

ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 625/2003**z dnia 2 kwietnia 2003 r.****zmieniające rozporządzenie (WE) nr 1623/2000 ustanawiające szczegółowe zasady wykonywania rozporządzenia Rady (WE) nr 1493/1999 w sprawie wspólnej organizacji rynku wina w odniesieniu do mechanizmów rynkowych**

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając rozporządzenie Rady (WE) nr 1493/1999 z dnia 17 maja 1999 r. w sprawie wspólnej organizacji rynku wina (¹), ostatnio zmienione rozporządzeniem (WE) nr 2585/2001 (²), w szczególności jego art. 26, 33 i 36,

a także mając na uwadze, co następuje:

- (1) Tytuł I rozdział I rozporządzenia Komisji (WE) nr 1623/2000 (³), ostatnio zmienionego rozporządzeniem (WE) nr 1795/2002 (⁴), ustanawia szczegółowe zasady stosowania systemu pomocy odnośnie do wykorzystania winogron, moszczu gronowego, zagęszczonego moszczu gronowego lub rektyfikowanego zagęszczonego moszczu gronowego. Doświadczenie wykazuje, że produkty spożywcze niekwalifikujące się do objęcia systemem powinny zostać określone bardziej szczegółowo, administracyjne obciążenia spoczywające na użytkownikach i przetwórcach soku powinny zostać zmniejszone oraz powinny zostać wprowadzone odpowiednie przepisy w celu monitorowania właściwego wykorzystywania soku. Udział procentowy ilości produktów spożywczych, które muszą być poddawane kontroli, powinien być wyższy niż dotyczący produktów kontrolowanych w ramach innych systemów, ponieważ często dany produkt jest zużywany w Państwie Członkowskim innym niż państwo, w którym wypłacana jest pomoc.
- (2) W ramach systemu pomocy w odniesieniu do moszczu używanego w celu podwyższenia zawartości alkoholu w produktach winiarskich odniesienie do metody określania zawartości alkoholu powinno zostać skorygowane. W celu ułatwienia pracy Państwom Członkowskim powinny one być odpowiedzialne za administrowanie wnioskami dotyczącymi przyznania pomocy. W celu umożliwienia przeprowadzania szczegółowych i skutecznych kontroli należy ustanowić przepisy dotyczące kontroli.
- (3) W celu zapewnienia jednakowego traktowania przypadków problematycznych należy dokonać harmonizacji przepisów odnoszących się do wypłaty pomocy przewidzianych na mocy różnych systemów pomocy objętych rozporządzeniem (WE) nr 1623/2000.
- (4) W celu umożliwienia przeprowadzania szczegółowych i skutecznych kontroli w przypadku pomocy w odniesieniu do prywatnego składowania wina należy ustanowić przepisy dotyczące kontroli oraz wyjaśnić marginesy tolerancji do celów sprawdzania zawartości alkoholu moszczu gronowego, zagęszczonego moszczu gronowego oraz rektyfikowanego zagęszczonego moszczu gronowego. W celu ułatwienia wypłaty zaliczek na podstawie niniejszego środka należy dokonać zmian odpowiedniej procedury administracyjnej.
- (5) W odniesieniu do uzgodnień dotyczących destylacji produktów ubocznych winiarstwa uzasadnione jest dostosowanie pomocy i cen odpowiednio do danego produktu ubocznego. Dlatego pomoc zryczałtowana oraz zryczałtowana cena powinny zostać zniesione. Ponadto, aby zareagować na zmiany strukturalne w sektorze, należy zezwolić zainteresowanym Państwom Członkowskim na rozszerzenie zwolnienia z obowiązku dostarczania produktów ubocznych przeznaczonych do destylacji w stosunku do niektórych kategorii producentów.
- (6) Jeżeli Państwo Członkowskie podejmie decyzję o różnicowaniu cen skupu wypłacanych producentom według wydajności na mocy przepisów dotyczących destylacji określonych w art. 28 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, należy umożliwić przedłużenie terminu, w którym pomoc jest wypłacana gorzelnikom.
- (7) W celu zapewnienia należytego przeprowadzenia transakcji finansowych w ramach destylacji w sytuacji kryzysowej, jak przewidziano w art. 30 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, należy potwierdzić, że zaliczka na cenę, która ma być zapłacona gorzelnikom przez agencję interwencyjną, jest traktowana tak samo jak pomoc przewidziana w przypadku pozostałej destylacji.
- (8) W odniesieniu do środków dotyczących destylacji należy uchylić przepis odnoszący się do używania części wina poddanego kontroli jako reprezentatywnej dla całości wina dostarczanego do celów destylacji. Ponadto zaliczki wypłacane w przypadku destylacji w sytuacji kryzysowej i uznawane za pomoc należy objąć systemem sankcji i te same przepisy należy wprowadzić w odniesieniu do różnych destylacji w celu zapewnienia, że producentom wypłaca się cenę minimalną za wyprodukowane przez nich wino, w przypadku gdy gorzelnik nie dopełni tego obowiązku.
- (9) Doświadczenie wykazało, że należy dostosować ustalenia dotyczące zbytu alkoholu otrzymanego w ramach różnych środków dotyczących destylacji i znajdującego się w posiadaniu agencji interwencyjnych. Dlatego w przypadku znacznych ilości alkoholu należy ustalać ostateczne terminy zbywania alkoholu z uwzględnieniem poszczególnych przypadków. W celu podniesienia możliwości zwiększenia obrotu należy znieść obecne ograniczenia geograficzne w sprzedaży alkoholu. Należy również określić warunki dotyczące kontroli miejsca przeznaczenia alkoholu wykorzystywanego w sektorze paliwowym.
- (10) Ze względu na wymogi zarządzania środkami interwencyjnymi wiążącymi się z koniecznością dostarczania Komisji przez Państwa Członkowskie wielu informacji należy ustanowić odpowiednie zasady dotyczące dostarczania tych informacji.
- (11) W związku z tym rozporządzenie (WE) nr 1623/2000 powinno zostać zmienione.

⁽¹⁾ Dz.U. L 179 z 14.7.1999, str. 1.⁽²⁾ Dz.U. L 345 z 29.12.2001, str. 10.⁽³⁾ Dz.U. L 194 z 31.7.2000, str. 45.⁽⁴⁾ Dz.U. L 272 z 10.10.2002, str. 15.

- (12) Celem wprowadzenia niektórych zmian jest wyjaśnienie obowiązujących przepisów lub dostarczenie dodatkowych informacji i zmiany te są korzystne dla podmiotów gospodarczych. Dlatego niektóre przepisy powinny być stosowane z mocą wsteczną.
- (13) Celem pozostałych zmian jest poprawa zasad regulujących pojedyncze środki dotyczące zbywania alkoholu. Dlatego przepisy te powinny być stosowane od dnia opublikowania niniejszego rozporządzenia.
- (14) Dotychczas większość przepisów zmieniających przewiduje techniczne zmiany dotyczące rynkowych środków zarządzania. W celu uniknięcia zakłóceń w bieżącym roku winiarskim przepisy zmieniające należy stosować od przyszłego roku winiarskiego.
- (15) Środki przewidziane w niniejszym rozporządzeniu są zgodne z opinią Komitetu Zarządzającego ds. Wina,

PRZYJMUJE NINIEJSZE ROZPORZĄDZENIE:

Artykuł 1

W rozporządzeniu (WE) nr 1623/2000 wprowadza się następujące zmiany:

- 1) Tytuł I rozdział I otrzymuje brzmienie:

„ROZDZIAŁ I

PRODUKCJA SOKU WINOGRONOWEGO

Artykuł 3

Cel pomocy

Pomoc na mocy art. 35 ust. 1 lit. a) rozporządzenia (WE) nr 1493/1999 jest przyznawana przetwórcom, którzy:

- a) sami są producentami lub grupami producentów i którzy przetwarzają lub przetworzyli we własnym imieniu na sok winogronowy winogrona z własnego zbioru oraz moszcz gronowy i zagęszczony moszcz gronowy otrzymane całkowicie z ich własnego zbioru winogron; lub
- b) nabywają bezpośrednio lub pośrednio od producentów lub grup producentów winogrona wyprodukowane we Wspólnocie oraz moszcz gronowy i zagęszczony moszcz gronowy w celu przetwarzania ich na sok winogronowy.

Użyty moszcz gronowy i zagęszczony moszcz gronowy muszą być otrzymywane z winogron wyprodukowanych we Wspólnocie.

Artykuł 4

Produkcja innych produktów spożywczych z soku winogronowego

Otrzymany sok winogronowy lub zagęszczony sok winogronowy mogą zostać przetworzone na jakikolwiek produkt spożywczy inny niż produkty winiarskie określone w załączniku I do rozporządzenia (WE) nr 1493/1999 lub produkty określone w art. 35 ust. 1 lit. b) i c) tego rozporządzenia.

Artykuł 5

Wymogi techniczne odnoszące się do produktów

1. Surowce do produkcji soku winogronowego określone w art. 3 powinny posiadać solidną właściwą jakość handlową i powinny nadawać się do przetwarzania na sok winogronowy.
2. Wykorzystywany moszcz gronowy i moszcz uzyskany z użytych winogron powinien mieć w temperaturze 20 °C gęstość 1,055–1,100 gramów na centymetr sześcienny.
3. W trakcie wykorzystywania do wytwarzania produktów spożywczych sok winogronowy powinien spełniać wymagania określone w dyrektywie Rady 2001/112/EWG (*).

Artykuł 6

Przepisy administracyjne stosowane do celów kontroli w stosunku do przetwórców

1. Przetwórcy, którzy podejmują czynności w celu produkcji soku winogronowego podczas bieżącego roku winiarskiego, przedkładają właściwemu organowi Państwa Członkowskiego, przed rozpoczęciem każdego roku winiarskiego, harmonogram przetwarzania soku winogronowego. Jeżeli przetwórca podejmuje czynności w celu produkcji soku winogronowego po raz pierwszy po rozpoczęciu roku winiarskiego, harmonogram należy sporządzić przed rozpoczęciem czynności.

Harmonogram zawiera następujące informacje:

- a) rodzaj surowców przeznaczonych do przetwarzania (winogrona, moszcz gronowy lub zagęszczony moszcz gronowy);
- b) miejsce składowania moszczu gronowego i zagęszczonego moszczu gronowego przeznaczonego do przetworzenia;
- c) miejsce, w którym ma się odbywać przetwarzanie.

2. Przetwórcy, którzy dokonują czynności w celach produkcji soku winogronowego wyłącznie w określonych terminach, przedstawiają właściwemu organowi Państwa Członkowskiego, co najmniej w terminie trzech dni roboczych przed rozpoczęciem czynności, deklarację przetwarzania.

Deklaracja przetwarzania zawiera następujące informacje:

- a) informacje wymagane na podstawie ust. 1 akapit drugi;
- b) ilość winogron, moszczu gronowego lub zagęszczonego moszczu gronowego przeznaczonego do przetwarzania;
- c) gęstość moszczu gronowego i zagęszczonego moszczu gronowego;
- d) termin rozpoczęcia i przewidywany czas trwania czynności przetwórczych.

Deklaracja obejmuje minimalne ilości:

- a) 1,3 tony winogron;
- b) 10 hektolitrowo moszczu gronowego;
- c) 3 hektolitry zagęszczonego moszczu gronowego.

3. Poza informacjami określonymi w ust. 1 i 2 Państwa Członkowskie mogą wymagać od przetwórców dostarczenia dodatkowych informacji.

4. Właściwy organ Państwa Członkowskiego stempluje harmonogramy i deklaracje przewidziane w ust. 1 i 2 i kopię zwraca przetwórcy.

5. W drodze wyjątku od ust. 1, 2 i 3 Państwa Członkowskie mogą wprowadzić procedury uproszczone w odniesieniu do przetwórców, którzy wykorzystują nie więcej niż 5 ton winogron lub 40 hl moszczu gronowego lub 12 hl zagęszczonego moszczu gronowego każdego roku winiarskiego.

6. Przetwórcy prowadzą rachunek zapasów wskazujący następujące informacje zaczerpnięte z dokumentów towarzyszących lub rejestrów określonych w art. 70 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999:

- ilość i gęstość surowców dostarczanych każdego dnia do ich obiektów oraz, gdzie stosowne, nazwę i adres sprzedawcy;
- ilość i gęstość surowców używanych każdego dnia;
- ilość soku winogronowego produkowanego każdego dnia;
- ilość soku winogronowego opuszczającego ich obiekt każdego dnia oraz nazwę i adres odbiorcy lub ilość soku winogronowego wykorzystywanego każdego dnia przez przetwórcę.

Dokumenty towarzyszące dotyczące rachunku zapasów udostępniane są przy każdej kontroli władzom przeprowadzającym inspekcje.

Artykuł 7

Przepisy administracyjne stosowane do celów kontroli w stosunku do użytkowników

1. Do celów niniejszego rozdziału »użytkownik« oznacza każdy podmiot dokonujący jednej z następujących czynności: butelkowania, pakowania lub prezentacji soku winogronowego lub zagęszczonego soku winogronowego, składowania z zamiarem sprzedaży jednemu lub większej liczbie przedsiębiorstw odpowiedzialnych za prowadzenie czynności opisanych powyżej lub poniżej lub wytwarzania z tego soku innych produktów spożywczych.

Takie czynności mogą również być wykonywane przez przetwórców, jak określono w art. 3.

2. Użytkownicy przedkładają właściwemu organowi miejsca rozładunku pisemne zobowiązanie do nieprzetwarzania soku winogronowego na produkty winiarskie określone w załączniku I to rozporządzenia (WE) nr 1493/1999 lub produkty określone w art. 35 ust. 1 lit. b) i c) tego rozporządzenia.

Państwa Członkowskie ustanawiają wymagania dotyczące przedkładania tych zobowiązań. Jednakże zobowiązanie musi zostać złożone przed użyciem soku winogronowego lub zagęszczonego soku winogronowego oraz nie później niż cztery miesiące od złożenia wniosku o przyznanie pomocy określonego w art. 8 niniejszego rozporządzenia.

Wywóz uznaje się za zgodny z takimi zobowiązaniami.

3. W przypadku gdy przetwórcy wysyłają sok winogronowy do użytkownika we Wspólnocie:

- przetwórcy wskazują w dokumencie towarzyszącym określonym w art. 70 ust. 1 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, czy produkcja soku winogronowego była lub czy zostanie objęta wnioskiem o przyznanie pomocy przez nich złożonym i faktyczną lub planowaną datę przedłożenia wniosku;
- użytkownicy wysyłają dokument towarzyszący właściwemu organowi miejsca rozładunku nie później niż w terminie 15 dni od dnia otrzymania danego produktu;
- w przypadku gdy użytkownicy wysyłają sok, który otrzymali, innemu podmiotowi we Wspólnocie, zapewniają, że podmiot ten złoży podpis na ich pisemnym zobowiązaniu i przedłoży zobowiązanie właściwemu organowi w terminie określonym w ust. 2 akapit drugi;
- właściwy organ po otrzymaniu pisemnego zobowiązania stempluje dokument towarzyszący i wysyła przetwórcy odpowiedniego soku winogronowego kopię ostemplowanego dokumentu towarzyszącego nie później niż w terminie 30 dni od dnia otrzymania zobowiązania.

4. Na mocy art. 2 rozporządzenia Komisji (WE) nr 2729/2000 (**) w trakcie roku winiarskiego właściwy organ przeprowadza kontrole w drodze pobierania próbek na podstawie analizy ryzyka, w celu zapewnienia, że zobowiązanie określone w ust. 2 niniejszego artykułu zostało wykonane. Kontrole odnoszą się do co najmniej 10 % ilości objętych wnioskiem o ostemplowanie dokumentów towarzyszących przewidziane w ust. 3 lit. d) niniejszego artykułu otrzymanych w trakcie poprzedniego roku winiarskiego.

Artykuł 8

Wnioski o przyznanie pomocy

1. Przetwórcy określani w art. 6 ust. 1 nie później niż w terminie sześciu miesięcy po zakończeniu roku winiarskiego przedstawiają właściwemu organowi Państwa Członkowskiego wnioski o przyznanie pomocy. Wnioskom towarzyszą następujące dokumenty:

- kopia harmonogramu przetwarzania, którego dotyczy;
- kopia rachunku zapasów określonego w art. 6 ust. 6 lub wyciąg; Państwa Członkowskie mogą żądać, aby takie kopie i wyciągi były poświadczone przez organ właściwy do przeprowadzania inspekcji.

Państwa Członkowskie mogą wymagać dodatkowej dokumentacji.

2. Przetwórcy określani w art. 6 ust. 2 nie później niż w terminie sześciu miesięcy po zakończeniu czynności przetwórczych przedstawiają właściwemu organowi Państwa Członkowskiego wnioski o przyznanie pomocy. Wnioskom towarzyszą następujące dokumenty:

- kopia deklaracji przetwarzania, której dotyczy;
- kopia rachunku zapasów określonego w art. 6 ust. 6 lub wyciąg; Państwa Członkowskie mogą żądać, aby takie kopie i wyciągi były poświadczone przez organ właściwy do przeprowadzania inspekcji.

Wnioski o przyznanie pomocy wskazują ilość surowców faktycznie poddanych przetworzeniu i datę zakończenia czynności przetwórczych.

3. Przetwórca nie później niż w terminie sześciu miesięcy od dnia złożenia wniosku o przyznanie pomocy przedkłada właściwemu organowi Państwa Członkowskiego:

- a) egzemplarz dokumentu towarzyszącego ostemplowanego przez właściwy organ zgodnie z art. 7 ust. 3 lit. d);
- b) egzemplarz dokumentu towarzyszącego ostemplowanego pieczęcią celną poświadczającą dokonanie wywozu.

4. W drodze wyjątku od ust. 1 i 2 Państwa Członkowskie mogą wprowadzić procedury uproszczone w stosunku do przetwórców, którzy wykorzystują nie więcej niż 5 ton winogron lub 40 hl moszczu gronowego, lub 12 hl zagęszczonego moszczu gronowego każdego roku winiarskiego. Procedury te muszą zostać zakończone w terminie nie późniejszym niż sześć miesięcy od zakończenia roku winiarskiego.

Artykuł 9

Kwoty pomocy i zasady

1. Pomoc na wykorzystanie winogron, moszczu gronowego i zagęszczonego moszczu gronowego ustala się na jednostkę ilości surowca faktycznie użytego w następujący sposób:

- a) dla winogron: 4,952 EUR na 100 kg;
- b) dla moszczu gronowego: 6,193 EUR na hl;
- c) dla zagęszczonego moszczu gronowego: 21,655 EUR na hl.

2. Z wyjątkiem przypadków siły wyższej nie wypłaca się pomocy w odniesieniu do ilości surowca przekraczających następujące współczynniki między surowcem a otrzymanym sokiem winogronowym:

- a) 1,3 dla winogron w 100 kg na hl;
- b) 1,05 dla moszczu w hl na hl;
- c) 0,30 dla zagęszczonego moszczu w hl na hl.

W przypadku gdy uzyskanym produktem jest zagęszczony sok winogronowy, powyższe współczynniki należy pomnożyć przez 5.

Artykuł 10

Wypłata pomocy

Właściwy organ wypłaca pomoc w terminie trzech miesięcy od dnia przedstawienia wymaganej dokumentacji określonej w art. 8.

Artykuł 11

Zaliczki

1. Przetwórcy mogą żądać wypłaty zaliczki w kwocie równej pomocy określonej w art. 9 obliczonej dla surowców, w stosunku do których mogą przedstawić dowód potwierdzający dostarczenie tych surowców do ich obiektów, pod warunkiem że złożyli na rzecz właściwego organu zabezpieczenie. Wysokość zabezpieczenia wynosi 120 % kwoty zaliczki.

2. Zaliczki wypłacane są przez właściwy organ w terminie trzech miesięcy od dnia przedstawienia dowodu, że zabezpieczenie zostało złożone. Jednakże nie wypłaca się zaliczek przed dniem 1 stycznia danego roku winiarskiego.

3. Po dokonaniu przez właściwy organ sprawdzenia wymaganej dokumentacji, określonej w art. 8, zabezpieczenie określone w ust. 1 niniejszego artykułu podlega zwrotowi w całości lub w części zgodnie z procedurą ustanowioną w art. 19 rozporządzenia (EWG) nr 2220/85.

Artykuł 11a

Kary i przypadki siły wyższej

1. Jeżeli przetwórca przedstawia wymaganą dokumentację określoną w art. 8 z opóźnieniem, lecz w terminie sześciu miesięcy od dnia wygaśnięcia terminu określonego w tym artykule, wysokość kwoty pomocy zmniejsza się o 30 %.

Jeżeli przetwórca przedstawi wymaganą dokumentację po upływie terminu sześciu miesięcy określonego powyżej, pomoc nie zostaje wypłacona.

2. Jeżeli w następstwie przeprowadzenia kontroli zostanie ujawnione, że użytkownik nie wykonał zobowiązania określonego w art. 7 ust. 2 i 3, przetwórca zobowiązany zostaje do zwrotu pomocy. Jeżeli użytkownik ma miejsce zamieszkania w Państwie Członkowskim innym niż Państwo Członkowskie, w którym znajduje się miejsce zamieszkania przetwórcy, zainteresowane Państwo Członkowskie bezzwłocznie powiadamia Państwo Członkowskie, w którym znajduje się miejsce zamieszkania przetwórcy, o niewykonaniu zobowiązania.

3. Z wyjątkiem przypadków siły wyższej, jeżeli zostanie ujawnione, że przetwórcy nie wykonali obowiązków, którym podlegają na mocy niniejszego rozdziału, innych niż zobowiązanie do przetworzenia na sok winogronowy surowców objętych wnioskiem o przyznanie pomocy, pomoc zostaje zmniejszona. Zainteresowane Państwo Członkowskie ustala stawkę obniżenia pomocy.

4. Jeżeli ilość faktycznie wykorzystanego surowca wynosi 95 % i 99,9 % ilości surowca, w odniesieniu do której wypłacono zaliczkę, zabezpieczenie określone w art. 11 ulega przypadkowi wyłącznie w odniesieniu do ilości nieprzetworzonej w ciągu roku winiarskiego.

Z wyjątkiem przypadków siły wyższej, jeżeli ilość surowca faktycznie wykorzystanego wynosi mniej niż 95 % ilości surowca, w odniesieniu do której wypłacono zaliczkę, zabezpieczenie ulega przypadkowi w całości.

5. W przypadkach siły wyższej właściwy organ Państwa Członkowskiego określa środki, które uzna za właściwe w świetle przedstawionych powodów, i powiadamia o tym Komisję.

(*) Dz.U. L 10 z 12.1.2002, str. 58.

(**) Dz.U. L 316 z 15.12.2000, str. 16."

2) W art. 13 ust. 2 otrzymuje brzmienie:

„2. Potencjalne stężenie alkoholu produktów wymienionych w ust. 1 określa się przez zastosowanie danych z tabeli korelacji, stanowiącej załącznik I do niniejszego rozporządzenia do odczytów refraktometru w temperaturze 20 °C użytego zgodnie z metodą określoną w Załączniku do rozporządzenia Komisji (WE) nr 558/9 (*).

Dopuszcza się tolerancję 0,2 w kontrolach przeprowadzanych przez właściwy organ.

(*) Dz.U. L 58 z 11.3.1993, str. 50."

3) W art. 14 dodaje się ust. 3 w brzmieniu:

„Jednakże Państwa Członkowskie mogą ustanowić przepisy zezwalające na przedkładanie kilku wniosków o przyznanie pomocy, obejmujących niektóre z czynności mających na celu zwiększenie zawartości alkoholu.”

4) Dodaje się art. 14a w brzmieniu:

„Artykuł 14a

Kontrole

1. Właściwe władze Państw Członkowskich podejmują wszelkie niezbędne środki w celu zapewnienia przeprowadzenia kontroli niezbędnych w celu sprawdzenia w szczególności tożsamości i objętości produktu użytego w celu zwiększenia zawartości alkoholu oraz w celu sprawdzenia zgodności z załącznikiem V, pkt C i D do rozporządzenia (WE) nr 1493/1999.

2. Producenci zobowiązani są do zezwolenia na przeprowadzenie kontroli określonych w ust. 1 w każdym momencie.”

5) Artykuł 16 otrzymuje brzmienie:

„Artykuł 16

Wyplata pomocy

Właściwy organ wypłaca pomoc nie później niż do dnia 31 sierpnia następującego po zakończeniu bieżącego roku winiarskiego.”

6) Artykuł 29 ust. 1 lit. c) otrzymuje brzmienie:

„c) odczyt uzyskany w temperaturze 20 °C przy pomocy refraktometru użytego zgodnie z metodą określoną w załączniku do rozporządzenia Komisji (EWG) nr 558/93. Dopuszcza się tolerancję 0,5 dla moszczu gronowego i 1 dla zagęszczonego moszczu gronowego oraz rektyfikowanego zagęszczonego moszczu gronowego.”

7) Artykuł 34 ust. 2 otrzymuje brzmienie:

„2. Bez uszczerbku dla przepisów art. 6 produkty objęte umową mogą być poddawane tylko takim zabiegom i procesom enologicznym, które są niezbędne do ich

konserwacji. Dopuszcza się zmianę ilości objętej umową, która nie może przekroczyć 2 % w odniesieniu do wina i 3 % w odniesieniu do moszczu gronowego, zagęszczonego moszczu gronowego i rektyfikowanego zagęszczonego moszczu gronowego. W przypadku gdy nastąpiła zmiana w wysokości podatku VAT, dopuszczalną zmianę ustanawia się odpowiednio na poziomie 3 %–4 %.”

8) Dodaje się art. 35a w brzmieniu:

„Artykuł 35a

Kontrole

1. Właściwe władze Państw Członkowskich podejmują wszelkie środki w celu zapewnienia przeprowadzenia kontroli niezbędnych do sprawdzenia tożsamości i objętości produktu objętego umową i w celu zgodności z art. 34.

2. Producenci zobowiązani są do zezwolenia na kontrole określone w ust. 1 w każdym momencie.”

9) Artykuł 37 otrzymuje brzmienie:

„Artykuł 37

Wyplata pomocy

1. Właściwy organ wypłaca pomoc nie później niż w terminie trzech miesięcy od wygaśnięcia umowy składu.

2. W przypadkach gdy umowa została rozwiązana zgodnie z art. 33 lub 35 niniejszego rozporządzenia, pomoc jest wypłacana proporcjonalnie do rzeczywistego okresu obowiązywania umowy. Właściwy organ wypłaca pomoc nie później niż w terminie trzech miesięcy od dnia rozwiązania umowy.”

10) Artykuł 38 otrzymuje brzmienie:

„Artykuł 38

Zaliczki

1. Producenci mogą żądać wypłaty zaliczki na ich rzecz, pod warunkiem że na rzecz agencji interwencyjnej wniesione zostało zabezpieczenie w wysokości 120 % zaliczki. Bez uszczerbku dla przepisów art. 32 kwotę zaliczki oblicza się na podstawie kwoty pomocy dla danego produktu, jak określono w art. 25.

2. Zaliczki wypłacane są przez agencję interwencyjną w terminie trzech miesięcy od przedstawienia dowodu potwierdzającego, że zabezpieczenie zostało złożone.

3. Z chwilą wypłaty pomocy przez właściwy organ zabezpieczenie określone w ust. 1 podlega zwrotowi.

W przypadku utraty prawa do pomocy zgodnie z art. 36 ust. 1 lit. a) niniejszego rozporządzenia zabezpieczenie podlega przepadkowi w całości.

Jeżeli stosowanie art. 36 ust. 1 lit. b) niniejszego rozporządzenia powoduje, że kwota pomocy jest niższa niż kwota już wypłacona, zabezpieczenie zmniejsza się o 120 % kwoty nadpłaty należnej pomocy. Zabezpieczenia obniżone w ten sposób zwracane są nie później niż w ciągu trzech miesięcy od dnia wygaśnięcia umowy.

W przypadku zastosowania klauzuli przewidzianej art. 29 ust. 5 i) Państwa Członkowskie dokonują niezbędnych zmian.”

11) Artykuł 43 akapit trzeci otrzymuje brzmienie:

„W celach przeprowadzenia czynności destylacji określonych w niniejszym tytule Państwa Członkowskie podejmują niezbędne kroki w celu zapewnienia zgodności z obowiązkiem ustanowionym w akapicie drugim.”

12) Artykuł 45 wprowadza się następujące zmiany:

a) W ust. 1 dodaje się następujący akapit drugi:

„Państwa Członkowskie mogą przewidzieć dostawę przed terminem wskazanym w akapicie pierwszym.”

b) Skreśla się ust. 2.

13) Artykuł 46 ust. 3 lit a) ii) otrzymuje brzmienie:

„ii) W strefie uprawy winorośli C: dwa litry czystego alkoholu o stężeniu rzeczywistym lub potencjalnym/100 kg, w przypadku gdy są one uzyskiwane z odmian wymienionych w klasyfikacji odmian winorośli dla danej jednostki administracyjnej jako odmiany inne niż odmiany winorośli właściwej; 2,8 litra czystego alkoholu o stężeniu rzeczywistym lub potencjalnym/100 kilogramów, w przypadku gdy są one uzyskiwane z odmian wymienionych w klasyfikacji odmian winorośli dla jednostki administracyjnej wyłącznie jako odmiany winorośli właściwej;”..

14) Artykuł 48 otrzymuje brzmienie:

„Artykuł 48

Pomoc wypłacana gorzelnikom

1. Pomoc, określoną w art. 27 ust. 11 lit. a) rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, ustala się na % objętość alkoholu i na hektolitr produktu otrzymanego w wyniku destylacji w sposób następujący:

a) dla alkoholu obojętnego:

— otrzymanego z wyłoków: 0,8453 EUR,

— otrzymanego z wina i osadów winiarskich: 0,4106 EUR;

b) dla wyrobów spirytusowych wydestylowanych z wyłoków i destylatów lub surowego alkoholu otrzymanego z wyłoków o stężeniu alkoholu wynoszącego co najmniej 52 % objętościowe: 0,3985 EUR;

c) dla winiarskich wyrobów spirytusowych i surowego alkoholu otrzymanego z wina i osadów winiarskich: 0,2777 EUR.

W przypadku gdy gorzelnik udowodni, że destylat lub surowy alkohol uzyskany w wyniku destylacji wyłoków został wykorzystany w inny sposób niż spirytusy destylowane z wyłoków, wypłaca się dodatkową kwotę 0,3139 EUR/% obj./hl.

2. Pomoc nie należy się w odniesieniu do ilości wina dostarczonego do destylacji, przekraczającej o więcej niż 2 % zobowiązanie producenta określone w art. 45 niniejszego rozporządzenia.”

15) W art. 49 wprowadza się następujące zmiany:

a) ust. 2 otrzymuje brzmienie:

„2. Producenci, którzy podczas danego roku winiarskiego nie wyprodukują sami we własnych obiektach więcej niż 25 hektolitrów wina lub moszczu gronowego zwolnieni są z obowiązku dostarczenia jakichkolwiek ilości.”

b) dodaje się ust. 4 w brzmieniu:

„4. Na mocy art. 27 ust. 8 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999 Państwa Członkowskie mogą postanowić, w stosunku do ich całego terytorium lub jego części, że producenci, którzy nie przekraczają ustalonego poziomu produkcji i prowadzą produkcję sami we własnych obiektach, mogą zwolnić się z obowiązku dostarczania produktów ubocznych, określonego w ust. 3 i 6 niniejszego artykułu, poprzez wycofanie tych produktów w ramach nadzoru. Jednakże wymieniony wyżej poziom produkcji nie może przekraczać poziomu 80 hl wina lub moszczu.”

16) Artykuł 58 ust. 1 otrzymuje brzmienie:

„Producenci podlegający jednemu z obowiązków określonych w art. 45 lub 54 niniejszego rozporządzenia, którzy dostarczyli co najmniej 90 % ilości produktu, który zobowiązali się dostarczyć do dnia 15 lipca bieżącego roku winiarskiego, mogą wykonać swoje zobowiązanie, dostarczając pozostałą ilość przed terminem ustalonym przez właściwy organ krajowy, który nie może przypadać później niż do dnia 31 lipca następnego roku winiarskiego.”

17) W art. 60 wprowadza się następujące zmiany:

a) w ust. 5 dodaje się następujący, drugi akapit:

„W przypadku destylacji określonej w art. 28 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999 oraz w przypadku gdy Państwo Członkowskie różnicuje cenę skupu według plonu z hektara, jak przewidziano w art. 55 ust. 2, okres wskazany w akapicie pierwszym wynosi siedem miesięcy.”

b) skreśla się ust. 6.

18) W art. 62 wprowadza się następujące zmiany:

a) ust. 2 otrzymuje brzmienie:

„2. Cena, która ma być zapłacona gorzelnikom przez właściwy organ za dostarczony produkt, ustalana jest w % obj./hl w następujący sposób:

a) destylacja na mocy art. 27 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999:

— surowy alkohol uzyskany z wyłoków: 1,872 EUR,

— surowy alkohol uzyskany z wina i osadów winiarskich: 1,437 EUR;

b) destylacja na mocy art. 28 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999:

— surowy alkohol uzyskany z wina: 1,799 EUR.

W przypadkach gdy alkohol składa się w pomieszczeniach, w których jest wytwarzany, powyższe ceny są pomniejszane o 0,5 % obj./hl alkoholu.”

b) skreśla się ust. 3.

19) W art. 67 ust. 1 dodaje się następujący trzeci akapit:

„Zaliczka na cenę płaconą gorzelnikom przez agencję interwencyjną, która może być określona na podstawie destylacji określonej w art. 30 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, jest taka sama jak wysokość pomocy określona w akapicie drugim.”

20) W art. 73 skreśla się ust. 2.

21) W art. 74 wprowadza się następujące zmiany:

a) ust. 4 otrzymuje brzmienie:

„4. Agencja interwencyjna odzyskuje od producenta kwotę równą całości lub części kwoty pomocy lub zaliczki wypłacanej gorzelnikowi, w przypadkach gdy producent nie spełnia wymagań ustanowionych regulami wspólnotowymi w odniesieniu do omawianych czynności destylacji, z powodu jednej z następujących przyczyn:

a) niedopełnienie obowiązku przedstawiania deklaracji dotyczącej zbiorów, produkcji lub zapasów w wymaganym terminie;

b) przedstawiona deklaracja dotycząca zbiorów, produkcji lub zapasów została uznana przez właściwy organ Państwa Członkowskiego za niekompletną lub niedokładną, w przypadku gdy brakujące lub niepoprawne dane mają istotne znaczenie dla stosowania danego środka;

c) niewykonanie obowiązków ustanowionych w art. 37 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, w przypadku gdy naruszenie zostało wykryte lub zgłoszone gorzelnikowi, po tym jak gorzelnik zapłacił minimalną cenę na podstawie wcześniejszych deklaracji.

W przypadku przewidzianym w akapicie pierwszym lit. a) kwota do zwrotu jest ustalona zgodnie z zasadami ustanowionymi w art. 12 rozporządzenia Komisji (WE) nr 1282/2001 (*).

W przypadku przewidzianym w akapicie pierwszym lit. b) kwota do zwrotu jest ustalona zgodnie z zasadami ustanowionymi w art. 13 rozporządzenia (WE) nr 1282/2001.

W przypadku przewidzianym w akapicie pierwszym lit. c) kwota do zwrotu jest równa całkowitej kwocie pomocy lub zaliczki wypłacanej na rzecz gorzelnika.

(* Dz.U. L 176 z 29.6.2001, str. 14.”

b) dodaje się ust. 5 w brzmieniu:

„5. W przypadku ustalenia, że gorzelnik nie zapłacił producentowi ceny nabycia w terminie ostatecznym ustanowionym w art. 65 ust. 7, agencja interwencyjna wypłaca producentowi przed dniem 1 czerwca następującego po danym roku winiarskim kwotę równą kwocie pomocy lub zaliczki, w odpowiednim przypadku, za pośrednictwem agencji interwencyjnej Państwa Członkowskiego producenta. W takim przypadku gorzelnikowi nie przysługuje pomoc ani zaliczka.”

22) Artykuł 86 otrzymuje brzmienie:

„Artykuł 86

Otwarcie procedur przetargowych

Komisja, stanowiąc zgodnie z procedurą przewidzianą w art. 75 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, może ogłosić jeden lub więcej przetargów na każdy kwartał na wywóz do niektórych państw trzecich ze szczególnym przeznaczeniem towaru wyłącznie dla sektora paliw silnikowych. Dany alkohol musi być przywieziony i poddany odwodnieniu w państwie trzecim w celu końcowego wykorzystania wyłącznie w sektorze paliw silnikowych w danym państwie trzecim.”

23) W art. 91 wprowadza się następujące zmiany:

a) ust. 7 akapit trzeci otrzymuje brzmienie:

„Polecenie wycofania określa termin, z którego upływem alkohol musi zostać usunięty z magazynu danej agencji interwencyjnej. Termin usunięcia nie może być dłuższy niż osiem dni od daty wydania polecenia wycofania. Jednakże w przypadku gdy polecenie wycofania obejmuje więcej niż 25 000 hl, termin może być dłuższy niż osiem dni, lecz nie dłuższy niż 15 dni.”

b) ust. 10 otrzymuje brzmienie:

„10. Alkohol musi zostać usunięty z magazynów każdej danej agencji interwencyjnej w terminie, który zostanie ustalony w chwili ogłoszenia przetargu, zgodnie z procedurą ustanowioną w art. 75 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999.”

24) Artykuł 93 ust. 6 otrzymuje brzmienie:

„6. Alkohol musi zostać usunięty z magazynów każdej danej agencji interwencyjnej w terminie, który zostanie ustalony w chwili otwarcia publicznej sprzedaży, zgodnie z procedurą ustanowioną w art. 75 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999.”

25) Skreśla się art. 95 ust. 3.

26) W art. 101 dodaje się ust. 4 w brzmieniu:

„4. Bez uszczerbku dla przepisów ust. 1, gdy alkohol podlega wywozowi do państw trzecich z końcowym przeznaczeniem wyłącznie do sektora paliw silnikowych, kontrole dotyczące rzeczywistego wykorzystania przeprowadza się do chwili, gdy alkohol ulega wymieszaniu z znacznikiem skażającym w kraju przeznaczenia.

W przypadku gdy alkohol jest zbywany do wykorzystania jako bioetanol we Wspólnocie, kontrole te przeprowadza się do momentu dostarczenia do przedsiębiorstwa paliwowego wykorzystującego bioetanol lub do zatwierdzonej firmy, wskazanej w art. 92, w przypadku gdy nadzór określony w ust. 3 zapewniany jest od chwili, gdy alkohol jest dostarczony do tej zatwierdzonej firmy.

W przypadkach przewidzianych w akapicie pierwszym i drugim dany alkohol musi pozostawać pod nadzorem organu urzędowego, który gwarantuje jego wykorzystanie w sektorze paliw silnikowych na podstawie specjalnych ustaleń podatkowych wymagających takiego szczególnego przeznaczenia towaru.”

27) W tytule IV dodaje się art. 102a w brzmieniu:

„Artykuł 102a

Odstępstwo od terminów płatności

W drodze wyjątku od przepisów regulujących nieprzekraczalne terminy płatności przewidziane dla właściwego organu Państwa Członkowskiego stosownie do niniejszego rozporządzenia, jeżeli organ ten uzasadnił wątpliwości co do kwalifikowania się beneficjenta do przyznania pomocy, przeprowadza on niezbędne kontrole i nie dokonuje wypłat do momentu potwierdzenia kwalifikowania się podmiotu do przyznania pomocy.”

28) Artykuł 103 otrzymuje brzmienie:

„Artykuł 103

Powiadamianie Komisji

1. W przypadku pomocy w odniesieniu do prywatnego składowania wina i moszczu na mocy tytułu III rozdział I rozporządzenia (WE) nr 1493/1999 Państwa Członkowskie powiadamiają:

- a) nie później niż do dnia 31 grudnia roku winiarskiego następującego po roku, w którym zawarto umowy, o ilościach moszczu gronowego przetworzonego na zagęszczony moszcz gronowy lub rektyfikowany zagęszczony moszcz gronowy w okresie obowiązywania umowy i o ilościach uzyskanych w taki sposób;
- b) najpóźniej do dnia 5 marca bieżącego roku winiarskiego o ilościach produktów objętych umową dnia 16 lutego.

2. W przypadku destylacji na podstawie art. 27, 28 i 30 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999 Państwa Członkowskie powiadamiają na koniec października, grudnia, lutego, kwietnia, czerwca i sierpnia o:

- a) ilości wina, osadu winiarskiego i wina wzmocnionego do celów destylacji, które zostały poddane destylacji w poprzednich dwóch miesiącach;
- b) ilościach alkoholu w podziale na pozycje: alkohol obojętny, alkohol surowy i wyroby spirytusowe wydestylowane z wina,
 - wytworzonych w trakcie poprzedniego okresu,
 - przejętych przez agencje interwencyjne w trakcie poprzedniego okresu,
 - zbytych przez agencje interwencyjne w trakcie poprzedniego okresu oraz wielkości procentowej ilości wywiezionych i ustalonych cenach sprzedaży,
 - znajdujących się w posiadaniu agencji interwencyjnych pod koniec poprzedniego okresu.

3. W zakresie dotyczącym zbytu alkoholu przejętego przez agencje interwencyjne, jak określono w art. 31 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, Państwa Członkowskie powiadamiają na koniec każdego miesiąca o:

- a) ilościach alkoholu usuniętego w trakcie poprzedniego miesiąca w ramach procedury przetargowej;
- b) ilościach alkoholu usuniętego w trakcie poprzedniego miesiąca w następstwie publicznej sprzedaży.

4. W przypadku destylacji na mocy art. 29 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, Państwa Członkowskie na koniec każdego miesiąca powiadamiają o:

- a) ilościach wina poddanego destylacji w trakcie poprzedniego miesiąca;

- b) ilościach alkoholu kwalifikującego się do pomocy dodatkowej w trakcie poprzedniego miesiąca.

5. W przypadku pomocy w odniesieniu do zagęszczonego oraz rektyfikowanego zagęszczonego moszczu gronowego użytego do celów wzbogacenia, jak przewidziano w art. 34 rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, Państwa Członkowskie, nie później niż do dnia 31 grudnia roku winiarskiego następującego po bieżącym roku winiarskim, powiadamiają o:

- a) liczbie producentów, którzy otrzymali pomoc;
- b) ilości wzbogaconego wina;
- c) ilościach zagęszczonego moszczu gronowego oraz rektyfikowanego zagęszczonego moszczu gronowego wykorzystanych do celów wzbogacania, wyrażonych w postaci potencjalnego stężenia alkoholu w % objętościowych na hektolitr i w podziale według stref uprawy winorośli pochodzenia.

6. W przypadku pomocy na produkcję soku winogronowego oraz innych produktów spożywczych uzyskiwanych z takiego soku winogronowego, jak przewidziano w art. 35 ust. 1 lit. a) rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, Państwa Członkowskie, nie później niż do dnia 30 kwietnia w odniesieniu do poprzedniego roku winiarskiego, powiadamiają o:

- a) ilościach surowców objętych wnioskami o przyznanie pomocy w podziale według rodzaju;
- b) ilościach surowców, na które została przyznana pomoc w podziale według rodzaju.

7. W przypadku pomocy produkcyjnej na niektóre produkty w Zjednoczonym Królestwie i w Irlandii, jak przewidziano w art. 35 ust. 1 lit. b) rozporządzenia (WE) nr 1493/1999, Państwa Członkowskie, nie później niż do dnia 30 kwietnia w odniesieniu do poprzedniego roku winiarskiego, powiadamiają o:

- a) ilościach moszczu gronowego i zagęszczonego moszczu gronowego objętych wnioskami o przyznanie pomocy w podziale na strefę uprawy winorośli, z której pochodzą surowce;
- b) ilościach moszczu gronowego i zagęszczonego moszczu gronowego, w stosunku do których została przyznana pomoc w podziale na strefę uprawy winorośli, z której pochodzą surowce;
- c) o cenach płaconych przez producentów i przedsiębiorców za moszcz gronowy i zagęszczony moszcz gronowy.

8. Państwa Członkowskie powiadamiają:

- a) nie później niż do dnia 30 kwietnia w odniesieniu do poprzedniego roku winiarskiego o przypadkach, w których gorzelnicy i producenci wzbogaconego wina do celów destylacji nie wykonali swoich obowiązków, i o podjętych w konsekwencji działaniach;
- b) 10 dni przed końcem każdego kwartału o działaniach podjętych w odpowiedzi na odwołania złożone w związku z przypadkami siły wyższej i o działaniach podjętych w tych sytuacjach przez właściwe władze w przypadkach objętych niniejszym rozporządzeniem.”

29) Tytuł załącznika I otrzymuje brzmienie:

„Tabela równoważności między potencjalnym stężeniem alkoholu a odczytami uzyskanymi w temperaturze 20 °C przy pomocy refraktometru użytego zgodnie z metodą ustanowioną w Załączniku do rozporządzenia (EWG) nr 558/93.”

30) Załącznik IV zastępuje się tekstem znajdującym się w Załączniku do niniejszego rozporządzenia.

Artykuł 2

Niniejsze rozporządzenie wchodzi w życie z dniem jego opublikowania w *Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej*.

Artykuł 1 ust. 7, 16, 19, 20, 21 i 29 stosuje się od dnia 1 sierpnia 2000 r.

Artykuł 1 ust. 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 17, 18, 27 i 28 stosuje się od dnia 1 sierpnia 2003 r.

Niniejsze rozporządzenie wiąże w całości i jest bezpośrednio stosowane we wszystkich Państwach Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 2 kwietnia 2003 r.

W imieniu Komisji

Franz FISCHLER

Członek Komisji

ZAŁĄCZNIK

„ZAŁĄCZNIK IV

WSPÓLNOTOWA METODA ANALIZY ALKOHOLU OBOJĘTNEGO

I. PRZEPISY OGÓLNE

Do celów niniejszego załącznika:

- a) granica powtarzalności jest to wartość, poniżej której bezwzględna różnica między dwoma pojedynczymi wynikami testu otrzymanymi w takich samych warunkach (ten sam pracownik, taki sam aparat, takie samo laboratorium i krótki odstęp czasu) leży w granicach o określonym prawdopodobieństwie;
- b) granica odtwarzalności jest to wartość, poniżej której bezwzględna różnica między dwoma pojedynczymi wynikami testu otrzymanymi w odmiennych warunkach (inny pracownik, inny aparat lub inne laboratoria lub inny czas) leży w granicach o określonym prawdopodobieństwie.

Termin „pojedynczy wynik testu” oznacza wartość otrzymaną podczas pełnego jednorazowego zastosowania standaryzowanej metody testowej do pojedynczej próbki. O ile nie ustalono inaczej, prawdopodobieństwo powinno wynosić 95 %.

II. METODY

Wstęp

1. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII DO ANALIZY

1.1. Przepisy ogólne

Objętość próbki laboratoryjnej przeznaczonej do analizy musi zwykle wynosić 1,5 l, o ile większa ilość nie jest wymagana do określonych celów.

1.2. Przygotowanie próbki

Przed przystąpieniem do wykonania analizy pobraną próbkę miesza się w celu jej ujednoczenia.

1.3. Przechowywanie

Pobrana próbka alkoholu jest przechowywana w hermetycznym pojemniku zabezpieczającym ją przed dostępem powietrza i wilgoci; w szczególności zamknięcia wykonane z korka, gumy i plastiku nie powinny mieć bezpośredniego kontaktu z alkoholem i wyraźnie zakazuje się stosowania zamknięć z wosku.

2. ODCZYNNIKI

2.1. Woda

2.1.1. Ilekroć jest mowa o wodzie do celu rozpuszczania, rozcieńczania lub płukania, używa się wody destylowanej lub wody zdemineralizowanej o równoważnym stopniu czystości.

2.1.2. Ilekroć jest mowa o „roztworze” „lub rozcieńczaniu”, bez dodatkowego wskazania odczynnika, oznacza to roztwór wodny.

2.2. Chemikalia

Wszystkie stosowane chemikalia powinny odpowiadać jakości analitycznej, chyba że postanowiono inaczej.

3. URZĄDZENIA

3.1. Wykaz urządzeń

Wykaz urządzeń obejmuje wyłącznie pozycje urządzeń o specjalistycznym zastosowaniu oraz pozycje urządzeń o konkretnej specyfikacji.

3.2. Waga analityczna

Waga analityczna oznacza wagę o czułości równej 0,1 mg lub wyższej.

4. OBLICZANIE WYNIKÓW

4.1. Wyniki

Wynik określony w sprawozdaniu analitycznym jest wartością średnią otrzymaną z co najmniej dwóch oznaczeń, których powtarzalność (r) jest zadowalająca.

4.2. Obliczanie wyników

O ile nie postanowiono inaczej, wyniki oblicza się w g/hl alkoholu etylowego 100 % obj.

4.3. Liczba cyfr znaczących

Wynik nie obejmuje więcej cyfr znaczących niż jest to uzasadnione dokładnością zastosowanej metody analizy.

Metoda 1: Oznaczanie zawartości alkoholu

Zawartość alkoholu w % objętościowych ustala się zgodnie z obowiązującymi przepisami krajowymi lub w przypadku sporu przy użyciu alkoholomierza lub densymetru, zgodnie z dyrektywą Rady 76/765/EWG z dnia 27 lipca 1976 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do alkoholomierzy i densymetrów do alkoholu ⁽¹⁾.

Zawartość alkoholu wyraża się w procentach na objętość, zgodnie z zaleceniami dyrektywy Rady 76/766/EWG z dnia 27 lipca 1976 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich dotyczących tablic alkoholometrycznych ⁽²⁾.

Metoda 2: Ocena barwy i/lub klarowności

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda umożliwia dokonanie oceny barwy i/lub klarowności alkoholu obojętnego.

2. DEFINICJA

Barwa i/lub klarowność: barwa i/lub klarowność zgodnie z oceną według określonej procedury.

3. ZASADA

Barwę i klarowność ocenia się wzrokowo poprzez porównanie próbki z wodą destylowaną na białym i czarnym tle.

4. APARATURA

Cylindry wykonane z bezbarwnego szkła o wysokości co najmniej 40 cm.

5. PROCEDURA

Dwa szklane cylindry (4) umieszcza się obok siebie na białym lub na czarnym tle. Następnie jeden cylinder napełnia się próbką do wysokości około 40 cm, a drugi wodą do tej samej wysokości.

Obserwować próbkę z góry, tj. poprzez długość cylindra i porównać ją z cylindrem porównawczym.

⁽¹⁾ Dz.U. L 262 z 27.9.1976, str. 143.

⁽²⁾ Dz.U. L 262 z 27.9.1976, str. 149.

6. INTERPRETACJA

Oceń barwę i/lub klarowność próbki podczas obserwacji określonej w 5.

Metoda 3: Pomiar czasu odbarwienia roztworu nadmanganianu potasu

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda pomiaru czasu oczyszczania nadmanganianem alkoholu obojętnego.

2. DEFINICJA

Czas odbarwienia roztworu nadmanganianu potasu, jak oznaczono określoną metodą, jest to czas liczony w minutach potrzebny do zrównania barwy próbki z barwą wzorca po dodaniu 1 ml roztworu nadmanganianu potasu 1 mmol/l do 10 ml próbki.

3. ZASADA

Czas, w którym barwa próbki po dodaniu nadmanganianu potasu, osiągnie barwę wzorcową oznacza się i definiuje jako czas odbarwienia roztworu nadmanganianu.

4. ODCZYNNIKI

4.1. Roztwór nadmanganian potasu o stężeniu 1 mmol/l. Przygotować bezpośrednio przed użyciem.

4.2. Roztwór barwny A (czerwony)

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

— - przygotować mieszaninę 25 ml kwasu chlorowodorowego ($P = 1,19 \text{ g/ml}$) i 975 ml wody,

— dodać chlorek kobaltu do części mieszaniny HCl/woda w 1000 ml kolbie pomiarowej i uzupełnić do oznaczenia pozostałością mieszaniny w temperaturze 20 °C.

4.3. Roztwór barwny B (żółty)

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

— przygotować mieszaninę 25 ml kwasu chlorowodorowego ($P^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) i 975 ml wody, a następnie postępować ze zważoną ilością chlorku żelazowego jak w przypadku roztworu barwnego A.

4.4. Wzorcowy roztwór barwny

Odmierzyć pipetą 13 ml roztworu barwnego A i 5,5 ml roztworu barwnego B do 100 ml kolby pomiarowej oraz uzupełnić do oznaczenia wodą o temperaturze 20 °C.

Uwaga:

Roztwory barwne A i B mogą być przechowywane w temperaturze 4 °C kilka miesięcy; natomiast wzorcowy roztwór barwny przygotowuje się bezpośrednio przed użyciem.

5. APARATURA

5.1. Probówki Nesslera o pojemności 100 ml wykonane z przezroczystego, bezbarwnego szkła z podziałką do 50 ml i z korkiem z matowego szkła lub probówki zwykłe, bezbarwne o średnicy około 20 mm.

5.2. Pipety o pojemności 1, 2, 5, 10 i 50 ml.

5.3. Termometr o zakresie pomiarowym do 50 °C z działką elementarną 0,1 °C lub 0,2 °C.

5.4. Waga analityczna.

5.5. Łaźnia wodna z możliwością utrzymania temperatury $20 \pm 0,5$ °C.

5.6. Kolby miarowe o pojemności 100 i 1000 ml z doszlifowanymi korkami.

6. PROCEDURA

- 6.1. — Do probówki Nesslera pipetą odmierzyć 50 ml z próbki lub do zwykłej probówki 10 ml,
- umieścić w łaźni wodnej o temperaturze 20 °C,
- dodać 1 ml lub 5 ml, w zależności od ilości użytej próbki, 1 mmol/l KMnO_4 , rozpuścić, wymieszać i pozostawić w łaźni wodnej w temperaturze 20 °C,
- oznaczyć czas,
- odmierzyć pipetą 10 ml wzorcowego roztworu barwnego do zwykłej probówki o takiej samej średnicy lub 50 ml wzorcowego roztworu barwnego do probówki Nesslera,
- obserwować zmianę barwy próbki i co jakiś czas porównywać z barwą wzorca na białym tle,
- odnotować czas, w którym próbka osiągnęła tę samą barwę co roztwór wzorcowy.

Uwaga:

Uważać, aby nie poddawać roztworu próbki bezpośredniemu wpływowi światła słonecznego podczas przeprowadzania badań.

7. OBLICZANIE WYNIKÓW

- 7.1. Interpretacja czasu odbarwienia jest to liczony w minutach czas zrównania barwy badanej próbki z barwą wzorca.

Dla alkoholu obojętnego czas ten wynosi co najmniej 18 minut przy temperaturze 20 °C.

7.2. Powtarzalność

Różnica między dwoma oznaczeniami przeprowadzonymi jednocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w takich samych warunkach nie przekracza dwóch minut.

8. UWAGI

- 8.1. Śladowe ilości ditlenku manganu powodują efekt katalizatora reakcji, dlatego należy upewnić się, że pipety oraz probówki są używane po dokładnym wymyciu oraz przeznaczone wyłącznie do określonego celu. Oczyszczyć je kwasem solnym i przepłukać dokładnie wodą, tak aby zabarwienie brązowe nie było widoczne na szkle aparatu.
- 8.2. Jakość wody przeznaczonej do przygotowania rozcieńczonego roztworu nadmanganianu (4.1) powinna być starannie monitorowana; nie może używać nadmanganianu. Jeżeli pożądana jakość nie może być otrzymana, wodę destylowaną należy doprowadzić do wrzenia oraz należy dodać niewielką ilość nadmanganianu w celu uzyskania lekko różowego zabarwienia. Całość należy następnie schłodzić i użyć do rozcieńczenia.
- 8.3. W odniesieniu do niektórych próbek może wystąpić odbarwienie bez przejścia przez dokładny odcień roztworu wzorcowego.
- 8.4. Badanie nadmanganianem może zostać zakłócone, gdy próbka alkoholu przeznaczona do analizy nie była przechowywana w dokładnie czystej szklanej kolbie, zamkniętej doszlifowanym korkiem przemytym alkoholem lub innym korkiem zawiniętym w folię cynową lub aluminiową.

Metoda 4: Oznaczanie zawartości aldehydów

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda oznaczania aldehydów wyrażonych jako aldehyd octowy w alkoholu obojętnym.

2. DEFINICJA

Zawartość aldehydu: zawartość aldehydów wyrażonych jako aldehyd octowy, jak oznaczono określoną metodą.

3. ZASADA

Barwę otrzymaną po przeprowadzeniu reakcji próbki z odczynnikiem Schiffa porównuje się z roztworem wzorcowym o znanej zawartości aldehydu octowego.

4. ODCZYNNIKI

chlorowodorek p-rosaniliny (fuksyna zasadowa)

siarczyn sodu lub bezwodny disiarczan (IV) sodu

kwas chlorowodorowy, gęstość $p^{20} = 1,19$ g/ml

sproszkowany aktywny węgiel

roztwór skrobi sporządzony z 1 g skrobi rozpuszczalnej i 5 mg HgI_2 (środek konserwujący), które tworzą zawiesinę w niewielkiej ilości zimnej wody, wymieszany z 500 ml wrzącej wody, poddany gotowaniu przez 5 minut i przefiltrowany po ostygnięciu.

roztwór jodu o stężeniu 0,05 mol/l

1-amino-etanol $CH_3CH(NH_2)OH$ (MW 61.08)

odczynnik Schiffa

- w kolbie miarowej o pojemności 2000 ml rozpuścić 5,0 g sproszkowanego chlorowodoru p-rosaniliny w około 1000 ml gorącej wody,
- w razie konieczności pozostawić w łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia,
- rozpuścić 30 g bezwodnego siarczynu sodu (lub równoważną ilość disiarczanu (IV) sodu) w około 200 ml wody i dodać do schłodzonego roztworu p-rosaniliny,
- pozostawić w celu stężenia na około 10 minut,
- dodać 60 ml kwasu chlorowodorowego ($p^{20} = 1,19$ g/ml),
- w przypadku gdy roztwór jest bezbarwny lub wykazuje lekkie brązowe zabarwienie, uzupełnić wodą do oznaczenia,
- w razie konieczności, w przypadku gdy roztwór nie jest bezbarwny, przefiltrować go z odrobiną aktywnego węgla na złożonym filtrze.

Uwagi:

- 1) Odczynnik Schiffa powinien być przygotowany co najmniej 14 dni przed użyciem.
- 2) Zawartość wolnego SO_2 w odczynniku powinna wynosić 2,8–6,0 mmol/100 ml, a pH odczynnika powinno wynosić 1.

Oznaczenie wolnego SO_2

- odmierzyć pipetą 10 ml odczynnika Schiffa do 250 ml kolby Erlenmeyera,
- dodać 200 ml wody,
- dodać 5 ml roztworu skrobi,
- miareczkować 0,05 mol/l roztworu jodu aż do punktu końcowego skrobi,

jeżeli zawartość wolnego SO_2 jest mniejsza lub większa od wskazanego zakresu, należy:

- podwyższyć ją przez dodanie obliczonej ilości disiarczanu (IV) sodu ($0,126$ g $Na_2SO_3/100$ ml odczynnika na każdy brakujący mmol SO_2), lub
- obniżyć poprzez przepuszczenie przez odczynnik powietrza.

Obliczenie wolnego SO_2 w odczynniku.

mmol wolnego $SO_2/100$ ml odczynnika:

$$= \frac{\text{zużyty ml roztworu jodu (0,05 mol/l)} \cdot 3,2 \cdot 100}{64 \cdot 10}$$

$$= \frac{\text{zużyty ml roztworu jodu (0,05 mol/l)}}{2}$$

Uwaga:

Jeżeli inne metody są stosowane w celu przygotowania odczynnika Schiffa, czułość odczynnika powinna być kontrolowana, tak aby podczas testu:

- nie pojawiło się żadne zabarwienie bezaldehydowym alkoholem wzorcowym,
- różowe zabarwienie powinno być widoczne od 0,1 g aldehydu octowego na hl alkoholu 100 % obj.

3) Oczyszczanie handlowego 1-amino-etanolu

- całkowicie rozpuścić 5 g 1-amino-etanolu w około 15 ml bezwodnego alkoholu etylowego,
- dodać około 50 ml suchego dietylu eteru (1-amino-etanol oczekuje),
- pozostawić na kilka godzin w lodówce,
- przefiltrować kryształy i płukać suchym dietylem eteru,
- suszyć od trzech do czterech godzin w esykatorze nad kwasem siarkowym w częściowej próżni.

Uwaga:

Oczyszczony 1-amino-etanol musi być biały; w przeciwnym wypadku należy powtórzyć proces rekrystalizacji.

5. APARATURA

- 5.1. Kolorymetryczne probówki o pojemności 20 ml zaopatrzone w korek z matowego szkła.
- 5.2. Pipety o pojemności 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml i 10 ml.
- 5.3. Łaźnia wodna z możliwością utrzymania temperatury $20 \pm 0,5$ °C.
- 5.4. Spektrofotometr z kuwetami o 50 mm długości drogi optycznej.

6. PROCEDURA

6.1. Uwagi wstępne

Stosując niniejszą metodę w celu oznaczenia zawartości aldehydu, należy zapewnić, aby zawartość alkoholu w próbce wynosiła co najmniej 90,0 % obj. W przeciwnym wypadku zawartość tę należy zwiększyć przez dodanie odpowiedniej ilości alkoholu etylowego bezaldehydowego.

6.2. Krzywa wzorcowa

- Zważyć na wadze analitycznej dokładnie 1,3860 g oczyszczonego i osuszonego 1-amino-etanolu.
- Umieścić w kolbie miarowej o pojemności 1000 ml i dodać bezaldehydowy wolny od etanolu alkohol etylowy, uzupełnić do oznaczenia w temperaturze 20 °C. Zawartość roztworu 1 g/l aldehydu octowego.
- Przygotować poprzez odpowiednie rozcieńczenie roztworu wzorcowego w dwóch seriach w celu otrzymania 10 roztworów wzorcowych zawierających 0,1–1,0 mg aldehydu octowego na 100 ml roztworu.
- Oznaczyć absorbancję dla tych roztworów wzorcowych zgodnie z 6.3 i sporządzić wykres.

6.3. Oznaczanie zawartości aldehydów

- Odmierzyć pipetą 5 ml z próbki do probówki kolorymetrycznej.
- Dodać 5 ml wody, wymieszać i trzymać w stałej temperaturze 20 °C.
- W tym samym czasie sporządzić próbę, używając 5 ml bezaldehydowego alkoholu etylowego 96 % obj, dodać 5 ml wody i trzymać w temperaturze 20 °C.
- Następnie dodać 5 ml odczynnika Schiffa do każdej probówki, zamknąć doszlifowanym korkiem oraz silnie potrząsnąć.
- Umieścić w łaźni wodnej na 20 minut w temperaturze 20 °C.
- Umieścić zawartości w kuwetach.
- Oznaczać wartość absorbancji przy długości fali 546 nm.

Uwagi:

- 1) W celu oznaczenia stężenia aldehydu konieczne jest sprawdzenie ważności krzywych wzorcowych poprzez porównanie z roztworem wzorcowym; w przeciwnym wypadku krzywa wzorcowa musi być przygotowana ponownie.
- 2) Zapewnić, żeby próba pozostawała zawsze bezbarwna.

7. OBLICZANIE WYNIKÓW

7.1. Wzór i metoda obliczenia

Sporządzić wykres gęstości optycznej w zależności od stężenia aldehydu octowego oraz oznaczyć stężenie w próbce poprzez odniesienie do tego wykresu.

Zawartość aldehydów, wyrażonych jako aldehyd octowy, w g/hl alkoholu etylowego 100 % obj. oblicza się według wzoru

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

gdzie:

A = zawartość w g na hl aldehydu octowego w próbce roztworu odczytaną z krzywej wzorcowej,

T = zawartość alkoholu w % objętościowych w próbce, jak oznaczono metodą 1.

7.2. Powtarzalność

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych jednocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w takich samych warunkach nie przekracza 0,1 g aldehydu na hl alkoholu etylowego 100 % obj.

Metoda 5: Oznaczenie zawartości alkoholi wyższych

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda oznaczenia wyższych alkoholi wyrażonych jako 2-propan metylu-1-ol, w alkoholu obojętnym.

2. DEFINICJA

Zawartość wyższego alkoholu: zawartość wyższych alkoholi wyrażonych jako 2-propan metylu-1-ol, jak oznaczono określoną metodą.

3. ZASADA

Absorbancję produktów barwnych wynikającą z reakcji wyższych alkoholi i aldehydu aromatycznego w gorącym rozcieńczonym kwasie siarkowym (reakcja Komarowskiego) oznacza się przy 560 nm, z korekcją na obecność aldehydu w próbce, a następnie porównuje z aldehydem wyprodukowanym przez 2-propan metylu-1-ol reagujący w tych samych warunkach.

4. ODCZYNNIKI

4.1. Roztwór aldehydu salicylowego, 1 % mas. Przygotować przez dodanie 1 g aldehydu salicylowego do 99 g alkoholu etylowego 96 % obj., (który jest wolny od fuźli).

4.2. Kwas siarkowy stężony, gęstość 1,84 g/cm³.

4.3. 2-fenoksypropan-1-ol

4.4. Wzorcowe roztwory 2-propanu metylu-1-ol

Rozcieńczyć 2-propan metylu-1-ol (4.3) w roztworze wodnym alkoholu etylowego 96 % obj. w celu otrzymania serii roztworów wzorcowych zawierających 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 i 1,0 g 2-propanu metylu-1-ol na hl roztworu.

4.5. Wzorcowe roztwory aldehydu octowego.

Sporządzić wzorcowe roztwory aldehydu octowego, jak określono w metodzie 4 ppkt 6.2.

4.6. Alkohol etylowy 96 % obj. wolny od wyższych alkoholi i aldehydów.

5. APARATURA

- 5.1. UV-VIS spektrofotometr umożliwiający oznaczanie absorbancji roztworów przy 560 nm.
- 5.2. Kuwety spektrofotometru o długości drogi optycznej 10, 20 i 50 mm.
- 5.3. Łaźnia wodna z możliwością utrzymania temperatury $20 \pm 0,5$ °C.
- 5.4. Kolorymetryczne próbki wykonane z grubego szkła Pyrex lub podobnego zaopatrzonego w korki z matowego szkła o pojemności około 50 ml.

6. PROCEDURA

6.1. Zawartość aldehydu

Oznaczyć zawartość aldehydu wyrażonego jako aldehyd octowy w próbce, używając metanolu 4.

6.2. Krzywa wzorcowa: 2-propan metylu-1-ol

Odmierzyć pipetą 10 ml każdego wzorcowego 2-propanu metylu-1-ol (4.4) do 50 ml szklanych cylindrów zamykanych korkiem z matowego szkła. Odmierzyć pipetą 1 ml roztworu aldehydu salicylowego (4.1) do cylindrów, a następnie 20 ml kwasu siarkowego (4.2). Dokładnie wymieszać zawartość poprzez ostrożne przechylanie cylindrów kilka razy ruchem do przodu i do tyłu (zwrócić uwagę na podnoszenie, co jakiś czas, korka). Pozostawić na 10 minut w temperaturze pokojowej, a następnie umieścić w łaźni wodnej (5.3) w temperaturze $20 \pm 0,5$ °C. Po 20 minutach włączyć zawartość do kilku kuwet spektrofotometru.

Dokładnie 30 minut później po dodaniu kwasu siarkowego oznaczyć absorbancję roztworów przy 560 nm, używając wody w kuwecie wzorcowej spektrofotometru.

Wykreślić krzywą wzorcową absorbancji w zależności od stężenia 2-propanu metylu-1-ol.

6.3. Krzywa wzorcowa – aldehydy

Powtórzyć 6.2, zastępując 10 ml każdego wzorcowego 2-propanu metylu-1-ol 10 ml każdego wzorcowego aldehydu octowego.

Wykreślić krzywą wzorcową absorbancji przy 560 nm w zależności od stężenia aldehydu octowego.

6.4. Oznaczenie próbki

Powtórzyć 6.2, zastępując 10 ml wzorcowego 2-propanu metylu-1-ol 10 ml próbki.

Oznaczyć absorbancję próbki.

7. OBLICZANIE WYNIKÓW

7.1. Wzór i metoda obliczania

- 7.1.1. Skorygować absorbancję próbki, odejmując absorbancję odpowiadającą stężeniu aldehydu w próbce (odczytaną z krzywej wzorcowej wykreślonej zgodnie z 6.3).
- 7.1.2. Oznaczyć stężenie wyższych alkoholi wyrażonych jako 2-propan metylu-1-ol, w próbce z krzywej wzorcowej wykreślonej zgodnie z 6.2, stosując właściwą absorbancję (7.1.1).
- 7.1.3. Stężenie wyższych alkoholi, wyrażonych jako 2-propan metylu-1-ol w g na hl alkoholu etylowego 100 % obj., oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

A = stężenie wyższych alkoholi w próbce jak obliczono w 7.1.2.

T = zawartość alkoholu w % objętościowych próbki jak oznaczono metodą 1.

7.2. Powtarzalność

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych jednocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach nie przekracza 0,2 g na hl alkoholu etylowego 100 % obj.

Metoda 6: Oznaczanie kwasowości całkowitej

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda oznaczania kwasowości ogólnej, wyrażonej jako kwas octowy, alkoholu obojętnego.

2. DEFINICJA

Łączne stężenie kwasu wyrażone jako kwas octowy: zawartość kwasowości całkowitej, wyrażonej jako kwas octowy, jak oznaczono określoną metodą.

3. ZASADA

Próbkę po odgazowaniu miareczkuje się mianowanym roztworem wodorotlenku sodu i kwasowość oblicza się jako kwas octowy.

4. ODCZYNNIKI

4.1. Roztwory wodorotlenku sodowego, 0,01 mol/l i 0,1 mol/l, przechowywane w sposób ograniczający do minimum kontakt z ditlenkiem węgla.

4.2. Roztwór indygokarminu (A)

- zważyć 0,2 g indygokarminu,
- rozpuścić w 40 ml wody i dopełnić alkoholem etylowym do 100 g.

Roztwór czerwieni fenolowej (B)

- zważyć 0,2 g czerwieni fenolowej,
- rozpuścić 6 ml wodorotlenku sodu 0,1 mol/l i dopełnić do oznaczenia wodą do 100 ml w kolbie miarowej.

5. APARATURA

- 5.1. Biureta lub automatyczne urządzenie do miareczkowania.
- 5.2. Pipeta o pojemności 100 ml.
- 5.3. Kolba kulista o pojemności 250 ml z doszlifowanym korkiem z matowego szkła.
- 5.4. Chłodnica zwrotna z doszlifowanym korkiem z matowego szkła.

6. PROCEDURA

- do kolby kulistej o pojemności 250 ml odmierzyć pipetą 100 ml z próbki,
- dodać kilka kawałków porcelany i niezwłocznie doprowadzić do wrzenia pod chłodnicą zwrotną,
- dodać jedną kroplę każdego z roztworów wskaźnikowych A i B do gorącego roztworu,
- następnie miareczkować wodorotlenkiem sodu 0,01 mol/l do momentu pojawienia się oznak zmiany barwy z zielonożółtej na fioletową.

7. OBLICZANIE WYNIKÓW

7.1. Wzór i metoda obliczania

Kwasowość ogólną wyrażoną w postaci kwasu octowego w g na hl alkoholu etylowego 100 % obj. oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

V = ilość ml 0,01 mol/l wodorotlenku sodowego wymaganego do neutralizacji.

T = zawartość alkoholu etylowego według % objętościowych w próbce, jak oznaczono metodą 1.

7.2. Powtarzalność

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych jednocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w takich samych warunkach nie przekracza 0,1 g na hl alkoholu etylowego 100 % obj.

Metoda 7: Oznaczanie zawartości estrów

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda oznaczania estrów, wyrażonych jako octan etylu, w alkoholu obojętnym.

2. DEFINICJA

Zawartość estru: zawartość estrów wyrażonych jako octan etylu, jak oznaczono określoną metodą.

3. ZASADA

Estry reagują ilościowo z chlorowodorkiem hydroksyloaminy w roztworze alkalicznym do utworzenia kwasów hydroksyloaminowych. Kwasy hydroksyloaminowych następnie tworzą barwne związki z jonami żelazowymi w roztworze kwaśnym. Optyczne gęstości tych związków mierzy się przy 525 nm.

4. ODCZYNNIKI

4.1. Kwas chlorowodorowy 4 mol/l.

4.2. Roztwór chlorku żelaza (III), 0,37 mol/l w kwasie chlorowodorowym 1 mol/l.

4.3. Chlorowodorek hydroksyloaminy 2 mol/l, przechowywany w lodówce.

4.4. Roztwór wodorotlenku sodu 3,5 mol/l.

4.5. Wzorcowe roztwory octanu etylu zawierające: 0,0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 i 1,0 g octanu etylu na hl wolnego od estrów alkoholu etylowego 96 % vol.

5. APARATURA

5.1. Spektrofotometr z kuwetami o długości drogi optycznej 50 mm.

6. PROCEDURA

6.1. Krzywa wzorcowa

- zważyć na wadze analitycznej dokładnie 1,0 g octanu etylu,
- dodać wolny od estru alkohol do kolby miarowej o pojemności 1000 ml i uzupełnić do oznaczenia w temperaturze 20 °C,
- przygotować serię rozcieńczenia w dwóch etapach w celu otrzymania 20 roztworów wzorcowych zawierających od 0,1 do 2,0 mg octanu etylu w 100 ml roztworu,
- oznaczyć absorbancję dla roztworu wzorcowego zgodnie z 6.2 i sporządzić wykres.

6.2. Oznaczanie zawartości estrów

- odmierzyć pipetą 10 ml próbki do probówek zamkniętych doszlifowanymi korkami,
- dodać 2 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy,
- w tym samym czasie przygotować próbę ślepą używając 10 ml wolnego od estrów alkoholu etylowego 96 % obj. i 2 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy,
- następnie dodać 2 ml wodorotlenku sodu do każdego roztworu, zamknąć probówki korkami z matowego szkła oraz dobrze potrząsnąć,
- umieścić w łaźni wodnej o temperaturze 20 °C na 15 minut,
- dodać 2 ml kwasu solnego do każdej probówki, potrząsnąć energicznie,
- dodać 2 ml roztworu chlorku żelazowego, dobrze wymieszać,
- przelać zawartości do kuwet,
- oznaczyć absorbancję przy 525 nm.

7. OBLICZANIE WYNIKÓW

7.1. Wzór i metoda obliczania

Sporządzić wykres optycznych gęstości wzorca w zależności od ich stężeń.

Zawartość estrów (wyrażonego w postaci octanu etylu = A) odpowiadającą wartości absorbancji odczytuje się z wykresu i oblicza według wzoru:

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

i otrzymuje w 9 na hl alkoholu etylowego 100 % obj.,

gdzie T = zawartość alkoholu w próbce w % obj., jak określono w metodzie 1.

7.2. Powtarzalność

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych jednocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w takich samych warunkach nie przekracza 0,1 g estrów, wyrażonej jako octan etylu, na hl alkoholu etylowego 100 % obj.

Metoda 8: Oznaczanie lotnych zasad azotowych

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda oznaczania lotnych zasad azotowych wyrażonych jako azot w alkoholu obojętnym.

2. DEFINICJA

Zawartość lotnych zasad azotowych: zawartość lotnych zasad azotowych, wyrażonych jako azot, jak oznaczono określoną metodą.

3. ZASADA

Próbkę odparowuje się do niewielkiej objętości w obecności kwasu siarkowego i zawartości amoniaku, następnie oznacza się z zastosowaniem techniki ciągłego mikrorozproszenia.

4. ODCZYNNIKI

4.1. Kwas siarkowy, 1 mol/l.

4.2. Roztwór wskaźnikowy kwasu bornego. Rozpuścić 10 g kwasu bornego, 8 mg zieleni bromokrezolowej i 4 mg czerwieni metylowej w 30 % obj. propan-2-olu oraz uzupełnić do 1 000 ml 30 % obj. propan-2-olem.

4.3. Roztwór wodorotlenku potasu, 500 g/l; wolny ditlenek węgla.

4.4. Kwas chlorowodorowy, 0,02 mol/l.

5. APARATURA

5.1. Parownica o wystarczającej objętości dla 50 ml próbki.

5.2. Łaźnia wodna.

5.3. Naczynie Conwaya ze ściśle dopasowaną pokrywą; opis i zalecane wymiary są przedstawione na schemacie 1.

5.4. Mikrobiureta o pojemności 2–5 ml, z podziałką co 0,01 ml.

6. PROCEDURA

6.1. Odmierzyć pipetą 50 ml próbki (z zawartości azotu ocenianej na mniejszą niż 0,2 g na hl próbki odmierza się 200 ml próbki) do szklanej parownicy, dodać 1 ml 1 mol/l kwasu siarkowego (4.1), umieścić parownicę (5.1) w łaźni wodnej (5.2) i odparować, aż pozostanie w przybliżeniu 1 ml.

- 6.2. Odmierzyć pipetą 1 ml roztworu wskaźnikowego kwasu bornego (4.2) do wewnętrznej komory naczynia Conwaya (5.3) i płukać cieczą pozostałościową z procesu odparowania (6.1) do zewnętrznej komory. Lekko przechylić kolbę i dodać około 1 ml roztworu wodorotlenku potasu (4.3) do zewnętrznej komory tak szybko, jak to możliwe, jednakże o ile to możliwe, najdalej od większości płynu w zewnętrznej komorze. Niezwłocznie zamknąć naczynie, przykrywając je szczelną pokrywą posmarowaną smarem.
- 6.3. Wymieszać oba roztwory w zewnętrznej komorze, uważając, aby nie doszło do przelania płynów z jednej komory do drugiej. Pozostawić na dwie godziny.
- 6.4. Miareczkować amoniak w wewnętrznej komorze przy pomocy 0,02 mol/l kwasu chlorowodorowego (4.4) z zastosowaniem mikrobiurety (5.4) do celów zobojętnienia. Ilość użytego kwasu powinna wynosić 0,2–0,9 ml; dopuszcza się ilość kwasu używanego przez V1 ml.
- 6.5. Przeprowadzić ślepą próbę miareczkowania, powtarzając ppkt 6.1–6.4, lecz zastępując 50 ml próbki w ppkt 6.1 taką samą ilością wody. Dopuszcza się ilość kwasu chlorowodorowego używanego przez V2 ml.

7. OBLICZANIE WYNIKÓW

7.1. Wzór i metoda obliczania.

Zawartość lotnych zasad azotowych, w g na hl alkoholu etylowego 100 % obj., wyrażoną w postaci azotu, oblicza się według wzoru:

$$\frac{(V_1 - V_0) \cdot 2800}{E \cdot T}$$

gdzie:

V1 = ilość ml kwasu chlorowodorowego użytego do zobojętnienia próbki.

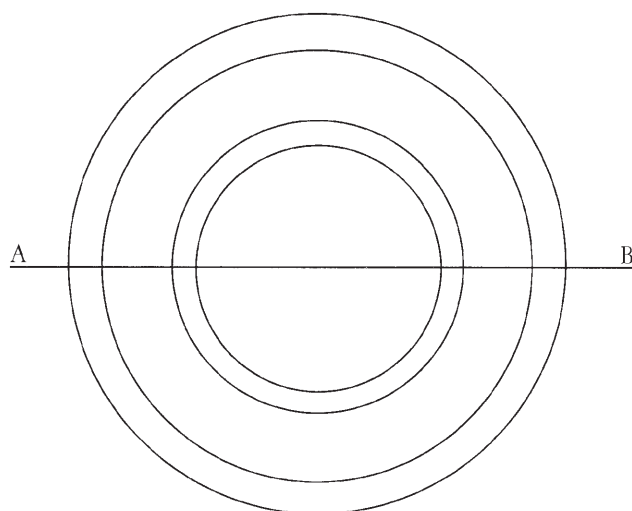
V2 = ilość ml kwasu chlorowodorowego użytego w ślepej próbie.

T = zawartość alkoholu w próbce w % objętościowych, jak oznaczono metodą 1.

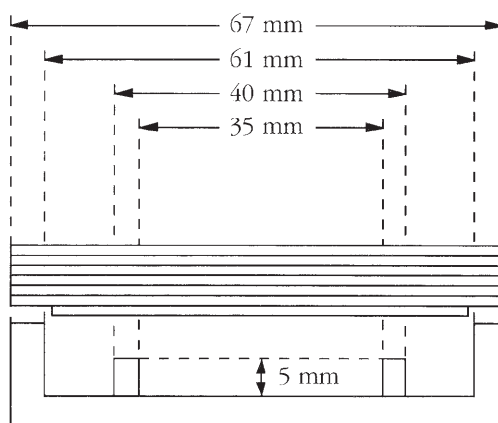
E = ilość użytej próbki w ml.

7.2. Powtarzalność

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych jednocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analytyka i w takich samych warunkach nie przekracza 0,05 g na hl alkoholu etylowego 100 % obj.



Widok naczynia z góry



Przekrój pionowy wzdłuż linii A – B

Typowy wymiar

Rysunek 1: Naczynie Conwaya

Metoda 9: Oznaczenie zawartości metanolu**1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA**

Metoda oznaczenia zawartości metanolu w alkoholu obojętnym.

2. DEFINICJA

Zawartość metanolu: zawartość metanolu jak oznaczono określoną metodą.

3. ZASADA

Stężenie metanolu oznacza się w drodze bezpośredniego wstrzyknięcia próbki do aparatu do chromatografii gazowo-cieczowej.

4. PROCEDURA

Każda metoda GLC jest odpowiednia, pod warunkiem że gazowa kolumna chromatograficzna oraz zastosowane warunki pozwalają na osiągnięcie czystej separacji między metanolem, aldehydem octowym, alkoholem etylowym a octanem etylu. Granica wykrywalności metanolu w alkoholu etylowym wynosi mniej niż 2 g/hl.

5. POWTARZALNOŚĆ

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych jednocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w takich samych warunkach nie przekracza 2 g metanolu na hl alkoholu etylowego 100 % obj.

Metoda 10: Oznaczenie zawartości suchej pozostałości po odparowaniu

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA

Metoda oznaczania zawartości pozostałości suchej alkoholu obojętnego.

2. DEFINICJA

Zawartość pozostałości suchej: zawartość suchej masy jak oznaczono określoną metodą.

3. ZASADA

Podwielokrotność próbki osusza się w temperaturze 103 °C i pozostałość oznacza się grawimetrycznie.

4. APARATURA

4.1. Łażnia wodna, wrząca.

4.2. Parownica o odpowiedniej pojemności.

4.3. Eksykator zawierający świeżo aktywowany żel krzemionkowy ze wskaźnikiem wilgotności lub równorzędnym środkiem suszącym.

4.4. Waga analityczna.

4.5. Suszarka laboratoryjna o regulowanej temperaturze 103 ± 2 °C.

5. PROCEDURA

Dokładnie zważyć z dokładnością do 0,1 mg czystą, suchą parownicę (4.2) (M_0). Odmierzyć pipetą, w razie konieczności w kilku czynnościach, odpowiednią objętość próbki do naczynia (100–250 ml) (V_0 , ml). Umieścić naczynie z próbką we wrzącej łaźni wodnej (4.1) i doprowadzić do osuszenia. Umieścić w piecu w temperaturze (4.5) 103 ± 2 °C na 30 minut i następnie przenieść naczynie z pozostałością do eksykatora (4.3). Doprowadzić naczynie do ochłodzenia przez 30 minut, a następnie zważyć z dokładnością do 0,1 mg naczynie z pozostałością (M_1).

6. OBLICZANIE WYNIKÓW

6.1. Wzór i metoda obliczenia

Zawartość suchej pozostałości w g na hl alkoholu etylowego 100 % obj., oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

M_0 = masa w g suchej czystej parownicy,

M_1 = masa w g naczynia z pozostałością po suszeniu,

V_0 = objętość próbki użytej do suszenia, oraz

T = zawartość alkoholu w % objętościowych próbki, jak oznaczono metodą 1.

6.2. Powtarzalność

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych jednocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w takich samych warunkach nie przekracza 0,5 g na hl alkoholu etylowego 100 % obj.

Metoda 11: Test graniczny na obecność furfuralu

1. PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA
Metoda oznaczenia furfuralu w alkoholu obojętnym.
2. DEFINICJA
Wykrywalność testu granicznego stężenia furfuralu: wynik testu granicznego, jak oznaczono określoną metodą.
3. ZASADA
Próbkę alkoholu miesza się z aniliną i lodowatym kwasem octowym. Obecność furfuralu wskazuje barwa łososioworóżową pojawiająca się w roztworze po 20 minutach mieszania.
4. ODCZYNNIKI
 - 4.1. Anilina świeżo destylowana.
 - 4.2. Kwas octowy lodowaty.
5. APARATURA
Probówki z doszlifowanymi szklanymi korkami.
6. PROCEDURA
Odmierzyć pipetą 10 ml próbki do probówki (5); dodać 0,5 ml aniliny i 2 ml lodowatego kwasu octowego. Probówkę wstrząsa się w celu wymieszania jej zawartości.
7. OBLICZANIE WYNIKÓW
 - 7.1. Interpretacja testu granicznego
Jeżeli czas, w którym otrzymuje się barwę łososioworóżową w próbówce jest krótszy niż 20 minut wynik testu jest pozytywny i próbka zawiera furfural.
 - 7.2. Uwagi
Wyniki dwóch testów granicznych przeprowadzonych jednocześnie lub w krótkim odstępie czasu przez tego samego analityka, na tej samej próbce i w takich samych warunkach są identyczne.

Metoda 12: Test UV

1. ZAKRES
Metoda oznaczenia czystości optycznej alkoholu obojętnego.
2. ZASADA
Optyczną czystość próbki w zakresie długości fali 220–270 nm mierzy się w stosunku do określonej substancji odniesienia o wysokiej czystości optycznej.
3. APARATURA
 - 3.1. Spektrofotometr UV-VIS
 - 3.2. Kuwety kwarcowe o długości drogi optycznej 10 mm i tej samej transmisji widma.
4. ODCZYNNIKI
Spektralnie czysty n-heksan.
5. PROCEDURA
 - przepłukać czyste kuwety próbką roztworu, a następnie wlać próbkę; osuszyć powierzchnie zewnętrzne kuwet,
 - postępować z kuwetą porównawczą w taki sam sposób, używając n-heksanu i nappełnić,
 - oznaczyć absorbancję i sporządzić wykres.

6. OBLICZANIE WYNIKÓW

Wielkości absorpcji otrzymane dla 270, 240, 230 i 220 nm nie mogą przekroczyć następujących wartości:

Krzywa absorpcji powinna mieć przebieg płaski i regularny.

Metoda 13: Oznaczanie zawartości izotopu węgla ^{14}C w alkoholu etylowym

1. METODA OZNACZANIA RODZAJU ALKOHOLU

Oznaczanie zawartości izotopu węgla ^{14}C w alkoholu etylowym pozwala na odróżnienie alkoholu pochodzącego z paliw kopalnych (alkohol syntetyczny) od alkoholu uzyskanego z surowców pochodzących z ostatniego sezonu wegetacyjnego (alkohol fermentacyjny).

2. DEFINICJA

Zawartość ^{14}C alkoholu etylowego rozumie się jako zawartość ^{14}C oznaczoną z zastosowaniem metody określonej poniżej.

Naturalna zawartość izotopu węgla ^{14}C w atmosferze (wartość odniesienia), która jest absorbowana przez roślinność żywą w drodze asymilacji, jest wartością zmienną. Dlatego wartość odniesienia oznacza się w stosunku do alkoholu etylowego otrzymanego z surowców pochodzących z ostatniego sezonu wegetacyjnego. Taką roczną wartość odniesienia ustala się każdego roku w drodze analizy w ramach współpracy między Biurem Referencji Wspólnoty oraz Wspólnym Centrum Badawczym, Ispra.

3. ZASADA

Zawartość izotopu węgla ^{14}C próbek alkoholowych zawierających co najmniej 85 % masy alkoholu etylowego oznacza się bezpośrednio za pomocą cieczowego licznika scyntylicyjnego.

4. ODCZYNNIKI

4.1. Toluen scyntylicyjny

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

0,5 g p-bis-[4-metylo-5-fenylaksozoliol(2)]-benzen (dimetylo-POPOP) w 1 litrze toluenu o czystości analitycznej (Cz.DA).

Doпуска się użycie gotowego do użycia, handlowego toluenu scyntylicyjnego o tym samym składzie.

4.2. Wzorzec izotopu węgla ^{14}C

^{14}C n-heksadekan o aktywności około 1×10^6 dpm/g (około $1,67 \times 10^6$ cBq/g) przy gwarantowanej dokładności oznaczenia tej aktywności wynoszącej ± 2 % rel.

4.3. Alkohol etylowy bez izotopu węgla ^{14}C

Alkohol syntetyczny z surowców kopalnych zawierający co najmniej 85 % masy alkoholu etylowego, do oznaczenia tła.

4.4. Alkohol z surowców z ostatniego sezonu wegetacyjnego zawierający co najmniej 85 % masy alkoholu etylowego stanowiący materiał odniesienia.

5. APARATURA

5.1. Wielokanałowy cieczowy scyntylicyjny spektrometr z procesorem i automatycznym wzorcowaniem zewnętrznym i odczytem zewnętrznego wskaźnika wzorzec/kanał (standardowa konstrukcja: trzy kanały metrowe i dwa wzorcowe kanały zewnętrzne).

5.2. Niskopotasowe kuwety odpowiednie do spektrofotometru, z ciemnymi nakrętkami śrubowymi zawierającymi wkładki polietylenowe.

5.3. Pomiarowe pipety o pojemności 10 ml.

5.4. Automatyczny dozownik o pojemności 10 ml.

5.5. 250 ml kolba kulista z korkiem z matowego szkła.

- 5.6. Aparat do destylacji alkoholowej z płaszczem grzejącym, np. typu Micko.
- 5.7. Strzykawka mikrolitrowa o pojemności 50 μ l.
- 5.8. Lejek do piknometrów, piknometry o pojemności 25 ml i 50 ml.
- 5.9. Termostat ze stabilizacją temperatury $\pm 0,01$ °C.
- 5.10. Urzędowe tablice alkoholometryczne zgodnie z dyrektywą Rady z dnia 27 lipca 1976 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do tablic alkoholometrycznych, opublikowane przez Komisję Wspólnot Europejskich (ISBN 92-825-0146-9).

6. PROCEDURA

6.1. Uruchomienie sprzętu

Sprzęt ustawia się zgodnie z instrukcją producenta. Optymalne warunki pomiaru uzyskuje się wtedy, gdy wartość E2/B, wskaźnik jakości, ma wartość maksymalną.

E = skuteczność

B = tło

Optymalizowane są jedynie dwa kanały. Trzeci kanał pozostawia się całkowicie otwarty do celów kontrolnych.

6.2. Wybór kuwet

Większą liczbę kuwet, niż to będzie później potrzebne, wypełnia się 10 ml wolnego od ^{14}C syntezowego alkoholu etylowego i 10 ml toluenu scyntylacyjnego. Pomiaru dla każdej z kuwet dokonuje się przez co najmniej 2×100 minut. Odrzuca się kuwety, których tła różnią się od średniej o więcej niż ± 1 %. Używa się wyłącznie kuwet nowych, pochodzących z tej samej partii towaru.

6.3. Oznaczenie zewnętrznego stosunku wzorzec/kanał (ESCR)

Podczas procesu ustawiania kanałów (6.1) ESCR po oznaczeniu skuteczności oznacza się ESCR za pomocą odpowiedniego programu komputerowego. Używany wzorzec zewnętrzny tocecz, który jest fabrycznie wbudowany przez producenta.

6.4. Przygotowanie próbki

Dopuszcza się wykonanie pomiaru próbek o zawartości alkoholu etylowego co najmniej 85 % masy, wolnych od zanieczyszczeń, które absorbują przy długościach fal mniejszych niż 450 nm. Niska pozostałość estrów i aldehydów nie stanowi problemu. Po odrzuceniu pierwszych kilku ml próbka jest destylowana bezpośrednio do piknometru, po czym metodą piknometryczną oznacza się zawartość alkoholu w próbce. Zawartości alkoholu odczytuje się z Urzędowych Tablic Alkoholometrycznych.

7. Wykonanie pomiaru próbek za pomocą wzorca zewnętrznego

7.1. Lekko wygaszone próbki, takie jak próbki opisane w 6.4 z ESCR w przybliżeniu 1,8, mogą być poddane pomiarowi z zastosowaniem ESCR, co stanowi środek skuteczności.

7.2. Pomiar

10 ml z każdej próbki przygotowanej zgodnie z 6.4 odmierza się pipetą do wybranej kuwety o sprawdzonym tle, po czym za pomocą automatycznego dozownika dodaje się 10 ml toluenu scyntylacyjnego. Próbki w kuwetach są mieszane ruchami obrotowymi w taki sposób, by nie dopuścić do nawilżenia przez ciecz wkładki polietylenowej zamknięcia gwintowanego. Kuwetę zawierającą wolny od ^{14}C kopalny alkohol etylowy przygotowuje się w ten sam sposób w celu pomiaru tła. W celu sprawdzenia odpowiedniej rocznej wartości izotopu węgla C przygotowuje się duplikat alkoholu etylowego otrzymanego z surowców pochodzących z ostatniego sezonu wegetacyjnego, następnie zawartość kuwety miesza się z wewnętrznym wzorcem, patrz 8.

Próbki kontrolne i próbki tła umieszcza się na początku szeregu pomiarowego, który powinien zawierać nie więcej niż 10 próbek do analizy. Całkowity czas pomiaru jednej próbki wynosi co najmniej 2×100 minut, przy czym poszczególne próbki mierzy się etapami po 100 minut w celu wyeliminowania błędu (jeden cykl odpowiada przedziałowi czasu 100 minut na próbkę).

Próbki tła i próbki kontrolne powinny być przygotowywane co cztery tygodnie.

Ta metoda nie wymaga wiele czasu i materiału i jest w szczególności odpowiednia w przypadku niespecjalistycznych laboratoriów przetwarzających znaczne ilości próbek.

W przypadku próbek o słabej absorpcji (ESCR około 1,8) wartość ta ma jedynie nieznaczny wpływ na skuteczność analizy. Jeżeli zmiana mieści się w granicach $\pm 5\%$, można spodziewać się podobnej skuteczności. W przypadku próbek o silniejszej absorpcji, takich jak alkohole denaturowane, skuteczność można ustalić za pomocą korekcyjnego wykresu wygaszania. W przypadku braku odpowiedniego programu komputerowego używa się wzorca wewnętrznego w celu uzyskania wyników.

8. POMIAR PRÓBEK PRZY POMOCY WEWNĘTRZNEGO WZORCA HEKSADEKANU ^{14}C

8.1. Procedura

Próbki kontrolne i próbki tła (ostatni i kopalny alkohol etylowy) oraz materiał nieznan są poddawane pomiarom jako duplikaty. Jedna próbka duplikatu przygotowana jest w nieselektywnej kuwecie, a jako wzorzec wewnętrzny dodaje się dokładnie odmierzoną ilość (30 μl) heksadekanu ^{14}C (aktywność dodatkowa około 26 269 dpm/gC w przybliżeniu 43 782 cBq/gC). Do celów przygotowania próbki i czasu pomiaru innych próbek patrz 7.2, jednakże czas pomiaru próbek ze wzorcem wewnętrznym można ograniczyć do około pięciu minut poprzez wstępne ustawianie na 10^6 impulsów. Do serii pomiarowej używa się jednego duplikatu z każdej próbki kontrolnej i próbki tła; są one umieszczane na początku szeregu pomiarowego.

8.2. Postępowanie z wzorcem wewnętrznym i kuwetami

Aby zapobiec zanieczyszczeniom podczas pomiaru z wzorcem wewnętrznym próbki należy przetrzymać z dala od miejsca przygotowywania i pomiaru próbek. Po dokonaniu pomiaru kuwety sprawdzone pod względem tła mogą być użyte ponownie. Wyrzuca się nakrętki i kuwety zawierające wzorzec wewnętrzny.

9. OBLICZANIE WYNIKÓW

9.1. Jednostką aktywności substancji radioaktywnej jest bekerel; 1 Bq = 1 rozpad/sek.

Wskaźnik radioaktywności właściwej wyrażony w bekerelach w stosunku do jednego grama węgla = Bq/gC.

W celu otrzymania wyników praktycznych najlepiej wyrażać wyniki w centybekerelach = cBq/gC.

Opisy i receptura stosowana w literaturze, oparta na dpm, może tymczasowo zostać zachowana. W celu otrzymania odpowiednich cyfr w cBq zaledwie mnoży się cyfrę dpm przez 100/60.

9.2. Wyrażenie wyników z wzorcem zewnętrznym

$$\text{cBq/gC} = \frac{(\text{cmp}_{\text{pr}} - \text{cmp}_{\text{NE}}) 1,1918 \cdot 100}{V \cdot F \cdot Z \cdot 60}$$

9.3. cBq/gC =

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

Wyrażenie wyników z wzorcem wewnętrznym

9.4. Skróty

cpm_{pr} = średni wskaźnik licznika podczas całego czasu pomiaru próbki.

cpm_{NE} = średni wskaźnik impulsów tła obliczony w ten sam sposób.

cpm_{IS} = ilość dodanego wzorca wewnętrznego (radioaktywność wzorcowania dpm).

dpm_{IS} = ilość wewnętrznego wzorca dodana (kalibracja radioaktywności dpm).

V = objętość użytych próbek w ml.

F = zawartość w gramach czystego alkoholu na ml odpowiadająca jego stężeniu.

Z = skuteczność odpowiadającą wartości ESCR.

1,918 = liczba gramów alkoholu na gram węgla.

10. WYBÓR METODY

10.1. Powtarzalność (r):

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

10.2. Porównywalność (R)

$$R = 0,821 \text{ cBq/g C}; S_{(R)} = \pm 0,290 \text{ cBq/g C.}''$$
