jako jsou denaturované alkoholy, je možné účinnost zabezpečit pomocí korekčního grafu. Není-li k dispozici vhodný počítačový program, je nutné použít vnitřní standard, tato metoda pak poskytuje jednoznačný výsledek.

## 8. MĚŘENÍ VZORKŮ POMOCÍ VNITŘNÍHO STANDARDU HEXADEKAN <sup>14</sup>C

### 8.1 Postup

Každý kontrolní vzorek, vzorek pro měření pozadí (současný a fosilní ethanol) a neznámý materiál jsou měřeny dvojmo. Jeden vzorek duplikátuse připravuje v nevybrané trubici a jako vnitřní standard se k němu přidává přesně dávkované množství (30  $\mu$ l) hexadekanu <sup>14</sup> (přidaná aktivita činí kolem 26 269 dpm/gC, tedy přibližně 43 782 cBq/gC). Příprava vzorku a doba měření jsou popsány v bodu 7.2, avšak doby měření vzorků obsahujících vnitřní standard je možné zkrátit asi o pět minut přednastavením asi  $10^{-5}$  pulzů. V jedné měřicí sérii se používá jeden duplikát každého ze vzorků pro měření pozadí a každého z kontrolních vzorků; tyto se umísťují na začátek měřicí série.

### 8.2 Zacházení s vnitřním standardem a počítacími trubicemi

Aby se zabránilo znečištění vnitřním standardem při měření, je nutné standard skladovat a manipulovat s ním mimo prostor, kde se připravují a měří vzorky pro rozbor. Po měření je možné opětovně použít trubice kontrolované z hlediska pozadí. Šroubovací uzávěry a trubice obsahující vnitřní standard se odstraní.

## 9. VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

### 9.1 Jednotkou aktivity radioaktivní látky je becquerel; 1 Bq = 1 rozpad za sekundu.

Míra specifické radioaktivity se vyjadřuje v becquerelech na jeden gram uhlíku = Bq/gC.

Aby se získaly praktičtější výsledky, je lepší je vyjadřovat v centibecquerelech = cBq/gC.

V současné době je možné zachovat popisy a vzorce používané v literatuře, které vycházejí z dpm. Za účelem získání odpovídajících hodnot v cBq stačí hodnoty uvedené v dpm vynásobit zlomkem 100/60.

### 9.2 Vyjádření výsledků pomocí vnějšího standardu

$$\text{CBp} = \frac{(\text{cmp}_{\text{pr}} - \text{cmp}_{\text{NE}}) \times 1,1918 \times 100}{V \times F \times Z \times 60}$$

### 9.3 Vyjádření výsledků pomocí vnitřního standardu

$$\text{cBp} = \frac{(\text{cmp}_{\text{pr}} - \text{cmp}_{\text{NE}}) \times \text{dmp}_{\text{IS}} \times 1,1918 \times 100}{(\text{cmp}_{\text{IS}} - \text{cmp}_{\text{pr}}) \times V \times F \times 60}$$

### 9.4 Symboly

$\text{cpm}_{\text{pr}}$  = střední počet pulzů vzorku napočítaný během celkové doby měření,

$\text{cpm}_{\text{NE}}$  = střední počet pulzů pozadí vypočtený stejným způsobem,

$\text{cpm}_{\text{IS}}$  = počet pulzů napočítaný při měření vnitřního standardu,

$\text{dpm}_{\text{IS}}$  = množství přidaného vnitřního standardu (kalibrační radioaktivita v dpm),

V = objem použitých vzorků v ml,

F = obsah čistého alkoholu v gramech na mililitr dané koncentrace,

Z = účinnost odpovídající hodnotě ESCR,

1,918 = množství alkoholu v gramech na gram uhlíku.

## 10. SPOLEHLIVOST METODY

### 10.1 Opakovatelnost (r)

$$r = 0,632 \text{ cBq/gC}; S_{(t)} = \pm 0,223 \text{ cBq/gC}$$

## 10.2 Reprokovatelnost (R)

0,821 cBq/gC;  $S_{(R)} = \pm 0,290$  cBq/gC.“

---