

ROZPORZĄDZENIE
MINISTRA ROLNICTWA I ROZWOJU WSI¹⁾

z dnia 2006 r.

**w sprawie metod analiz alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego oraz
metody pobierania próbek do celów urzędowej kontroli pod względem jakości
handlowej²⁾**

Na podstawie art. 12 ust. 2 ustawy z dnia 18 października 2006 r. o wyrobie napojów spirytusowych oraz o rejestracji i ochronie oznaczeń geograficznych napojów spirytusowych (Dz. U. Nr, poz.) zarządza się, co następuje:

§ 1. Alkohol etylowy pochodzenia rolniczego (spirytus rektyfikowany rolniczy) do celów urzędowej kontroli pod względem jakości handlowej poddaje się analizie przy zastosowaniu w szczególności:

- 1) oznaczania zawartości alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego wyrażonej w procentach objętościowych - wykonywanego metodą, która jest określona w załączniku nr 1 do rozporządzenia;
- 2) oceny barwy lub klarowności - wykonywanej metodą, która jest określona w załączniku nr 2 do rozporządzenia;
- 3) pomiaru czasu odbarwiania roztworu nadmanganianu(VII)potasu (próba Langa) - wykonywanego metodą, która jest określona w załączniku nr 3 do rozporządzenia;
- 4) oznaczania zawartości aldehydów - wykonywanego metodą, która jest określona w załączniku nr 4 do rozporządzenia;
- 5) oznaczania kwasowości całkowitej - wykonywanego metodą, która jest określona w załączniku nr 5 do rozporządzenia;
- 6) oznaczania zawartości estrów - wykonywanego metodą, która jest określona w załączniku nr 6 do rozporządzenia;
- 7) oznaczania zawartości lotnych zasad azotowych - wykonywanego metodą, która

- jest określona w załączniku nr 7 do rozporządzenia;
- 8) oznaczania zawartości suchej pozostałości po odparowaniu - wykonywanego metodą, która jest określona w załączniku nr 8 do rozporządzenia;
 - 9) próby na obecność furfuralu - wykonywanej metodą, która jest określona w załączniku nr 9 do rozporządzenia,
 - 10) testu UV - wykonywanego metodą, która jest określona w załączniku nr 10 do rozporządzenia,
 - 11) oznaczania zawartości izotopu ^{14}C w alkoholu etylowym - wykonywanego metodą, która jest określona w załączniku nr 11 do rozporządzenia.

§ 2. Do przeprowadzenia analizy alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego do celów urzędowej kontroli pod względem jakości handlowej można zastosować także metody inne niż wymienione w § 1, jednakże za ostateczny uznaje się wynik jednej z metod wymienionych w § 1.

§ 3. Pobieranie próbek alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego do celów urzędowej kontroli pod względem jakości handlowej wykonuje się zgodnie z dokumentami normalizacyjnymi.

§ 4. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia.

Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi

¹⁾ Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi kieruje działem administracji rządowej – rynki rolne, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 3 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 18 lipca 2006 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi (Dz. U. Nr 131, poz. 915).

²⁾ Niniejsze rozporządzenie było poprzedzone rozporządzeniem Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 3 lipca 2003 r. w sprawie metod analiz alkoholu etylowego rolniczego oraz metod pobierania próbek do celów urzędowej kontroli pod względem jakości handlowej, które na podstawie art. 50 ustawy z dnia 18 października 2006 r. o wyrobieniu napojów spirytusowych oraz o rejestracji i ochronie oznaczeń geograficznych napojów spirytusowych traci moc z dniem wejścia w życie tej ustawy.

ZAŁĄCZNIK Nr 1

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI ALKOHOLU ETYLOWEGO POCHODZENIA ROLNICZEGO WYRAŻONEJ W PROCENTACH OBJĘTOŚCIOWYCH

Oznaczenie zawartości alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego w procentach objętościowych wykonuje się przy użyciu elektronicznego analizatora gęstości.

Przygotowanie próbki do analizy

Pobrana próbka alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego jest przechowywana w hermetycznym pojemniku zabezpieczającym ją przed dostępem powietrza i wilgoci. Należy przestrzegać, aby zamknięcie pojemnika nie miało kontaktu z próbką, i nie stosować żadnych substancji uszczelniających to zamknięcie.

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

1. APARATURA

Do oznaczania zawartości alkoholu stosuje się elektroniczny analizator gęstości o dokładności pomiaru co najmniej 0,08 %, wyskalowany w procentach objętościowych.

2. WYKONANIE OZNACZANIA

Pomiaru dokonuje się przy użyciu elektronicznego analizatora gęstości w temperaturze 20°C, zgodnie z instrukcją obsługi. Odczytuje się zawartość alkoholu etylowego w procentach objętościowych.

3. OBLICZANIE WYNIKU

Wynikiem oznaczania zawartości alkoholu etylowego jest średnia arytmetyczna uzyskana co najmniej z dwóch równoległe wykonanych pomiarów, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,08 % obj.

OCENA BARWY LUB KLAROWNOŚCI

Barwa i klarowność są oceniane wzrokowo przez porównanie próbki z wodą destylowaną na białym i czarnym tle.

1. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII DO ANALIZY

Pobrana próbka alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego jest przechowywana w hermetycznym pojemniku zabezpieczającym ją przed dostępem powietrza i wilgoci. Należy przestrzegać, aby zamknięcie pojemnika nie miało kontaktu z próbką, i nie stosować żadnych substancji uszczelniających to zamknięcie.

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

2. APARATURA

Do wykonania oceny barwy lub klarowności stosuje się cylindry wykonane z bezbarwnego szkła o wysokości co najmniej 40 cm.

3. WYKONANIE OZNACZANIA

Dwa szklane cylindry 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. Patrząc z góry na oba cylindry porównuje się barwę i klarowność próbki alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego z barwą i klarownością wody.

4. OBLICZANIE WYNIKU

Badana próbka alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego jest bezbarwna, gdy jej barwa jest identyczna z barwą wody destylowanej.

Badana próbka alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego jest klarowna, jeżeli światło przechodzące przez próbkę nie ulega rozproszeniu, powodując jej opalizację.

**POMIAR CZASU ODBARWIANIA ROZTWORU NADMANGANIANU(VII)POTASU
(próba Langa)**

Czas odbarwienia roztworu nadmanganianu(VII) potasu jest to czas liczony w minutach, potrzebny do zrównania barwy próbki z barwą wzorca, po dodaniu roztworu nadmanganianu(VII)potasu.

1. PRZYGOTOWANIE DO ANALIZY

Pobrana próbka alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego jest przechowywana w hermetycznym pojemniku zabezpieczającym ją przed dostępem powietrza i wilgoci. Należy przestrzegać, aby zamknięcie pojemnika nie miało kontaktu z próbką, i nie stosować żadnych substancji uszczelniających to zamknięcie.

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

2. ODCZYNNIKI

Do oznaczania stosuje się następujące odczynniki chemiczne o czystości analitycznej:

- 1) roztwór nadmanganianu(VII)potasu o stężeniu 1 mmol/l, przygotowany bezpośrednio przed użyciem;
- 2) roztwór barwny A (czerwony), przygotowany w następujący sposób: w kolbie miarowej o pojemności 1.000 ml rozpuszcza się 59,50 g chlorku kobaltu(II) ($\text{CoCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$) w roztworze kwasu chlorowodorowego sporządzonego z 25 ml kwasu chlorowodorowego o gęstości = 1,19 g/ml i 975 ml wody, a następnie uzupełnia się do objętości 1.000 ml roztworem kwasu;
- 3) roztwór barwny B (żółty), przygotowany w następujący sposób: w kolbie miarowej o pojemności 1.000 ml rozpuszcza się 45,00 g chlorku żelaza(III) ($\text{FeCl}_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$) w roztworze kwasu chlorowodorowego sporządzonego z 25 ml kwasu chlorowodorowego o gęstości = 1,19 g/ml i 975 ml wody, a następnie uzupełnia się do objętości 1.000 ml roztworem kwasu;
- 4) wzorcowy roztwór barwny, przygotowany w następujący sposób: do kolby miarowej o pojemności 100 ml odmierza się pipetą 13 ml roztworu A i 5,5 ml

roztworu B, po czym uzupełnia do objętości 100 ml wodą o temperaturze 20°C.

Roztwory barwne A i B można przechowywać w temperaturze 4°C kilka miesięcy, natomiast wzorcowy roztwór barwny przygotowuje się bezpośrednio przed użyciem.

3. APARATURA

Do oznaczania stosuje się:

- 1) probówki Nesslera o pojemności 100 ml wykonane z przezroczystego, bezbarwnego szkła, z podziałką do 50 ml i korkiem z matowego szkła, lub probówki zwykłe, bezbarwne o średnicy około 20 mm;
- 2) pipety o pojemności: 1, 2, 5, 10 i 50 ml;
- 3) termometr o zakresie pomiarowym do 50°C z działką elementarną 0,1°C lub 0,2°C;
- 4) wagę analityczną;
- 5) łaźnię wodną z możliwością utrzymania temperatury $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$;
- 6) kolby miarowe o pojemności 100 i 1.000 ml z doszlifowanymi korkami.

4. WYKONANIE OZNACZANIA

Do probówki Nesslera odmierza się 50 ml z próbki (w przypadku użycia zwykłej probówki odmierza się 10 ml). Probówki umieszcza się w łaźni wodnej o temperaturze 20°C. Następnie do probówki dodaje się 1 ml lub 5 ml (w zależności od ilości użytej próbki) roztworu nadmanganianu(VII)potasu, miesza się, odnotowuje czas i pozostawia w łaźni wodnej w temperaturze 20°C. Do drugiej probówki Nesslera odmierza się 50 ml wzorcowego roztworu barwnego, a w przypadku stosowania zwykłej probówki o takiej samej średnicy 10 ml wzorcowego roztworu barwnego. Obserwuje się zmianę barwy próbki i porównuje się ją z barwą wzorca na białym tle. Odnotowuje się czas, w jakim próbka osiągnęła tę samą barwę co roztwór wzorcowy.

5. OBLICZANIE WYNIKU

Jako wynik końcowy pomiaru podaje się liczony w minutach czas zrównania barwy badanej próbki z barwą wzorca.

Dla alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego czas ten wynosi co najmniej 18

minut przy temperaturze 20°C.

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI ALDEHYDÓW

Zawartość aldehydów jest wyrażana jako aldehyd octowy.

Oznaczanie zawartości aldehydów polega na reakcji aldehydów z odczynnikiem Schiff'a i porównaniu intensywności zabarwienia związków kompleksowych powstałych w badanej próbce z zabarwieniem roztworów wzorcowych o znanej zawartości aldehydu octowego.

1. PRZYGOTOWANIE PRÓBKİ DO ANALIZY

Próbka do analizy jest przechowywana w czystej kolbie zamkniętej doszlifowanym korkiem przemytym alkoholem lub korkiem zawiniętym w folię cynową lub aluminiową w warunkach zapewniających brak dostępu powietrza i wilgoci. Należy przestrzegać, aby zamknięcie pojemnika nie miało kontaktu z próbką, i nie stosować żadnych substancji uszczelniających to zamknięcie.

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

2. ODCZYNNIKI

Do oznaczania zawartości aldehydów stosuje się następujące odczynniki chemiczne o czystości analitycznej:

- 1) chlorowodorek p-rosaniliny (fuksyna zasadowa);
- 2) siarczan (IV) sodu lub bezwodny wodorosiarczan (IV) sodu;
- 3) kwas chlorowodorowy, gęstość $d_{20} = 1,19$ g/ml;
- 4) sproszkowany węgiel aktywny;
- 5) roztwór skrobi, przygotowany w następujący sposób: 1 g skrobi miesza się z 5 mg jodku rtęci (HgI_2 - środek konserwujący), następnie dodaje się niewielką ilość zimnej wody, miesza się i przenosi do kolby zawierającej 500 ml wrzącej wody; całość miesza się i gotuje przez 5 minut, po czym studzi się i przefiltrowuje;
- 6) 1-amino-etanol $CH_3CH(NH_2)OH$, oczyszczony i wysuszony, przygotowany w następujący sposób: 5 g 1-amino-etanolu rozpuszcza się w około 15 ml alkoholu etylowego 100% obj.; następnie dodaje się około 50 ml suchego eteru etylowego i pozostawia na kilka godzin w lodówce; następnie odfiltrowuje się kryształy i

przeplukuje suchym eterem etylowym; uzyskany oczyszczony 1-amino-etanol suszy się przez 3-4 godziny w eksykatorze pod zmniejszonym ciśnieniem nad kwasem siarkowym (VI). Jeżeli oczyszczony 1-amino-etanol nie ma białego koloru, należy powtórzyć proces rekrytalizacji;

7) roztwór jodu o stężeniu 0,05 mol/l;

8) odczynnik Schiff'a przygotowany w następujący sposób: w kolbie miarowej o pojemności 2.000 ml rozpuszcza się 5,0 g sproszkowanego chlorowodoru p-rosaniliny w 1.000 ml gorącej wody i pozostawia się w łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia. W ok. 200 ml wody rozpuszcza się 30 g siarczanu (IV) sodu (lub równoważną ilość wodorosiarczanu (IV) sodu) i dodaje do schłodzonego roztworu p-rosaniliny, i pozostawia na 10 minut; następnie dodaje się 60 ml kwasu chlorowodorowego; jeżeli roztwór jest bezbarwny lub wykazuje lekkie brązowe zabarwienie, uzupełnia się wodą do objętości 2.000 ml; w przypadku gdy roztwór nie jest bezbarwny, przefiltrowuje się go z odrobiną aktywnego węgla na złożonym filtrze, a następnie uzupełnia wodą do objętości 2.000 ml.

Dopuszcza się inne metody przygotowania odczynnika Schiff'a, pod warunkiem że podczas testu kontrolnego nie daje on reakcji barwnej z alkoholem etylowym bezaldehydowym i daje widoczne różowe zabarwienie z roztworem wzorcowym o zawartości 0,1 g aldehydu octowego w 1 hl spirytusu 100 % obj.

Odczynnik Schiff'a powinien być przygotowany co najmniej 14 dni przed użyciem. Zawartość wolnego SO_2 w odczynniku powinna wynosić od 2,8 do 6,0 mmol w 100 ml, a pH odczynnika powinno wynosić 1.

Oznaczanie wolnego SO_2 :

Do kolby stożkowej o pojemności 250 ml odmierza się 10 ml odczynnika Schiff'a i dodaje się 200 ml wody i 5 ml roztworu skrobi, a następnie miareczkuje się roztworem jodu.

Ilość wolnego SO_2 w odczynniku w milimolach wolnego SO_2 w 100 ml odczynnika oblicza się, dzieląc przez dwa użytą ilość mililitrów roztworu jodu.

Jeśli zawartość wolnego SO₂ jest mniejsza lub większa od wskazanego zakresu, należy podwyższyć ją przez dodanie obliczonej ilości pirosiarczynu sodowego (0,126 g Na₂SO₃/100 ml odczynnika na każdy brakujący mmol SO₂) lub obniżyć poprzez przepuszczanie przez odczynnik powietrza.

3. APARATURA

Do oznaczania zawartości aldehydów stosuje się:

- 1) probówki kolorymetryczne o pojemności 20 ml zaopatrzone w korek z matowego szkła;
- 2) pipety o pojemności: 1, 2, 3, 5, 10 ml;
- 3) łaźnię wodną z możliwością utrzymania temperatury 20±0,5°C;
- 4) spektrofotometr UV-VIS, umożliwiający oznaczanie absorbancji roztworów przy długości fali = 546 nm z kuwetami o długości drogi optycznej 50 mm.

4. WYKONANIE OZNACZANIA

Zawartość alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego w próbce powinna wynosić co najmniej 90 % obj. Jeżeli jest go mniej, zawartość tę zwiększa się przez dodanie odpowiedniej ilości alkoholu etylowego bezaldehydowego.

Przygotowanie roboczych roztworów wzorcowych

W kolbie miarowej o pojemności 1.000 ml rozpuszcza się 1,3860 g (odważonego na wadze analitycznej) oczyszczonego i osuszonego 1-amino-etanolu w alkoholu etylowym bezaldehydowym i uzupełnia do objętości 1.000 ml. Przygotowany w ten sposób 1 litr roztworu wzorcowego zawiera 1 g aldehydu octowego.

Następnie przygotowuje się poprzez odpowiednie rozcieńczenie roztworu wzorcowego (w dwóch seriach) po 10 roztworów wzorcowych zawierających od 0,1 do 1,0 mg aldehydu octowego w 100 ml roztworu.

Wyznaczanie krzywej wzorcowej dla roboczych roztworów wzorcowych

Do próbek kolorymetrycznych odmierza się pipetą po 5 ml roboczych roztworów wzorcowych; w tym samym czasie do jednej z próbek odmierza się zamiast roboczego roztworu wzorcowego 5 ml alkoholu etylowego bezaldehydowego (96 % obj.). Następnie do każdej próbki dodaje się po 5 ml wody, zawartość

próbówek miesza się i umieszcza w łaźni wodnej o temperaturze 20°C. Po ustaleniu się temperatury w próbkach dodaje się 5 ml odczynnika Schiff'a. Probówki zamyka się korkiem, miesza i pozostawia w łaźni wodnej. Po 20 minutach od dodania odczynnika Schiff'a zawartość poszczególnych próbek przelewa się do kuwet spektrofotometrycznych i oznacza się wartość absorbancji roztworów przy długości fali $\lambda = 546 \text{ nm}$.

Następnie wykreśla się krzywą wzorcową dla roboczych roztworów wzorcowych aldehydu octowego w układzie $A = f(c)$, gdzie: A - oznacza wartość absorbancji, c - stężenie aldehydu octowego w roboczym roztworze wzorcowym w g/hl.

Oznaczanie zawartości aldehydów w próbce

Do próbki kolorymetrycznej odmierza się pipetą 5 ml z badanej próbki. Następnie dodaje się 5 ml wody, zawartość próbki miesza się i umieszcza w łaźni wodnej o temperaturze 20°C. Po ustaleniu temperatury w próbówce, dodaje się 5 ml odczynnika Schiff'a. Probówkę zamyka się korkiem, miesza i pozostawia w łaźni wodnej. Po 20 minutach od dodania odczynnika Schiff'a zawartość próbki przelewa się do kuwety spektrofotometrycznej i oznacza się wartość absorbancji roztworu przy długości fali $\lambda = 546 \text{ nm}$. Następnie z krzywej wzorcowej odczytuje się dla zmierzonej wartości absorbancji stężenie aldehydu octowego w g/hl alkoholu etylowego 100 % obj.

5. OBLICZANIE WYNIKU

Zawartość aldehydów w badanej (A_z) próbce, w g/hl alkoholu etylowego 100 % obj., wyrażoną jako aldehyd octowy, oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

A - oznacza zawartość aldehydu octowego w próbce, odczytaną z krzywej wzorcowej w g/hl,

T - oznacza zawartość alkoholu etylowego w próbce w procentach objętościowych.

OZNACZANIE KWASOWOŚCI CAŁKOWITEJ

Kwasowość całkowita jest wyrażana jako kwas octowy.

Metoda oznaczania kwasowości całkowitej polega na zmiareczkowaniu mianowanym roztworem wodorotlenku sodu odgazowanej próbki wobec indygo, karminu i czerwieni fenylowej jako wskaźników.

1. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII DO ANALIZY

Próbka do analizy jest przechowywana w czystej kolbie zamkniętej doszlifowanym korkiem przemytym alkoholem lub korkiem zawiniętym w folię cynową lub aluminiową, w warunkach zapewniających brak dostępu powietrza i wilgoci. Należy przestrzegać, aby zamknięcie pojemnika nie miało kontaktu z próbką, i nie stosować żadnych substancji uszczelniających to zamknięcie.

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

2. ODCZYNNIKI

Do oznaczania kwasowości całkowitej stosuje się następujące odczynniki chemiczne o czystości analitycznej:

- 1) roztwory wodorotlenku sodowego 0,01 mol/l i 0,1 mol/l, przechowywane w sposób ograniczający do minimum kontakt z dwutlenkiem węgla;
- 2) roztwór indygokarminu (A), przygotowany w następujący sposób: 0,2 g indygokarminu rozpuszcza się w 40 ml wody i dopełnia alkoholem etylowym do 100 g;
- 3) roztwór czerwieni fenolowej (B), przygotowany w następujący sposób: 0,2 g czerwieni fenolowej rozpuszcza się w 6 ml roztworu wodorotlenku sodu 0,1 mol/l i dopełnia wodą do objętości 100 ml w kolbie miarowej.

3. APARATURA

Do oznaczania kwasowości całkowitej stosuje się:

- 1) biuretę lub automatyczne urządzenie do miareczkowania;
- 2) pipetę o pojemności 100 ml;
- 3) kolbę kulistą o pojemności 250 ml z doszlifowanym korkiem z matowego szkła;
- 4) chłodnicę zwrotną z doszlifowanym korkiem z matowego szkła.

4. WYKONANIE OZNACZANIA

Do kolby kulistej odmierza się pipetą 100 ml z próbki, następnie dodaje się kilka kawałków porcelany. Kolbę z roztworem umieszcza się w łaźni wodnej i doprowadza do wrzenia pod chłodnicą zwrotną. Do gorącego roztworu dodaje się po jednej kropli roztworów wskaźnikowych A i B. Następnie miareczkuje się roztworem wodorotlenku sodowego 0,01 mol/l do momentu pojawienia się oznak zmiany barwy z zielono-żółtej na fioletową.

5. OBLICZANIE WYNIKU

Kwasowość ogólną (K_o) wyrażoną w postaci kwasu octowego, w g/hl alkoholu etylowego 100 % obj., oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

V - oznacza ilość ml roztworu wodorotlenku sodowego 0,01 mol/l, zużytą podczas miareczkowania,

T - oznacza zawartość alkoholu etylowego w próbce, w procentach objętościowych.

6. POWTARZALNOŚĆ

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

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI ESTRÓW

Zawartość estrów jest wyrażana jako octan etylu.

Metoda oznaczania zawartości estrów polega na pomiarze absorbancji przy długości fali $\lambda = 525$ nm kompleksów barwnych otrzymanych w wyniku reakcji kwasów hydroksyloaminowych, powstałych podczas reakcji estrów z chlorowodorkiem hydroksyloaminy w roztworach alkalicznych z jonami żelazowymi w roztworach kwaśnych.

1. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII DO ANALIZY

Próbka do analizy jest przechowywana w czystej kolbie zamkniętej doszlifowanym korkiem przemytym alkoholem lub korkiem zawiniętym w folię cynową lub aluminiową, w warunkach zapewniających brak dostępu powietrza i wilgoci. Należy przestrzegać, aby zamknięcie pojemnika nie miało kontaktu z próbką i nie stosować żadnych substancji uszczelniających to zamknięcie.

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

2. ODCZYNNIKI

Do oznaczania zawartości estrów stosuje się następujące odczynniki chemiczne o czystości analitycznej:

- 1) kwas chlorowodorowy 4 mol/l;
- 2) roztwór chlorku żelaza (III) 0,37 mol/l w kwasie chlorowodorowym 1 mol/l;
- 3) chlorowodorek hydroksyloaminy 2 mol/l, przechowywany w lodówce;
- 4) roztwór wodorotlenku sodu 3,5 mol/l;
- 5) wzorcowe roztwory octanu etylu zawierające: 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 i 1,0 g octanu etylu na hektolitr wolnego od estrów alkoholu etylowego 96 % obj.

3. APARATURA

Do oznaczania zawartości estrów stosuje się:

- 1) spektrofotometr UV-VIS, umożliwiający oznaczanie absorbancji roztworów przy długości fali $\lambda = 525 \text{ nm}$;
- 2) kuwety spektrofotometryczne o długości drogi optycznej 50 mm;
- 3) łaźnię wodną z możliwością utrzymania temperatury $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$;
- 4) probówki kolorymetryczne o pojemności 20 ml wykonane z matowego szkła z doszlifowanymi korkami.

4. WYKONANIE OZNACZANIA

Przygotowanie roboczych roztworów wzorcowych

Na wadze analitycznej odważa się 1,0 g octanu etylu. Odważony octan etylu wsypuje się do kolby miarowej o pojemności 1.000 ml zawierającej alkohol etylowy wolny od estrów i uzupełnia do objętości 1.000 ml. Przygotowany w ten sposób 1 litr roztworu wzorcowego zawiera 1 g octanu etylowego.

Następnie przygotowuje się, przez rozcieńczenie roztworu wzorcowego (w dwóch seriach) po 10 roboczych roztworów wzorcowych zawierających od 0,1 do 2,0 mg octanu etylu w 100 ml.

Wyznaczenie krzywej wzorcowej dla roboczych roztworów wzorcowych

Do probówek kolorymetrycznych odmierza się po 10 ml roboczych roztworów wzorcowych i dodaje 2 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy. Jednocześnie przygotowuje się próbę ślepą, używając zamiast roboczego roztworu wzorcowego alkoholu etylowego 96 % obj. wolnego od estrów. Następnie do każdej probówki dodaje się po 2 ml wodorotlenku sodu, probówki zamyka się korkami i dokładnie wstrząsa. Probówki umieszcza się w łaźni wodnej o temperaturze 20°C . Po 15 minutach dodaje się do każdej probówki 2 ml kwasu chlorowodorowego i wstrząsa. Następnie dodaje się 2 ml roztworu chlorku żelazowego i dokładnie miesza.

Zawartość probówek przelewa się do kuwet spektrofotometrycznych i oznacza absorbancją przy długości fali $\lambda = 525 \text{ nm}$, stosując ślepą próbę jako odnośnik.

Następnie wykreśla się krzywą wzorcową w układzie $A = f(c)$, gdzie A - oznacza wartość absorbancji, c - stężenie estrów w roboczym roztworze wzorcowym w g/hl.

Oznaczanie zawartości estrów w badanej próbce

Do próbki kolometrycznej odmierza się po 10 ml z badanej próbki i dodaje 2 ml roztworu wodorochlorku hydroksyloaminy. Następnie do próbki dodaje się 2 ml wodorotlenku sodu, próbkę zamyka się korkiem i wstrząsa. Probówkę umieszcza się w łaźni wodnej o temperaturze 20°C. Po 15 minutach dodaje się 2 ml kwasu chlorowodorowego i wstrząsa się. Następnie dodaje się 2 ml roztworu chlorku żelazowego i dokładnie miesza.

Zawartość próbki przelewa się do kuwety spektrofotometrycznej i oznacza absorbancję przy długości fali $\lambda = 525 \text{ nm}$.

5. OBLICZANIE WYNIKU

Zawartość estrów (E), w g/hl w przeliczeniu na octan etylu oblicza się według wzoru:

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

gdzie A - oznacza zawartość estrów odczytaną z krzywej wzorcowej w g/hl,

T - oznacza zawartość alkoholu etylowego w próbce w procentach objętościowych.

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI LOTNYCH ZASAD AZOTOWYCH

Lotne zasady azotowe są wyrażane jako azot w alkoholu etylowym pochodzenia rolniczego. Metoda oznaczania lotnych zasad azotowych polega na uwolnieniu związków azotowych mikrodyfuzyjną techniką Conway'a. Uwolnione związki azotowe w postaci amoniaku miareczkuje się mianowanym roztworem kwasu chlorowodorowego.

1. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII DO ANALIZY

Próbka do analizy jest przechowywana w czystej kolbie zamkniętej doszlifowanym korkiem przemytym alkoholem lub korkiem zawiniętym w folię cynową lub aluminiową, w warunkach zapewniających brak dostępu powietrza i wilgoci. Należy przestrzegać, aby zamknięcie pojemnika nie miało kontaktu z próbką, i nie stosować żadnych substancji uszczelniających to zamknięcie.

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

2. ODCZYNNIKI

Do oznaczania zawartości lotnych zasad azotowych stosuje się następujące odczynniki chemiczne o czystości analitycznej:

- 1) kwas siarkowy (VI) 1 mol/l;
- 2) roztwór wskaźnikowy kwasu bornego, przygotowany w następujący sposób: 10 g kwasu bornego, 8 mg zieleni bromokrezolowej oraz 4 mg czerwieni metylovej rozpuszcza się w 30 % obj. propan-2-olu oraz dopełnia 30 % objętościowym propan-2-olem do objętości 1.000 ml;
- 3) roztwór wodorotlenku potasu 500 g/l wolny od dwutlenku węgla;
- 4) kwas chlorowodorowy 0,02 mol/l.

3. APARATURA

Do oznaczania zawartości lotnych zasad azotowych stosuje się:

- 1) parownicę o pojemności umożliwiającej umieszczenie w niej 50 ml próbki;
- 2) łaźnię wodną;

- 3) mikrobiuretę o pojemności od 2 do 5 ml, z podziałką co 0,01 ml;
- 4) naczynie Conway'a ze ściśle dopasowaną pokrywą.

4. WYKONANIE OZNACZANIA

Do szklanej parownicy odmierza się pipetą 50 ml z próbki (o zawartości azotu ocenianej na mniejszą niż 0,2 g/hl próbki - odmierza się 200 ml próbki), następnie dodaje się 1 ml kwasu siarkowego (VI), umieszcza parownicę w łaźni wodnej i odparowuje tę próbkę do momentu, gdy pozostanie z niej około 1 ml.

Do wewnętrznej komory naczynia Conway'a odmierza się pipetą 1 ml wskaźnikowego roztworu kwasu bornego. Następnie zawartość parownicy przenosi się ilościowo (popłukując niewielką ilością wody) na jedną stronę zewnętrznej komory naczynia Conway'a, zaś na drugą stronę zewnętrznej komory naczynia Conway'a odmierza się 1 ml roztworu wodorotlenku potasowego, a następnie niezwłocznie po nalaniu naczynie Conway'a nakrywa się szczelnie.

Oba roztwory znajdujące się w komorze zewnętrznej mieszają się, uważając, aby płyn nie przeciekał z jednej komory do drugiej, następnie pozostawia się na dwie godziny. Wydzielony w komorze wewnętrznej amoniak miareczkuje się przy pomocy roztworu kwasu chlorowodorowego. Ilość użytego kwasu powinna wynosić od 0,2 do 0,9 ml. Jednocześnie wykonuje się ślepią próbę, zastępując 50 ml próbki taką samą ilością wody.

5. OBLICZANIE WYNIKU

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

$$Lz = \frac{(V1-V2) \times 2.800}{E \times T}$$

gdzie:

V1 - oznacza ilość ml kwasu chlorowodorowego użytego do zobojętnienia próbki podczas miareczkowania próbki,

V2 - oznacza ilość ml kwasu chlorowodorowego użytego w ślepej próbie,

- T - oznacza zawartość alkoholu etylowego w próbce w procentach objętościowych,
- E - oznacza ilość użytej próbki w mililitrach

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SUCHEJ POZOSTAŁOŚCI PO ODPAROWANIU

Oznaczanie zawartości suchej pozostałości po jej odparowaniu polega na odparowaniu badanej próbki w łaźni wodnej i wysuszeniu pozostałości w suszarce w temperaturze $103\pm 2^{\circ}\text{C}$.

1. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII DO ANALIZY

Próbka do analizy jest przechowywana w czystej kolbie zamkniętej doszlifowanym korkiem przemytym alkoholem lub korkiem zawiniętym w folię cynową lub aluminiową, w warunkach zapewniających brak dostępu powietrza i wilgoci. Należy przestrzegać, aby zamknięcie pojemnika nie miało kontaktu z próbką, i nie stosować żadnych substancji uszczelniających to zamknięcie.

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

2. APARATURA

Do oznaczania zawartości suchej pozostałości po jej odparowaniu stosuje się:

- 1) łaźnię wodną umożliwiającą osiągnięcie temperatury wrzenia;
- 2) parownicę;
- 3) eksykator ze środkiem suszącym zawierającym świeżo aktywowany żel krzemionkowy (lub inny podobny środek suszący) ze wskaźnikiem wilgotności;
- 4) wagę analityczną;
- 5) suszarkę laboratoryjną o regulowanej temperaturze $103\pm 2^{\circ}\text{C}$.

3. WYKONANIE OZNACZANIA

Czystą suchą parownicę waży się z dokładnością do 0,1 mg z próbki. Do parownicy odmierza się pipetą od 100 do 250 ml. Następnie parownicę z próbką umieszcza się we wrzącej łaźni wodnej i pozostawia ją do odparowania próbki.

Odparowaną próbkę umieszcza się na 30 minut w suszarce w temperaturze $103\pm 2^{\circ}\text{C}$, a następnie przenosi się do eksykatora i pozostawia do schłodzenia na 30

minut. Po ostudzeniu parownicę wraz z pozostałością waży się z dokładnością do 0,1 mg.

4. OBLICZANIE WYNIKU

Zawartość suchej pozostałości po odparowaniu (S_m) w g/hl alkoholu etylowego 100 % obj. oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

M_0 - oznacza masę (g) suchej czystej parownicy,

M_1 - oznacza masę (g) parownicy z pozostałością po suszeniu,

V_0 - oznacza objętość (ml) próbki użytej do suszenia,

T - oznacza zawartość alkoholu etylowego w próbce w procentach objętościowych.

PRÓBA NA OBECNOŚĆ FURFURALU

Metoda polega na reakcji furfuralu z aniliną w środowisku kwaśnym. Powstanie lososiowo-różowego zabarwienia wskazuje na obecność furfuralu.

1. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII DO ANALIZY

Próbka do analizy jest przechowywana w czystej kolbie zamkniętej doszlifowanym korkiem przemytym alkoholem lub korkiem zawiniętym w folię cynową lub aluminiową, w warunkach zapewniających brak dostępu powietrza i wilgoci. Należy przestrzegać, aby zamknięcie pojemnika nie miało kontaktu z próbką, i nie stosować żadnych substancji uszczelniających to zamknięcie.

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

2. ODCZYNNIKI

Do wykonania próby na obecność furfuralu stosuje się następujące odczynniki chemiczne o czystości analitycznej:

- 1) anilinę świeżo destylowaną;
- 2) kwas octowy lodowaty.

3. APARATURA

Do wykonania próby na obecność furfuralu stosuje się probówki z doszlifowanymi szklanymi korkami.

4. WYKONANIE OZNACZANIA

Do probówki odmierza się pipetą 10 ml z próbki, następnie dodaje się 0,5 ml aniliny i 2 ml kwasu octowego lodowatego. Probówkę wstrząsa się w celu wymieszania jej zawartości.

5. INTERPRETACJA WYNIKU

Jeżeli czas pojawienia się zabarwienia łososiowo-różowego w próbce jest krótszy niż 20 minut, test ma wynik pozytywny i próbka zawiera furfural.

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 napełnić,
- oznaczyć absorbancję i sporządzić wykres.

6. OBLICZANIE WYNIKÓW

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

Krzywa absorpcji powinna mieć przebieg płaski i regularny

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).

Dopuszcza się użycie gotowego do użycia, handlowego toluenu scyntylacyjnego 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 scyntylacyjny 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 μl .

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 14C 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 scyntylicyjnego. 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 14C

8.1. Procedura

Próbki kontrolne i próbki tła (ostatni i kopalny alkohol etylowy) oraz materiał nieznan są poddawane pomiarom jako duplikaty. Jedna próbka duplikatu przygotowywana jest w nieselektywnej kuwecie, a jako wzorzec wewnętrzny dodaje się dokładnie odmierzoną ilość (30 μ l) heksadekanu 14C (aktywność dodatkowa około 26269 dpm/gC w przybliżeniu 43782 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 106 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 przetrzymywać 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; $1 \text{ Bq} = 1$ 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

$\text{cBq/gC} =$

$1,1918 \cdot 100$

$V \cdot F \cdot Z \cdot 60$

9.3. $\text{cBq/gC} =$

cmp

IS

cmp

Wyrażenie wyników z wzorcem wewnętrznym

9.4. Skróty

cpmpr = średni wskaźnik licznika podczas całego czasu pomiaru próbki.

cpmNE = średni wskaźnik impulsów tła obliczony w ten sam sposób.

cpmIS = ilość dodanego wzorca wewnętrznego (radioaktywność wzorcowania dpm).

dpmIS = 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 odpowiadająca wartości ESCR.

1,918 = liczba gramów alkoholu na gram węgla.

10. WYBÓR METODY

10.1. Powtarzalność (r):

r 0,632 cBq/g C; S(r) = $\pm 0,223$ cBq/g C

10.2. Porównywalność (R)

R = 0,821 cBq/g C; S(R) = $\pm 0,290$ cBq/g C.

UZASADNIENIE

Projekt rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi w sprawie metod analiz alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego oraz pobierania próbek do celów urzędowej kontroli pod względem jakości handlowej stanowi wykonanie upoważnienia zawartego w art. 12 ust 2 ustawy z dnia 18 października 2006 r. o wyrobie napojów spirytusowych oraz o rejestracji i ochronie oznaczeń geograficznych napojów spirytusowych (Dz. U. Nr ..., poz ...). Projekt rozporządzenia wprowadza metodykę wykonywania analiz alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego oraz pobierania próbek do celów urzędowej kontroli pod względem jakości handlowej.

Wprowadzenie metod analiz alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego jest niezbędne z uwagi na określenie wymogów jakościowych dotyczących alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego w przepisach rozporządzenia Rady nr 1576/89 z dnia 29 maja 1989 r. ustanawiającego ogólne zasady definicji, opisu i prezentacji napojów spirytusowych przy jednoczesnym wycofaniu z porządku prawnego UE wspólnotowych przepisów w zakresie metodyki badania tego alkoholu.

Projekt nie wpłynie na zmiany przepisów w zakresie parametrów alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego, a jedynie wprowadzi metody analiz, które umożliwią służbom kontrolnym dokonywanie oceny zgodności parametrów jakościowych alkoholu etylowego z wymogami określonymi w rozporządzeniu Rady nr 1576/89 z dnia 29 maja 1989 r. ustanawiającym ogólne zasady definicji, opisu i prezentacji napojów spirytusowych przy jednoczesnym wycofaniu z porządku prawnego UE wspólnotowych przepisów w zakresie metodyki badania tego alkoholu. Projekt zapewni ustalenie zgodności parametrów alkoholu etylowego w zakresie oznaczania zawartości:

- 1) alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego wyrażonego w procentach objętościowych,
- 2) lotnych zasad azotowych,
- 3) aldehydów,
- 4) kwasowości całkowitej,
- 5) alkoholi wyższych,
- 6) estrów ,

- 7) suchej pozostałości po odparowaniu,
- 8) próby na obecność furfuralu.

Projekt rozporządzenia nie zawiera norm technicznych w rozumieniu przepisów rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 23 grudnia 2002 r. w sprawie sposobu funkcjonowania krajowego systemu notyfikacji norm i aktów prawnych (Dz. U. Nr 239, poz. 2039 i z 2004 r. Nr 65, poz. 597) i w związku z tym nie wymaga notyfikacji.

Stosownie do art. 5 ustawy z dnia 7 lipca 2005 r. o działalności lobbingskiej w procesie stanowienia prawa (Dz. U. Nr 169, poz. 1414) niniejszy projekt zostanie zamieszczony na stronie Biuletynu Informacji Publicznej Ministerstwa Rolnictwa i Rozwoju Wsi.

Projekt rozporządzenia jest zgodny z prawem Unii Europejskiej.

Ocena skutków regulacji

1. Podmioty, na które oddziałuje rozporządzenie

Regulacja dotyczy producentów alkoholu etylowego pochodzenia rolniczego.

2. Dochody oraz wydatki budżetu państwa oraz budżetów jednostek samorządu terytorialnego

Projektowane rozporządzenie nie będzie mieć wpływu na dochody oraz wydatki budżetu państwa oraz budżetów jednostek samorządu terytorialnego.

3. Rynek pracy

Wejście w życie projektowanego rozporządzenia nie wpłynie na rynek pracy.

4. Konkurencyjność gospodarki i przedsiębiorczość, w tym wpływ na funkcjonowanie przedsiębiorstw

Wejście w życie rozporządzenia nie wpłynie na konkurencyjność gospodarki i przedsiębiorczość, w tym na funkcjonowanie przedsiębiorstw.

5. Sytuacja i rozwój regionalny

Wejście w życie projektowanego rozporządzenia nie wpłynie na rozwój regionalny.

6. Konsultacje społeczne

Projekt rozporządzenia zostanie wysłany do konsultacji z następującymi organizacjami społeczno-zawodowymi:

- 1) NSZZ RI „Solidarność”,
- 2) Związkiem Zawodowym Rolnictwa „Samoobrona”,
- 3) Krajowym Związkiem Rolników, Kółek i Organizacji Rolniczych,
- 4) Federacją Związków Producentów Rolnych,
- 5) Krajową Radą Izb Rolniczych,
- 6) Zarządem Głównym Związku Zawodowego Pracowników Rolnictwa RP,
- 7) Sekretariatem Rolnictwa Komisji Krajowej NSZZ „Solidarność”,
- 8) Polską Konfederacją Pracodawców Prywatnych,
- 9) Polską Federacją Producentów Żywności,
- 10) Związkiem Zawodowym Rolników „Ojczyzna”,
- 11) Krajową Radą Gorzelnictwa i Produkcji Biopaliw,
- 12) Krajową Radą Przetwórstwa Spirytusu,
- 13) Związkiem Gorzelni Polskich,
- 14) Polską Izbą Produktu Regionalnego i Lokalnego,
- 15) Federacją Związków Zawodowych Pracowników Przemysłu Spirytusowego i Drożdżowego w Polsce.

Opracowano w Departamencie
Rynków Rolnych:

Akceptował:

Za zgodność pod względem
prawnym i redakcyjnym: