

**ROZPORZĄDZENIE
MINISTRA ROLNICTWA I ROZWOJU WSI¹⁾**

z dnia 2012 r.

**w sprawie szczegółowego sposobu wyrobu fermentowanych napojów
winiarskich oraz metod analiz tych napojów do celów urzędowej kontroli
w zakresie jakości handlowej**

Na podstawie art. 16 ustawy z dnia 12 maja 2011 r. o wyrobie i rozlewie wyrobów winiarskich, obrocie tymi wyrobami i organizacji rynku wina (Dz. U. Nr 120, poz. 690 i Nr 171, poz. 1016) zarządza się, co następuje:

§ 1. 1. Przy wyrobie fermentowanych napojów winiarskich określonych w art. 3 pkt 1 ustawy z dnia 12 maja 2011 r. o wyrobie i rozlewie wyrobów winiarskich obrocie tymi wyrobami i organizacji rynku wina, zwanej dalej „ustawą”, prócz zabiegów dopuszczonych na podstawie art. 14 tej ustawy, dopuszcza się stosowanie jednej lub kilku z następujących czynności technologicznych:

- 1) napowietrzania;
- 2) dodawania czystego tlenu;
- 3) barbotażu przy użyciu argonu albo azotu;
- 4) obróbki termicznej;
- 5) odwirowywania oraz filtracji dokonywanej przy użyciu ziemi okrzemkowej, celulozy lub innego obojętnego czynnika filtrującego, albo bez jego użycia, pod warunkiem, że w wyrobie gotowym po filtracji nie pozostaną resztki czynnika filtrującego;
- 6) sulfitacji albo desulfitacji dokonywanej metodami fizycznymi;
- 7) obróbki węglem drzewnym;

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 listopada 2011 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi (Dz. U. Nr 248, poz. 1486).

- 8) oczyszczania;
- 9) leżakowania lub stabilizacji;
- 10) kupażowania;
- 11) usuwania alkoholu metodami fizycznymi;
- 12) rozlewu.

2. Wina owocowego markowego oraz miodu pitnego markowego nie dodaje się do innych fermentowanych napojów winiarskich.

3. Maceracji w procesie wytworzenia nalewu stosowanego do produkcji nalewki na winie owocowym, aromatyzowanej nalewki na winie owocowym, nalewki na winie z soku winogronowego, aromatyzowanej nalewki na winie z soku winogronowego, dokonuje się poprzez:

- 1) zalanie owoców innych niż winogrona, świeżych lub utrwalonych dozwolonymi metodami fizykochemicznymi, całych lub rozdrobnionych, lub miodu alkoholem rektyfikowanym, destylatem owocowym lub destylatem miodowym, z ewentualnym dodatkiem cukru, przy czym ilość owoców lub miodu użytego do wytworzenia nalewu nie może być mniejsza niż 0,3 kg w przeliczeniu na 1 litr alkoholu etylowego 100 % użytego do sporządzenia nalewu,
- 2) zalanie ziół lub przypraw korzennych alkoholem rektyfikowanym, destylatem owocowym lub destylatem miodowym, z ewentualnym dodatkiem cukru, z tym, że ilość ziół lub przypraw korzennych użytych do wytworzenia nalewu można zastosować na zasadzie quantum saris.

§ 2. 1. Do sporządzania nastawów na fermentowane napoje winiarskie z udziałem soków owocowych stosuje się:

- 1) soki surowe otrzymywane w wyniku tłoczenia owoców z jednego gatunku, całych lub rozdrobnionych, o rzeczywistej zawartości alkoholu nie wyższej niż 1 % objętościowy lub
- 2) soki owocowe o rzeczywistej zawartości alkoholu nie wyższej niż 1 % objętościowy lub
- 3) soki owocowe zagęszczone.

2. Soki owocowe lub soki owocowe zagęszczone użyte do sporządzenia

nastawów mogą być rozcieńczane wodą w takiej ilości, aby nie nastąpiło przekroczenie minimalnej zawartości ekstraktu ogólnego dla danego soku surowego, która jest określona w załączniku nr 1 do rozporządzenia.

3. Soki surowe, soki owocowe i soki owocowe zagęszczone użyte do sporządzenia nastawów nie mogą być dosładzane ani zakwaszane. Soki te mogą być utrwalane sposobem fizycznym lub przez dodanie dwutlenku siarki.

4. Rodzaje soków surowych użytych do sporządzania nastawów na fermentowane napoje winiarskie oraz minimalna zawartość ekstraktu ogólnego w tych sokach oznaczana refraktometrycznie są określone w załączniku nr 1 do rozporządzenia.

§ 3. Do sporządzania nastawów na fermentowane napoje winiarskie dopuszcza się zastosowanie jednej lub kilku z następujących substancji:

- 1) bentonitu;
- 2) celulozy;
- 3) chlorku magnezu;
- 4) chlorowodoru tiaminy w ilości nieprzekraczającej 0,6 miligrama na litr, w przeliczeniu na tiaminę;
- 5) dwutlenku siarki;
- 6) enzymów amylolitycznych;
- 7) enzymów pektynolitycznych;
- 8) fosforanu amonu lub ortofosforanu dwuamoni w ilości nieprzekraczającej 0,4 grama na litr;
- 9) kaolinu;
- 10) kwasu cytrynowego;
- 11) kwasu jabłkowego;
- 12) kwasu winowego L(+);
- 13) pirosiarczynu sodu;
- 14) preparatów uzyskanych ze ścian komórkowych drożdży w ilości nieprzekraczającej 40 gramów na hektolitr;
- 15) siarczanu amonu w ilości nieprzekraczającej 0,3 grama na litr;

- 16) siarczynu sodu;
- 17) siarczynu wapnia;
- 18) wodorosiarczynu potasu lub pirosiarczynu potasu;
- 19) wodorosiarczynu sodu;
- 20) wodorosiarczynu wapnia.

§ 4. 1. W procesie oczyszczania fermentowanych napojów winiarskich dopuszcza się zastosowanie jednej lub kilku z następujących substancji:

- 1) albuminy jaja kurzego lub albuminy mleka;
- 2) bentonitu;
- 3) chitosanu;
- 4) dwutlenku krzemu w postaci żelu lub układu koloidalnego;
- 5) enzymów amylolitycznych;
- 6) enzymów pektynolitycznych;
- 7) fitynianów;
- 8) kaolinu;
- 9) karuku;
- 10) kazeiny lub kazeinianu potasu;
- 11) poliwinylpolipirolidonu (PVPP) w ilości nieprzekraczającej 80 gramów na hektolitr;
- 12) taniny;
- 13) węgla drzewnego;
- 14) żelatyny spożywczej;
- 15) żelazocyjanku potasu.

2. Fermentowany napój winiarski po oczyszczeniu żelazocyjankiem potasu zawiera śladowe ilości żelaza i nie może zawierać cyjanków.

§ 5. 1. W procesie zakwaszania albo odkwaszania fermentowanych napojów winiarskich dopuszcza się zastosowanie jednej lub kilku z następujących substancji:

- 1) kwasu cytrynowego;
- 2) kwasu jabłkowego;

- 3) kwasu mlekowego;
- 4) kwasu winowego L(+);
- 5) węglanu wapnia.

2. W procesie odkwaszania fermentowanych napojów winiarskich dopuszcza się zastosowanie bakterii fermentacji mlekowej.

§ 6. W trakcie leżakowania lub stabilizacji fermentowanych napojów winiarskich dopuszcza się zastosowanie jednej lub kilku z następujących substancji:

- 1) argonu lub azotu;
- 2) beta-glukanazy;
- 3) dwutlenku siarki;
- 4) dwutlenku węgla;
- 5) kwasu cytrynowego;
- 6) kwasu winowego racemicznego;
- 7) lizozymu;
- 8) pirosiarczynu sodu;
- 9) siarczynu miedzi;
- 10) siarczynu sodu;
- 11) siarczynu wapnia;
- 12) taniny;
- 13) wiórków z drewna drzew liściastych;
- 14) wodorosiarczynu sodu;
- 15) wodorosiarczynu wapnia.

§ 7. Przed dokonaniem rozlewu fermentowanych napojów winiarskich lub w jego trakcie dopuszcza się zastosowanie jednej lub kilku z następujących substancji:

- 1) dwutlenku siarki;
- 2) dwutlenku węgla;
- 3) gumy arabskiej;
- 4) kwasu askorbinowego;
- 5) kwasu metawinowego;

- 6) kwasu sorbowego;
- 7) pektyny;
- 8) pirosiarczynu potasu;
- 9) pirosiarczynu sodu;
- 10) siarczynu sodu;
- 11) siarczynu wapnia;
- 12) sorbinianu potasu;
- 13) sorbinianu wapnia;
- 14) wodorosiarczynu potasu;
- 15) wodorosiarczynu sodu;
- 16) wodorosiarczynu wapnia;
- 17) dwuwęglanu dimetylu.

§ 8. Analizę fermentowanych napojów winiarskich do celów urzędowej kontroli w zakresie jakości handlowej przeprowadza się następującymi metodami:

- 1) oznaczania gęstości w temperaturze 20 °C, która jest określona w załączniku nr 2 do rozporządzenia;
- 2) oznaczania zawartości alkoholu w procentach objętościowych, która jest określona w załączniku nr 3 do rozporządzenia;
- 3) oznaczania zawartości ekstraktu ogólnego, która jest określona w załączniku nr 4 do rozporządzenia;
- 4) oznaczania zawartości cukrów redukujących oraz cukrów redukujących po inwersji, które są określone w załączniku nr 5 do rozporządzenia;
- 5) oznaczania zawartości popiołu, która jest określona w załączniku nr 6 do rozporządzenia;
- 6) oznaczania kwasowości ogólnej, która jest określona w załączniku nr 7 do rozporządzenia;
- 7) oznaczania kwasowości lotnej, która jest określona w załączniku nr 8 do rozporządzenia.

§ 9. Dopuszcza się przeprowadzenie analizy fermentowanych napojów

winiarskich do celów urzędowej kontroli w zakresie jakości handlowej metodami innymi niż określone w rozporządzeniu, jeżeli stosowanie innych metod zapewnia porównywalną powtarzalność i odtwarzalność wyników analiz, z tym że za ostateczny uznaje się wynik analizy przeprowadzonej metodą określoną w rozporządzeniu.

§ 10. Traci moc rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 2 maja 2005 r. w sprawie szczegółowego sposobu wyrobu fermentowanych napojów winiarskich oraz metod analiz tych napojów do celów urzędowej kontroli pod względem jakości handlowej (Dz. U. Nr 88, poz. 748, z 2008 r. Nr 133, poz. 846 oraz z 2009 r. Nr 199, poz. 1535).

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

Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi

Załączniki do rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju
Wsi z dnia 2012 r. (poz.).

Załącznik nr 1

**RODZAJE SOKÓW SUROWYCH UŻYWANYCH DO SPORZĄDZANIA NASTAWÓW
NA FERMENTOWANE NAPOJE WINIARSKIE ORAZ MINIMALNA ZAWARTOŚĆ
EKSTRAKTU OGÓLNEGO W TYCH SOKACH OZNACZANA
REFRAKTOMETRYCZNIE**

Nazwa owocu lub rośliny z której przygotowuje się sok surowy	Zawartość ekstraktu ogólnego \geq (w % mas)	Kwasowość ogólna w przeliczeniu na kwas jabłkowy \geq (w g/100 ml).
Agrest	7	1,5
Aronia	14	0,65
Berberys	15	2,5
Borówka brusznica	7	1,8
Borówka czernica	7	0,8
Borówka wysoka	12	0,5
Bez czarny	7	0,8
Brzoskwinia	9	0,8
Czereśnia	10	0,6
Dereń	9	1,3
Głóg	6	0,5
Gruszka	10	0,3
Jabłko	9,5	0,5
Jabłko przechowalnicze	9,5	0,3
Jarzębina	12	1,2
Jeżyna	7	0,8
Malina	6,5	1,1
Malina leśna	6	1,2
Mirabelka	10	0,7
Morela	12	1,3
Pigwa	10	1,2
Porzeczka biała i czerwona	8	1,5

Porzeczka czarna	6	1,8
Poziomka	7	0,8
Rokitnik	8	2,0
Dzika róża	10	0,7
Śliwka	12	0,7
Tarnina	9	1,5
Truskawka	6	0,7
Wiśnia	8	1,0
Żurawina	7	2,6
Winogrona ¹⁾	10	0,8
Pozostałe	10	0,7

Uwagi:

1. W przypadku innej niż podana zawartość ekstraktu ogólnego w danym soku – sok surowy (moszcz), sok owocowy lub sok owocowy zagęszczony przelicza się na ekstrakt soku surowego do podanej w niniejszym załączniku minimalnej zawartości ekstraktu ogólnego dla danego soku.

2. W przypadku owoców, do tłoczenia których niezbędny jest dodatek wody, ekstrakt uzyskanego produktu tłoczenia przelicza się na sok surowy.

3. W przypadku użycia do wyrobu fermentowanych napojów winiarskich soków surowych o zawartości alkoholu powyżej 1 % objętościowego, zawarty w nich alkohol, pochodzący z procesu fermentacji, przelicza się na zawartość ekstraktu ogólnego podaną dla danego soku, licząc że 1 % objętościowy alkoholu uzyskuje się w wyniku fermentacji 17 gramów cukrów w litrze.

¹⁾ Należące do gatunku *Vitis vinifera L.* lub krzyżówek winorośli właściwej z innymi gatunkami rodzaju *Vitis L.*, nie będących odmianami Noah, Othello, Isabelle, Jacques, Clinton i Herbemont

OZNACZANIE GĘSTOŚCI W TEMPERATURZE 20 °C

Oznaczanie gęstości w temperaturze 20 °C za pomocą gęstościomierza oscylacyjnego polega na pomiarze okresu drgań kapilary napełnionej badaną próbką fermentowanego napoju winiarskiego. Okres drgań kapilary jest zależny od gęstości badanej próbki.

1. Sprzęt

Do oznaczania stosuje się gęstościomierz oscylacyjny, zatwierdzony przez Główny Urząd Miar, umożliwiający odczyt gęstości w gramach na mililitr, o rozdzielczości nie mniejszej niż 0,0001 g/ml.

2. Wykonanie oznaczenia

Pomiar wykonuje się za pomocą skalibrowanego w temperaturze 20 °C gęstościomierza oscylacyjnego, zgodnie z instrukcją obsługi. Następnie odczytuje się gęstość fermentowanego napoju winiarskiego. Wynik podaje się z dokładnością do 0,0001 g/ml.

3. Powtarzalność metody

Powtarzalność jest to wartość, poniżej której powinna, z określonym prawdopodobieństwem, znajdować się wartość bezwzględna różnicy między wynikami dwóch pojedynczych oznaczeń, uzyskanych dla tej samej próbki, w tych samych warunkach pomiarowych (przez tego samego analityka, w tym samym laboratorium, za pomocą tej samej aparatury i w krótkim odstępie czasu).

W przypadku oznaczania gęstości za pomocą gęstościomierza oscylacyjnego powtarzalność metody wynosi 0,0001 g/ml.

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI ALKOHOLU W PROCENTACH OBJĘTOŚCIOWYCH

Oznaczanie zawartości alkoholu w procentach objętościowych polega na wykonaniu destylacji fermentowanego napoju winiarskiego, uprzednio zalkalizowanego za pomocą zawiesiny wodorotlenku wapnia, i oznaczeniu gęstości destylatu za pomocą gęstościomierza oscylacyjnego. Zawartość alkoholu odczytuje się z tabel alkoholometrycznych.

1. Aparatura i sprzęt

Do oznaczania zawartości alkoholu stosuje się sprzęt laboratoryjny, w szczególności:

- 1) zestaw do destylacji składający się z litrowej kolby okrągłodennej ze szlifem, nasadki destylacyjnej o wysokości około 20 cm lub innego urządzenia zapobiegającego rozpryskiwaniu cieczy, źródła ciepła, chłodnicy zakończonej przedłużaczem doprowadzającym destylat na dno kolby miarowej;
- 2) zestaw do destylacji z parą wodną, składający się z wytwornicy pary, przewodu pary, nasadki destylacyjnej i chłodnicy;
- 3) gęstościomierz oscylacyjny, zatwierdzony przez Główny Urząd Miar, umożliwiający odczyt gęstości w gramach na mililitr, o rozdzielczości nie mniejszej niż 0,0001 g/ml;
- 4) ultratermostat lub inne urządzenie do termostatowania próbek, zapewniające utrzymanie temperatury na poziomie $20 \pm 0,2$ °C.

Dopuszcza się użycie dowolnego typu aparatu do destylacji bez pary wodnej lub z parą wodną, o ile spełnia wymagania testu polegającego na przeprowadzeniu pięciu kolejnych destylacji mieszaniny alkoholowo-wodnej o zawartości alkoholu 10 % obj., przy czym zawartość alkoholu w destylacie po pięciu destylacjach powinna wynosić co najmniej 9,9 % obj.

2. Odczynniki

Zawiesina wodorotlenku wapnia, którą otrzymuje się przez stopniowe dodawanie do 120 g wapnia niegaszonego (CaO) jednego litra wody o temperaturze od 60 °C do 70 °C.

Dopuszcza się również stosowanie zakupionych gotowych odczynników, pod warunkiem że posiadają aktualne świadectwa jakości lub atesty.

3. Przygotowanie próbki

Z fermentowanego napoju winiarskiego usuwa się większość dwutlenku węgla przez mieszanie próbki fermentowanego napoju winiarskiego o objętości od 250 ml do 300 ml w kolbie o pojemności 500 ml lub umieszczając w łaźni ultradźwiękowej.

Następnie w kolbie miarowej na 200 ml umieszcza się około 1 ml ponad kreskę miarową fermentowanego napoju winiarskiego, wstawia do ultratermostatu ustawionego na 20 °C na ok 10 min. i po wytermostatowaniu próbki zlewa się nadmiar ponad kreski i przenosi się do kolby destylacyjnej. Kolbę miarową przemywa się czterokrotnie 5-mililitrowymi porcjami wody, zlewając każdą z tych porcji do kolby destylacyjnej lub do przewodu pary. Do kolby destylacyjnej wprowadza się przewód pary zestawu do destylacji z parą wodną. Następnie dodaje się 10 ml zawiesiny wodorotlenku wapnia i kilka odłamków pumeksu lub innego obojętnego materiału porowatego.

Destylat zbiera się w tej samej 200 ml kolbie miarowej, której użyto do odmierzenia fermentowanego napoju winiarskiego. Destylat zbiera się w ilości około 150 ml w przypadku destylacji bez pary wodnej lub od 198 do 199 ml w przypadku destylacji z parą wodną. Następnie destylat uzupełnia się wodą destylowaną do 200 ml, przy czym temperatura destylatu nie może odbiegać od temperatury początkowej o więcej niż ± 2 °C.

Destylat miesza się w kolbie kolistymi ruchami. Mieszania destylatu dokonuje się bardzo ostrożnie.

W przypadku fermentowanego napoju winiarskiego zawierającego bardzo duże ilości jonów amonowych destylat poddaje się powtórnej destylacji, zastępując zawiesinę wodorotlenku wapnia 0,1-molowym roztworem kwasu siarkowego.

Dopuszczalne jest również przeprowadzanie destylacji przy użyciu aparatu do szybkiej destylacji.

4. Wykonanie oznaczania

Gęstość (pt) destylatu oznacza się w sposób, który jest określony w załączniku nr 2 do rozporządzenia.

5. Obliczanie wyniku oznaczania

Zawartość alkoholu w temperaturze 20 °C odczytuje się przy użyciu tabel alkoholometrycznych zawartych w rozporządzeniu Ministra Gospodarki z dnia 25 maja 2006 r. w sprawie liczbowych danych odniesienia dla mieszanin alkoholu etylowego i wody (Dz. U. Nr 106, poz. 716).

6. Powtarzalność metody

Powtarzalność jest to wartość, poniżej której powinna, z określonym prawdopodobieństwem, znajdować się wartość bezwzględna różnicy między wynikami dwóch pojedynczych oznaczeń, uzyskanych dla tej samej próbki, w tych samych warunkach pomiarowych (przez tego samego analityka, w tym samym laboratorium, za pomocą tej samej aparatury i w krótkim odstępie czasu).

W przypadku oznaczania zawartości alkoholu powtarzalność (r) wynosi: $r = 0,10 \%$ obj.

7. Odtwarzalność metody

Odtwarzalność jest to wartość, poniżej której powinna, z określonym

prawdopodobieństwem, znajdować się wartość bezwzględna różnicy między wynikami dwóch pojedynczych oznaczeń, uzyskanych dla tej samej próbki, w różnych warunkach pomiarowych (przez innego analityka, w innym laboratorium, za pomocą innej aparatury i w innym czasie).

W przypadku oznaczania zawartości alkoholu odtwarzalność (R) wynosi: $R = 0,19$ % obj.

Zawartość alkoholu etylowego należy podać w % obj. z dokładnością do jednego miejsca po przecinku.

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI EKSTRAKTU OGÓLNEGO

Ekstrakt ogólny jest to zawartość wszystkich substancji nietlotnych.

Ekstrakt bezcukrowy jest to różnica pomiędzy ekstraktem ogólnym a zawartością cukrów redukujących i sacharozy.

1. Wykonanie oznaczania

Zawartość ekstraktu ogólnego oblicza się na podstawie gęstości fermentowanego napoju winiarskiego pozbawionego alkoholu.

Zawartości ekstraktu ogólnego w g/l są podane w tabeli niniejszego załącznika.

2. Obliczanie wyniku

Gęstość względną (d_1) fermentowanego napoju winiarskiego pozbawionego alkoholu oblicza się według wzoru:

$$d_1 = d_v - d_a + 1,000,$$

gdzie:

d_v – oznacza gęstość względną fermentowanego napoju winiarskiego w temperaturze 20 °C (z poprawką na kwasowość lotną),

$d_v = d_{20}^{20} - 0,0000086$ kwasowości lotnej wyrażonej w miligramorównoważnikach na litr,

d_a – oznacza gęstość w temperaturze 20 °C mieszaniny wodno-alkoholowej o tej samej zawartości alkoholu co fermentowany napój winiarski.

d_v można obliczać również na podstawie gęstości w temperaturze 20 °C fermentowanego napoju winiarskiego (ρ_v) i mieszaniny wodno-alkoholowej (ρ_a) o tej samej zawartości alkoholu według wzoru:

$$d_v = 1,0018 (\rho_v - \rho_a) + 1,000, \text{ gdzie są wyjaśnione } \rho_v \text{ i } \rho_a.$$

gdzie współczynnik 1,0018 zaokrągla się do jedności, gdy wartość d_v jest mniejsza od 1,05, co ma miejsce w większości przypadków.

Do obliczenia zawartości ekstraktu ogólnego w g/l na podstawie gęstości względnej d_1 fermentowanego napoju winiarskiego pozbawionego alkoholu lub na podstawie ciężaru właściwego d_{20}^{20} fermentowanego napoju winiarskiego stosuje się wartości określone w tabeli niniejszego załącznika.

Zawartość ekstraktu ogólnego ustala się w g/l z dokładnością do jednego miejsca po przecinku.

TABELA
Obliczanie zawartości ekstraktu ogólnego w g/l

Gęstość z dokładnością do drugiego miejsca po przecinku	Trzecie miejsce po przecinku wartości gęstości względnej									
	Gramy ekstraktu na litr									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1,00	0,0	2,6	5,1	7,7	10,3	12,9	15,4	18,0	20,6	23,2
1,01	25,8	28,4	31,0	33,6	36,2	38,8	41,3	43,9	46,5	49,1
1,02	51,7	54,3	56,9	59,5	62,1	64,7	67,3	69,9	72,5	75,1
1,03	77,7	80,3	82,9	85,5	88,1	90,7	93,3	95,9	98,5	101,1
1,04	103,7	106,3	109,0	111,6	114,2	116,8	119,4	122,0	124,6	127,2
1,05	129,8	132,4	135,0	137,6	140,3	142,9	145,5	148,1	150,7	153,3
1,06	155,9	158,6	161,2	163,8	166,4	169,0	171,6	174,3	176,9	179,5
1,07	182,1	184,8	187,4	190,0	192,6	195,2	197,8	200,5	203,1	205,8
1,08	206,4	211,0	213,6	216,2	218,9	221,5	224,1	226,8	229,4	232,0
1,09	234,7	237,3	239,9	242,5	245,2	247,8	250,4	253,1	255,7	258,4
1,10	261,0	263,6	266,3	268,9	271,5	274,2	276,8	279,5	282,1	284,8
1,11	287,4	290,0	292,7	295,3	298,0	300,6	303,3	305,9	308,6	311,2
1,12	313,9	316,5	319,2	321,8	324,5	327,1	329,8	332,4	335,1	337,8
1,13	340,4	343,0	345,7	348,3	351,0	353,7	356,3	359,0	361,6	364,3

1,14	366,9	369,6	372,3	375,0	377,6	380,3	382,9	385,6	388,3	390,9
1,15	393,6	396,2	398,9	401,6	404,3	406,9	409,6	412,3	415,0	417,6
1,16	420,3	423,0	425,7	428,3	431,0	433,7	436,4	439,0	441,7	444,4
1,17	447,1	449,8	452,4	455,2	457,8	460,5	463,2	465,9	468,6	471,3
1,18	473,9	476,6	479,3	482,0	484,7	487,4	490,1	492,8	495,5	498,2
1,19	500,9	503,5	506,2	508,9	511,6	514,3	517,0	519,7	522,4	525,1
1,20	527,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Czwarte miejsce po przecinku wartości ciężaru właściwego									
	Gramy ekstraktu na litr, które należy dodać									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	-	0,3	0,5	0,8	1,0	1,3	1,6	1,8	2,1	2,3

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CUKRÓW REDUKUJĄCYCH ORAZ CUKRÓW REDUKUJĄCYCH PO INWERSJI

Część I. Oznaczanie zawartości cukrów redukujących oraz cukrów redukujących po inwersji w fermentowanych napojach winiarskich innych niż miody pitne (metoda Luff-Schoorla)

Metoda ilościowego oznaczania cukrów redukujących i cukrów redukujących po inwersji w fermentowanych napojach winiarskich polega na redukcji soli miedziowej przez cukry redukujące.

Cukry redukujące – cukry zawierające wolne grupy karbonylowe zdolne do redukcji alkalicznych roztworów soli miedziowych.

Cukry redukujące po inwersji – suma cukrów redukujących i cukrów redukujących powstałych w wyniku hydrolizy kwasowej (inwersji).

Sacharoza – różnica cukrów redukujących po inwersji i cukrów redukujących przeliczona na zawartość sacharozy.

1. Przygotowanie próbki do analizy:

- 1) próbkę pobiera się z fermentowanego napoju winiarskiego o temperaturze $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$;
- 2) w przypadku fermentowanych napojów winiarskich musujących lub musujących gazowanych, z próbki należy usunąć dwutlenek węgla przez silne, kilkukrotne wytrząsanie w kolbie lub przez umieszczenie kolby w łaźni ultradźwiękowej;
- 3) w przypadku obecności osadu lub zmętnienia fermentowanego napoju winiarskiego pobraną próbkę przesącza się przez karbowany sączek lub odwirowuje;
- 4) przy oznaczaniu cukrów redukujących lub cukrów redukujących po inwersji, pobrany do analizy fermentowany napój winiarski rozcieńcza się, tak aby zawartość

cukru w badanym roztworze wynosiła nie więcej niż 2,4 g/l.

2. Przygotowanie roztworu cukru

2.1. Odczynniki:

- 1) kwas chlorowodorowy (HCl), roztwór stężony, ($d = 1,19 \text{ g/ml}$);
- 2) oranż metylowy;
- 3) roztwór octanu ołowiu(II) przygotowany w następujący sposób: 200 g tlenku ołowiu (PbO) rozciera się w moździerzu z 600 g octanu ołowiu 3-wodnego $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Po dokładnym wymieszaniu całość przenosi się do zlewki o pojemności 1 000 ml, dodaje ok. 100 ml wody destylowanej i podgrzewa na łaźni wodnej aż do uzyskania biało-czerwonawej masy. Następnie uzyskaną masę przenosi się do zlewki o pojemności większej niż 2 000 ml, dodaje się 1 900 ml wody destylowanej i po dokładnym wymieszaniu pozostawia roztwór do odstania zawiesiny. Następnie dekantuje się płyn do szklanej butelki z korkiem na szlif;
- 4) siarczan sodu (Na_2SO_4), roztwór o stężeniu 200 g/l;
- 5) wodorotlenek sodu (NaOH), roztwór o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ i roztwór o stężeniu 200 g/l.

2.2. Aparatura i sprzęt:

- 1) kolby miarowe o pojemności 100, 250, 500 i 1 000 ml;
- 2) łaźnia wodna;
- 3) minutnik;
- 4) moździerz;
- 5) parownice;
- 6) pipety jednomiarowe lub wielomiarowe o pojemności 5, 10, 20, 25, 50 i 100 ml;
- 7) termometr laboratoryjny o zakresie pomiaru temperatury od $0 \text{ }^\circ\text{C}$ do $100 \text{ }^\circ\text{C}$;
- 8) zlewki szklane o pojemności 1 000 ml;
- 9) zlewki szklane o pojemności 3 000 ml.

2.3. Usuwanie związków lotnych i klarowanie próbki

Aby usunąć związki lotne, wlewa się 25 ml próbki do parownicy, zobojętnia się wodorotlenkiem sodu o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ wobec papierka lakmusowego. Następnie odparowuje na łaźni wodnej do uzyskania około połowy poprzedniej objętości. Przenosi ilościowo do kolby miarowej o pojemności 100 ml, popłukując cały czas parownicę wodą destylowaną (łącznie ilość użytej wody destylowanej wynosi około 50 ml). W celu sklarowania próbki dodaje się 2,5 ml roztworu octanu ołowiu(II) i dokładnie miesza. Następnie dodaje się 10 ml siarczanu sodu (kroplami), uzupełnia kolbę wodą destylowaną do uzyskania 100 ml. Po wymieszaniu odstawia się na 30 minut. Następnie zawartość kolby przesącza się przez sączonek karbowany, a uzyskany przesącz używa się do oznaczania cukrów redukujących lub cukrów redukujących po inwersji.

2.4. Hydroliza kwasowa (inwersja)

W zależności od zastosowanego rozcieńczenia pobiera się przesącz uzyskany po sklarowaniu próbki i przenosi do kolby miarowej o pojemności 100, 200, 250 albo 500 ml. Następnie dodaje się wodę destylowaną w taki sposób, aby na każde 5 ml kwasu chlorowodorowego łączna objętość pobranego przesącza i dodanej wody destylowanej wynosiła 75 ml. Do kolby wkłada się termometr rtęciowy, tak aby przez cały czas był zanurzony w próbce. Kolbę wraz z termometrem umieszcza się w łaźni wodnej, podgrzewa do temperatury od 68 do 70 °C i utrzymuje w tej temperaturze przez 5 minut. Następnie próbkę w kolbie szybko schładza się do temperatury 20 °C, wyjmując termometr, który dokładnie opłukuje się wodą destylowaną, która trafia do kolby. Do kolby ostrożnie dodaje się od 1 do 2 kropli oranżu metylowego (zobojętnia się roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 200 g/l) do momentu pojawienia się barwy żółtej (świadczącej o odczynie słabo alkalicznym), a następnie dopełnia użytą kolbkę wodą destylowaną do kreski.

W przypadku próbek niewymagających klarowania lub próbek, w których oznacza

się tylko cukry redukujące, pobiera się od 10 do 50 ml fermentowanego napoju winiarskiego (w zależności od koniecznego rozcieńczenia) do kolby miarowej o pojemności 100, 200, 250 albo 500 ml i dopełnia wodą destylowaną w zależności od jej pojemności do 100, 200, 250 albo 500 ml.

3. Wykonanie oznaczenia

Metoda oznaczenia polega na redukcji soli miedzi(II) roztworem cukru, a następnie jodometrycznym oznaczeniu miedzi.

3.1. Odczynniki:

- 1) roztwór Luff-Schoorla (zasadowy roztwór soli miedziowej); przygotowuje się trzy roztwory:
 - a) 25 g krystalicznego siarczanu(VI) miedzi(II) pięciowodnego ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) rozpuszczonego w 100 ml wody destylowanej,
 - b) 388 g krystalicznego węglanu sodu dziesięciowodnego ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) lub 143,74 g bezwodnego węglanu sodu (Na_2CO_3) rozpuszczonego w 350 ml wody destylowanej o temperaturze 40 °C,
 - c) 50 g kwasu cytrynowego ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) rozpuszczonego w 50 ml wody destylowanej – roztwory węglanu sodu i kwasu cytrynowego ostrożnie miesza się ze sobą w kolbie miarowej o pojemności 1 000 ml, dodaje roztwór siarczanu(VI) miedzi(II), a następnie miesza i dopełnia wodą destylowaną do 1 000 ml. Po kilku dniach ciecz o barwie ciemnoniebieskiej należy przesączyć;
- 2) roztwór jodku potasu (KJ) o stężeniu 300 g/l;
- 3) roztwór 25 % kwasu siarkowego (VI) (H_2SO_4);
- 4) roztwór skrobi rozpuszczalnej o stężeniu 5 g/l;
- 5) roztwór mianowany tiosiarczanu sodu o stężeniu $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Dopuszcza się również stosowanie zakupionych gotowych odczynników, pod warunkiem że posiadają aktualne świadectwa jakości lub atesty.

3.2. Aparatura i sprzęt:

- 1) biurety o pojemności 50 ml z podziałką elementarną o dokładności nie mniejszej niż 0,1 ml;
- 2) chłodnice Liebiga z korkiem gumowym;
- 3) kolby miarowe o pojemności 1 000 ml;
- 4) kolby stożkowe o pojemności 300 ml;
- 5) lejki szklane;
- 6) pipety jednomiarowe lub wielomiarowe o pojemności 2, 10 i 25 ml.

3.3. Oznaczenie próbki fermentowanego napoju winiarskiego (próbki właściwej)

Do kolby stożkowej o pojemności 300 ml wlewa się pipetą 25 ml roztworu Luff-Schoorla i 25 ml roztworu cukru, przygotowanego zgodnie z ust. 2, a następnie dodaje się kilka perełek szklanych albo odłamków porcelany lub pumeksu. Na kolbę nakłada się chłodnicę zwrotną i ogrzewa. Zawartość kolby należy doprowadzić do wrzenia w ciągu 2 minut i utrzymywać w tym stanie dokładnie przez 10 minut. Następnie kolbę należy szybko schłodzić w strumieniu zimnej wody. Do ochłodzonego roztworu dodaje się 10 ml roztworu jodku potasu i bardzo ostrożnie (z powodu silnego pienienia się roztworu) dodaje się 25 ml roztworu kwasu siarkowego. Wydzielony jod miareczkuje się roztworem tiosiarczanu sodu do momentu pojawienia się żółtego zabarwienia. Następnie dodaje się 2 ml roztworu skrobi i dalej miareczkuje się tym samym roztworem tiosiarczanu sodu do uzyskania zmiany barwy z niebieskiej na kremową.

3.4. Oznaczenie próbki ślepej

Równocześnie z oznaczaniem próbki właściwej wykonuje się oznaczenie próbki ślepej. W tym celu do oznaczenia próbki ślepej zamiast próbki fermentowanego napoju winiarskiego pobiera się 25 ml wody destylowanej. Oznaczenie próbki ślepej przeprowadza się dokładnie w taki sam sposób jak oznaczenie próbki właściwej.

4. Obliczanie wyniku oznaczenia

Ilość cukrów w miligramach zawarta w próbce w przeliczeniu na cukier inwertowany podana w tabeli do niniejszego załącznika jest funkcją ilości (n' - n) ml zużytego tiosiarczanu sodu,

gdzie:

n – oznacza ilość ml zużytego tiosiarczanu sodu w próbce badanej,

n' – oznacza ilość ml tiosiarczanu sodu zużytego w próbie ślepej.

Obliczenie zawartości cukrów redukujących lub cukrów redukujących po inwersji w gramach na litr fermentowanego napoju winiarskiego, wyrażoną jako cukier inwertowany, wykonuje się stosując następujący wzór:

$$X = \frac{C \cdot B \cdot A}{1\ 000} = \frac{C \cdot A}{25}$$

gdzie:

A – oznacza stopień rozcieńczenia fermentowanego napoju winiarskiego,

B – oznacza stopień rozcieńczenia badanej próbki,

C – oznacza masę cukru inwertowanego odczytaną z tabeli do niniejszego załącznika (wyrażoną w miligramach),

1 000 – oznacza współczynnik do przeliczenia masy cukru inwertowanego z miligramów na gramy.

5. Obliczanie zawartości sacharozy

Zawartość sacharozy (Y) w gramach na litr oblicza się, stosując następujący wzór:

$$Y = 0,95 (C_i - C_r),$$

gdzie:

C_i – oznacza zawartość cukrów redukujących po inwersji, w g/l,

C_r – oznacza zawartość cukrów redukujących, w g/l.

6. Wyrażanie wyniku oznaczenia

Wynikiem oznaczenia jest średnia arytmetyczna dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie powinna być większa niż:

- 1) 5 % dla fermentowanych napojów winiarskich o zawartości cukrów do 50 g/l;
- 2) 2 % dla fermentowanych napojów winiarskich o zawartości cukrów 50 g/l lub wyższej.

Wynik podaje się z dokładnością do pierwszego miejsca po przecinku.

TABELA

Zużycie tiosiarczanu i odpowiadające mu ilości cukru w metodzie Luff-Schoorla

	Ilości cukru - glukozy lub fruktozy w mg									
Na ₂ S ₂ O ₃ mol/l	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
w ml	ml Na ₂ S ₂ O ₃ mol/l									
1	2,40	2,64	2,88	3,12	3,36	3,60	3,84	4,08	4,32	4,56
2	4,80	5,04	5,28	5,52	5,76	6,00	6,24	6,48	6,72	6,96
3	7,20	7,45	7,70	7,95	8,20	8,45	8,70	8,95	9,20	9,45
4	9,70	9,95	10,20	10,45	10,70	10,95	11,20	11,45	11,70	11,95
5	12,20	12,45	12,70	12,95	13,20	13,45	13,70	13,95	14,20	14,45
6	14,70	14,95	15,20	15,45	15,70	15,95	16,20	16,45	16,70	16,95
7	17,20	17,45	17,72	17,98	18,24	18,50	18,76	19,02	19,28	19,54
8	19,80	20,06	20,32	20,58	20,84	21,10	21,36	21,62	21,88	22,14
9	22,40	22,66	22,92	23,18	23,44	23,70	23,96	24,22	24,48	24,74

10	25,00	25,26	25,52	25,78	26,04	26,30	26,56	26,82	27,08	27,34
11	27,60	27,86	28,12	28,38	28,64	28,90	29,16	29,42	29,68	29,94
12	30,30	30,57	30,84	31,11	31,38	31,65	31,92	32,19	32,46	32,73
13	33,00	33,27	33,54	33,81	34,08	34,35	34,62	34,89	35,16	35,43
14	35,70	35,97	36,24	36,51	36,78	37,05	37,32	37,59	37,86	38,13
15	38,50	38,78	39,06	39,34	39,62	39,90	40,18	40,46	40,74	41,02
16	41,30	41,58	41,86	42,14	42,42	42,70	42,98	43,26	43,54	43,82
17	44,20	44,49	44,78	45,07	45,36	45,65	45,94	46,23	46,52	46,81
18	47,10	47,39	47,68	47,97	48,26	48,55	48,84	49,13	49,42	49,71
19	50,00	50,29	50,58	50,87	51,16	51,45	51,74	52,03	52,32	52,61
20	53,00	53,30	53,60	53,90	54,20	54,50	54,80	55,10	55,40	55,70
21	56,00	56,30	56,60	56,90	57,20	57,50	57,80	58,10	58,40	58,70
22	59,10	59,41	59,72	60,03	60,34	60,65	60,96	61,27	61,58	61,89
23	62,20	62,51	62,92	63,13	63,44	63,75	64,06	64,37	64,68	64,99

Część II. Oznaczanie zawartości cukrów redukujących oraz cukrów redukujących po inwersji w miodach pitnych (metoda Lane - Eynona)

Metoda Lane - Eynona polega na bezpośrednim miareczkowaniu określonej ilości soli miedziowej badanym roztworem cukru wobec błękitu metylenowego jako wskaźnika końca reakcji.

Cukry bezpośrednio redukujące – suma zawartych w miodzie pitnym cukrów zawierających wolne grupy karbonylowe, redukujące zasadowe roztwory soli miedziowych.

Cukry redukujące po inwersji – suma cukrów bezpośrednio redukujących zawartych w miodzie pitnym i cukrów redukujących wytworzonych w procesie hydrolizy kwasowej (inwersji).

Sacharoza – różnica zawartych w miodzie pitnym cukrów redukujących po inwersji i cukrów bezpośrednio redukujących.

1. Aparatura i sprzęt:

- 1) biureta szklana do miareczkowania na gorąco o dokładności co najmniej 0,1 ml;
- 2) cylindry miarowe o pojemności 50 i 100 ml;
- 3) kolby miarowe o pojemności 100, 200, 250, 500 i 1000 ml;
- 4) pipety jednomiarowe lub wielomiarowe o pojemności 1, 5, 10, 20, 25, 50 i 100 ml;
- 5) zlewki szklane laboratoryjne o pojemności 1000 ml i powyżej 2000 ml;
- 6) maszynka elektryczna umożliwiająca utrzymanie próbki w stanie wrzenia podczas miareczkowania;
- 7) pehametr o dokładności 0,01 jednostki;
- 8) waga analityczna, umożliwiająca zważenie z dokładnością do 1 mg i odczyt do 0,1 mg;
- 9) łaźnia wodna;
- 10) termometr o zakresie pomiaru temperatury od 0° C do 100° C;
- 11) moździerz;
- 12) parownice dostosowane wielkością do otworów łaźni wodnej;
- 13) kolby stożkowe o pojemności 100 ml;
- 14) minutnik.

2. Odczynniki:

- 1) kwas chlorowodorowy (HCl), roztwór stężony (d= 1,19 g/ml);
- 2) oranż metylowy;

- 3) octan ołowiu(II) $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, który sporządza się w następujący sposób: 200 g tlenku ołowiu(II) rozciera się w moździerzu z 600 g octanu ołowiu(II) trójwodnego $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Mieszanę przenosi się do zlewki o pojemności 1000 ml, dodaje 100 ml wody destylowanej i podgrzewa na łaźni wodnej do uzyskania biało – czerwonej masy. Uzyskaną masę przenosi się do zlewki o pojemności większej niż 2000 ml, dodaje 1900 ml wody destylowanej, dokładnie miesza i po odstaniu się zawiesiny dekantuje się płyn do naczynia szklanego z korkiem na szlif;
- 4) siarczan sodowy (Na_2SO_4), roztwór o stężeniu 200 g/l;
- 5) wodorotlenek sodowy (NaOH), roztwór o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ i roztwór o stężeniu 200 g/l;
- 6) roztwór Fehlinga I, który sporządza się w następujący sposób: 69,28 g siarczanu miedziowego pięciowodnego ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) rozpuszcza się w około 600 ml wody destylowanej w kolbie pomiarowej o pojemności 1000 ml i uzupełnia objętość roztworu wodą destylowaną do kreski na kolbie. Sprawdza się stężenie uzyskanego roztworu. Sprawdzenie przeprowadza się w następujący sposób: odmierza się pipetą 10 ml roztworu Fehlinga I, dodaje 50 ml wody destylowanej, 1 ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$ i 20 ml roztworu jodku potasowego o stężeniu 100 g/l. Całość miareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego o stężeniu $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ w obecności skrobi jako wskaźnika. Miareczkowanie kończy się, gdy zanika niebieska barwa. 1 ml mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego odpowiada 24,968 mg siarczanu miedziowego ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Badany roztwór Fehlinga I jest prawidłowy, jeżeli do miareczkowania zostanie zużyte 27,7 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o stężeniu $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

W przypadku gdy podczas sprawdzenia zostanie zużyta inna objętość roztworu tiosiarczanu sodowego o stężeniu $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ niż 27,7 ml postępuje się w następujący sposób:

Przygotowuje się roztwór Fehlinga III (5 ml roztworu Fehlinga I + 5 ml roztworu Fehlinga II) odmierza się dokładnie pipetą, miesza bezpośrednio przed użyciem. Następnie przeprowadza się sprawdzenie roztworu Fehlinga III (5+5): odważa się

0,6045 g, z dokładnością do 0,0002 g czystej, zmielonej sacharozy, która została wysuszona przez 3 dni w eksykatorze. Odważkę sacharozy rozpuszcza się w niewielkiej ilości wody destylowanej i przenosi ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 250 ml, dodaje tyle wody, aby objętość roztworu w kolbie wynosiła około 50 ml, a następnie przeprowadza inwersję zgodnie z ust. 3 pkt 2 lit. c. Uzyskanym po inwersji roztworem wzorcowym cukrów miareczkuje się roztwór Fehlinga III (5+5), w sposób analogiczny jak przy wykonywaniu oznaczeń zgodnie z ust. 3 pkt 4. Roztwór Fehlinga III jest dokładnie sporządzony, jeżeli do jego miareczkowania zostanie zużyte 20 ml przyrządzonego wzorcowego roztworu cukrów. Jeżeli do zmiareczkowania roztworu Fehlinga III (5+5) zużyto mniej lub więcej niż 20 ml roztworu wzorcowego cukrów, oblicza się poprawkę zgodnie z wzorem:

$$K = \frac{20}{n}$$

gdzie:

n – objętość wzorcowego roztworu cukrów zużytego do zmiareczkowania roztworu Fehlinga III (5+5), ml.

Wielkość poprawki powinna mieścić się w granicach 0,9 – 1,1. Przez wartość mnoży się, w czasie wykonywania oznaczeń, liczbę ml roztworu cukrów badanych zużytych do zmiareczkowania roztworu Fehlinga III (5+5). Od ściśle określonej zawartości siarczanu miedziowego w roztworze Fehlinga I zależy prawidłowość wyników oznaczania.

W przypadku gdy wielkość poprawki nie mieści się w podanym zakresie przygotowuje się nowy roztwór Fehlinga I.

Dopuszcza się stosowanie gotowego odczynnika Fehlinga I, który sprawdza się w ten sam sposób co odczynnik przygotowany we własnym zakresie;

- 7) roztwór Fehlinga II, który sporządza się w następujący sposób: 346,0 g winianu sodowo-potasowego czterowodnego ($\text{NaKH}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) rozpuszcza się w około 700 ml wody destylowanej w kolbie pomiarowej o pojemności 1000 ml, dodaje się 100 g

wodorotlenku sodowego (NaOH) rozpuszczonego w około 200 ml wody destylowanej i zawartość kolby dopełnia wodą destylowaną do kreski na kolbie.

Dopuszcza się stosowanie gotowego odczynnika Fehlinga II;

8) błękit metylenowy, roztwór o stężeniu 10 g/l.

Jeśli w opisie metody nie określono innych wymagań dla odczynników stosuje się odczynniki o czystości cz.d.a.;

9) skrobia rozpuszczalna, roztwór 1 %, przygotowany w następujący sposób: odważa się 1 g skrobi z dokładnością do 0,01 g, dodaje się około 20 ml wody, miesza i tak przygotowany roztwór przenosi się ilościowo do zlewki z około 50 ml wrzącej wody. Całość gotuje się około 2 min. Po ostudzeniu zawartość zlewki przenosi się ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml, uzupełnia do kreski wodą destylowaną i dokładnie miesza.

3. Wykonanie oznaczenia:

1) przygotowanie próbki do oznaczania.

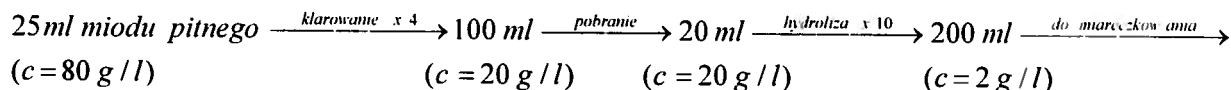
Butelkę z miodem pitnym poddaje się ocenie wizualnej. W przypadku stwierdzenia osadu na dnie butelki lub zmętnienia produktu, napój przesącza się przez karbowany sączek z bibuły lub odwirowuje. Informacje o wykonaniu tych czynności umieszcza się w opisie analizy. Temperatura próbek miodu pitnego przeznaczonych do analiz fizykochemicznych powinna wynosić 20 ± 2 °C. Nie pobiera się próbek do analizy z butelek wyjętych z szaf chłodniczych (lodówek);

2) przygotowanie roztworu cukru stosowanego do wykonania próby orientacyjnej i oznaczania właściwego:

a) rozcieńczenie próbki.

Podczas wykonywania oznaczania cukrów bezpośrednio redukujących i cukrów redukujących po inwersji pobraną do analizy próbkę miodu pitnego rozcieńcza się tak, aby zawartość cukrów w badanym roztworze wynosiła 1,0 – 4,0 g/l.

Przykładowe rozcieńczenie próbki:



b) usuwanie związków lotnych i klarowanie próbki.

W celu usunięcia związków lotnych przenosi się 25 ml próbki do parownicy i doprowadza pH roztworu do wartości około 6,0 – 7,0 wodorotlenkiem sodu o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ przy użyciu pehametru. W celu uniknięcia strat próbki po zubożeniu, przepłukuje się elektrodę wodą destylowaną. Następnie tak przygotowaną próbkę odparowuje się na wrzącej łaźni wodnej do uzyskania około połowy jej poprzedniej objętości. Potem próbkę przenosi się ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml, popłukując parownicę wodą destylowaną. Łączna ilość użytej do tego celu wody destylowanej wynosi około 50 ml. Następnie klaruje się próbkę, dodając 2,5 ml roztworu octanu ołowiu(II) i dodając kroplami 10 ml siarczanu sodu. Uzupelnia wodą destylowaną do kreski na kolbie, miesza i odstawia na około 30 minut. Następnie zawartość kolby przesącza przez sączek karbowany. Uzyskany w ten sposób przesącz używa się do oznaczania cukrów redukujących lub cukrów redukujących po inwersji,

c) hydroliza kwasowa (inwersja).

W zależności od spodziewanej zawartości cukrów pobiera się 5, 10, 20 lub 40 ml przesącza otrzymanego po sklarowaniu, uzyskując odpowiednio rozcieńczenia 20, 40, 80 lub 160 razy. Przenosi do kolby pomiarowej o pojemności 200 ml, uzupełnia wodą destylowaną do 80 ml oraz dodaje 5 ml kwasu chlorowodorowego stężonego. W kolbie umieszcza się termometr w ten sposób, aby cały czas był zanurzony w cieczy. Kolbę wraz z termometrem umieszcza się w łaźni wodnej, podgrzewa do temperatury $69 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ i utrzymuje w tej temperaturze przez 5 minut. Następnie płyn w kolbie szybko schładza się do temperatury $20 \text{ }^\circ\text{C}$ i wyjmuje termometr, dokładnie spłukując go wodą destylowaną. Do kolby dodaje się od 1 do 2 kropli oranżu metylowego, ostrożnie zubożnia roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 200 g/l do odczynu słabo

alkalicznego (barwa żółta) i zawartość kolby uzupełnia do kreski wodą destylowaną;

3) próba orientacyjna.

Do kolby stożkowej o pojemności 100 ml odmierza się pipetą po 5 ml roztworów Fehlinga I i II, a następnie dodaje z biurety 15 ml roztworu cukru przygotowanego w sposób określony w pkt 2. Zawartość kolby ogrzewa się do wrzenia i utrzymując w stanie wrzenia miareczkuje roztworem cukru z biurety do miareczkowania na gorąco. Kiedy ciecz nad osadem uzyska zabarwienie jasnoniebieskie dodaje od 1 do 2 kropli roztworu błękitu metylenowego i miareczkuje dalej do zaniku barwy niebieskiej;

4) oznaczenie właściwe.

Do kolby stożkowej o pojemności 100 ml odmierza się po 5 ml roztworów Fehlinga I i II. Dodaje z biurety objętość roztworu cukru przygotowanego w sposób określony w pkt 2, o 0,5 ml mniejszą od łącznej objętości próbki zużytej do zmiareczkowania próbki orientacyjnej. Szybko ogrzewa do wrzenia i łagodnie gotuje przez 2 minuty. Dodaje od 1 do 2 kropli roztworu błękitu metylenowego i utrzymując roztwór w stanie wrzenia kończy się miareczkowanie wrzącego płynu roztworem cukru z biurety przed upływem 1 minuty.

4. Obliczanie wyniku oznaczenia

Z tabeli odczytuje się równoważną masę cukru inwertowanego w badanym roztworze odpowiadającą ilości roztworu cukru zużytego do miareczkowania. Zawartość cukrów bezpośrednio redukujących lub cukrów redukujących po inwersji w g/l miodu pitnego, wyrażoną jako cukier inwertowany oblicza się zgodnie z wzorem:

$$X = \frac{C \cdot A \cdot \frac{1\ 000}{V}}{1\ 000} = \frac{C \cdot A}{V}$$

gdzie :

- V – oznacza ilość ml roztworu cukru zużytą do miareczkowania,
C – oznacza odczytaną z tabeli masę cukru inwertowanego w mg zredukowaną przez 10 ml roztworu Fehlinga (5+5 ml) przy użyciu V badanego roztworu cukru,
A – oznacza rozcieńczenie,
 $1\ 000/V$ – oznacza współczynnik uwzględniający przeliczenie wyniku na 1 l badanego roztworu cukru,
1 000 – oznacza współczynnik uwzględniający przeliczenie mg cukru inwertowanego na g.

5. Sposób wyrażenia wyniku i powtarzalność

Za wynik końcowy przyjmuje się średnią arytmetyczną z dwóch oznaczeń, wykonanych równolegle, przy czym dopuszczalne rozbieżności między tymi oznaczeniami nie powinny przekraczać:

- 1) dla miodów pitnych z zawartością cukrów do 50 g/l – 5 %;
- 2) dla miodów pitnych z zawartością cukrów nie mniejszą niż 50 g/l – 2 %.

Wynik podaje się z dokładnością do pierwszego miejsca po przecinku.

Tabela

Masa cukru inwertowanego w mg redukującego 10 ml roztworu Fehlinga (5+5 ml) odpowiadająca objętości badanego roztworu użytego do miareczkowania (V).

V (ml)	Masa cukru inwertowanego w mg									
	0,00	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50	0,60	0,70	0,80	0,90
15	50,50	50,51	50,52	50,53	50,54	50,54	50,55	50,56	50,57	50,58
16	50,59	50,60	50,61	50,62	50,63	50,64	50,65	50,66	50,67	50,68
17	50,70	50,70	50,71	50,71	50,72	50,72	50,73	50,73	50,74	50,74
18	50,75	50,75	50,76	50,76	50,77	50,77	50,78	50,78	50,79	50,79
19	50,80	50,81	50,82	50,83	50,84	50,84	50,85	50,86	50,87	50,88

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

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI POPIOŁU

Popiół to wszystkie substancje pozostające po spalaniu pozostałości po odparowaniu fermentowanego napoju winiarskiego. Spalanie przeprowadza się w taki sposób, aby wszystkie kationy (z wyjątkiem kationów amonowych) przeszły w formę węglanów lub innych bezwodnych soli nieorganicznych.

Pozostałość po odparowaniu fermentowanego napoju winiarskiego spala się w temperaturze od 500 °C do 550 °C.

1. Aparatura i sprzęt:

- 1) eksykator;
- 2) elektryczny piec muflowy o kontrolowanej temperaturze;
- 3) łaźnia z wrzącą wodą;
- 4) płyta grzejna lub promiennik w podczerwieni;
- 5) tygiel o średnicy 70 mm i wysokości 25 mm;
- 6) waga z podziałką elementarną o dokładności nie mniejszej niż 0,1 mg.

2. Wykonanie oznaczania

Wyprażyć co najmniej dwukrotnie tygiel w elektrycznym piecu muflowym w temperaturze 500-550 °C w ciągu 1 godziny do uzyskania stałej masy, czyli dwóch ważeń pustego tygla, których różnica nie będzie większa niż 0,0005 g. Do tak przygotowanego tygla odmierza się 20 ml fermentowanego napoju winiarskiego. Próbkę odparowuje się na wrzącej łaźni wodnej, a następnie ogrzewa pozostałość na płycie grzejnej o temperaturze 200 °C lub w promienniku w podczerwieni aż do rozpoczęcia zwęglania próbki. Gdy z próbki przestanie wydzielać się dym, umieszcza się tygiel w elektrycznym piecu muflowym o temperaturze od 500 °C do 550 °C. Po 15 minutach zwęglania tygiel wyjmuje się z pieca, dodaje 5 ml wody destylowanej i odparowuje wodę na łaźni wodnej lub w promienniku w podczerwieni, a następnie ponownie ogrzewa w temperaturze od 500 °C do 550 °C przez 10 minut. W sytuacji

gdy nie nastąpiło całkowite spalanie zwęglonych cząsteczek, powtarza się przemywanie, odparowywanie wody i prażenie. W przypadku napojów o wysokiej zawartości cukrów dopuszcza się dodanie do wyciągu, przed pierwszym spopielaniem, kilku kropli czystego oleju roślinnego w celu zapobieżenia nadmiernemu pienieniu próbki. Po zakończeniu spalania tygiel wraz z próbką przenosi się do eksykatora. Po ochłodzeniu w eksykatorze waży się tygiel.

3. Obliczanie wyniku oznaczania

Zawartość popiołu (P) w badanej próbce, w g/l, oblicza się, korzystając ze wzoru:

$$P = 50 \cdot (P_1 - P_0),$$

gdzie:

P_0 – oznacza masę pustego tygla,

P_1 – oznacza masę tygla ze spopieloną próbką (popiołem),

50 – oznacza współczynnik do przeliczenia ilości badanej próbki z 20 ml na litr.

Wynik podać z dokładnością do pierwszego miejsca po przecinku.

OZNACZANIE KWASOWOŚCI OGÓLNEJ

Kwasowość ogólna to suma kwasów zawartych w fermentowanym napoju winiarskim wyrażona w gramach kwasu jabłkowego na litr lub w miligramorównoważnikach na litr.

Dwutlenek węgla nie wchodzi w skład kwasowości ogólnej.

Metoda oznaczania kwasowości ogólnej polega na miareczkowaniu potencjometrycznym lub miareczkowaniu z błękitem bromotymolowym jako wskaźnikiem i porównaniu z wzorcem o barwie odpowiadającej punktowi końcowemu miareczkowania.

1. Odczynniki

- 1) roztwór buforowy o pH 7 sporządzony z 107,3 g dwuwodorofosforanu potasowego (KH_2PO_4), 500 ml jednomolowego roztworu wodorotlenku sodu (NaOH) i wody w ilości potrzebnej do uzyskania 1 000 ml roztworu;
- 2) 0,1 – molowy roztwór wodorotlenku sodu (NaOH);
- 3) roztwór wskaźnika błękitu bromotymolowego o stężeniu 4 g/l, sporządzony z:
 - a) 4 g błękitu bromotymolowego ($\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_8\text{S}$) rozpuszczonego w 200 ml obojętnego etanolu 96 % obj.,
 - b) 200 ml wody pozbawionej CO_2 ,
 - c) jednomolowego roztworu wodorotlenku sodu w ilości potrzebnej do uzyskania barwy niebieskozielonej (pH 7,0) – około 7,5 ml,
 - d) wody w ilości potrzebnej do uzyskania 1 000 ml roztworu.
- 4) roztwór buforowy o pH 4.

Dopuszcza się również stosowanie zakupionych gotowych odczynników, pod warunkiem że posiadają aktualne świadectwo wzorcowania.

2. Aparatura i sprzęt:

- 1) pH-metr;
- 2) kolba próżniowa o pojemności 500 ml;
- 3) pompka wodna lub łaźnia ultradźwiękowa;
- 4) kolby stożkowe o pojemności 50 ml i 100 ml;
- 5) pipety o pojemności 1 ml, 5 ml i 10 ml;
- 6) cylinder miarowy o pojemności 50 ml.

3. Przygotowanie próbki do analizy

Do kolby próżniowej wlewa się około 50 ml fermentowanego napoju winiarskiego. Następnie kolbę podłącza się do pompki wodnej na jedną do dwóch minut, stale wstrząsając, albo stosuje się łaźnię ultradźwiękową przez jedną do dwóch minut.

4. Wykonanie oznaczania

4.1. Miareczkowanie potencjometryczne:

Przed przystąpieniem do miareczkowania kalibruje się pehametr za pomocą roztworu buforowego o pH 7 i roztworu buforowego o pH 4.

Do kolby stożkowej wlewa się 10 ml przygotowanej próbki. Następnie dodaje się około 10 ml wody destylowanej i zanurza się elektrodę. Miareczkuje się roztworem wodorotlenku sodu do uzyskania pH 7 w temperaturze 20 °C. Wodorotlenek sodu dodaje się powoli, stale mieszając.

4.2. Miareczkowanie ze wskaźnikiem (błękit bromotymolowy):

- 1) próbka ślepa – do kolby stożkowej wlewa się 25 ml przegotowanej wody destylowanej, 1 ml roztworu błękitu bromotymolowego oraz 10 ml próbki fermentowanego napoju winiarskiego. Następnie miareczkuje się roztworem wodorotlenku sodu do zmiany barwy na niebieskozieloną. Następnie dodaje się 5 ml roztworu buforowego o pH 7;

- 2) próbka właściwa – do kolby stożkowej wlewa się 30 ml przegotowanej wody destylowanej, 1 ml roztworu błękitu bromotymolowego oraz 10 ml próbki fermentowanego napoju winiarskiego. Następnie dodaje się roztwór wodorotlenku sodowego w ilości potrzebnej do uzyskania barwy identycznej z barwą uzyskaną w próbce ślepej.

5. Obliczanie wyniku oznaczania:

- 1) kwasowość ogólną (A) w miligramorównoważnikach na litr oblicza się według wzoru:

$$A = 10 \cdot n,$$

gdzie:

n – oznacza objętość zużytego roztworu wodorotlenku sodu.

Wartość tę podaje się z dokładnością do jednego miejsca po przecinku;

- 2) kwasowość ogólną (A') w g/l kwasu jabłkowego oblicza się według wzoru:

$$A' = 0,067 \cdot A$$

Wartość tę podaje się z dokładnością do jednego miejsca po przecinku.

6. Powtarzalność metody

Powtarzalność jest to wartość, poniżej której powinna, z określonym prawdopodobieństwem, znajdować się wartość bezwzględna różnicy między wynikami dwóch pojedynczych oznaczeń, uzyskanych dla tej samej próbki, w tych samych warunkach pomiarowych (przez tego samego analityka, w tym samym laboratorium, za pomocą tej samej aparatury i w krótkim odstępie czasu).

W przypadku oznaczania kwasowości ogólnej powtarzalność (r) wynosi:

- 1) $r = 0,9$ miligramorównoważnika na litr;
- 2) $r = 0,07$ g kwasu jabłkowego na litr.

7. Odtwarzalność metody

Odtwarzalność jest to wartość, poniżej której powinna, z określonym prawdopodobieństwem, znajdować się wartość bezwzględna różnicy między wynikami dwóch pojedynczych oznaczeń, uzyskanych dla tej samej próbki, w różnych warunkach pomiarowych (przez innego analityka, w innym laboratorium, za pomocą innej aparatury i w innym czasie).

W przypadku oznaczania kwasowości ogólnej odtwarzalność (R) wynosi:

- 1) dla fermentowanych napojów winiarskich białych i różowych:
 - a) $R = 3,6$ miligramorównoważnika na litr,
 - b) $R = 0,3$ g kwasu jabłkowego na litr;
- 2) dla fermentowanych napojów winiarskich czerwonych:
 - a) $R = 5,1$ miligramorównoważnika na litr,
 - b) $R = 0,4$ g kwasu jabłkowego na litr.

OZNACZANIE KWASOWOŚCI LOTNEJ

Kwasowość lotna jest sumą kwasów lotnych w stanie wolnym lub związanym, wyrażoną jako liczba gramów kwasu octowego na litr lub w miligramorównoważnikach na litr. Zawartości kwasu węglowego i kwasu siarkawego nie zalicza się do kwasowości lotnej fermentowanego napoju winiarskiego.

Metoda oznaczania kwasowości lotnej polega na zmiareczkowaniu oddestylowanych kwasów lotnych mianowanym roztworem wodorotlenku sodu. Z fermentowanego napoju winiarskiego usuwa się uprzednio dwutlenek węgla, natomiast kwasowość tworzona przez wolny i związany dwutlenek siarki odejmuje się od kwasowości destylatu. Odejmuje się również kwasowość powstałą z kwasu sorbowego, który mógł być dodany do fermentowanego napoju winiarskiego.

1. Odczynniki:

- 1) krystaliczny kwas winowy ($C_4H_6O_6$);
- 2) 0,1-molowy roztwór wodorotlenku sodu (NaOH);
- 3) 1 % roztwór fenoloftaleiny w 96 % obj. alkoholu;
- 4) kwas chlorowodorowy (o gęstości $r_{20} = 1,18$ do $1,19$ g/ml) rozcieńczony w stosunku 1:4 obj.;
- 5) 0,005-molowy roztwór jodu (I_2);
- 6) krystaliczny jodek potasu (KI);
- 7) roztwór skrobi o stężeniu 5 g/l;
- 8) nasycony roztwór heptaoksotetaboranu sodu ($Na_2B_4O_7$) \cdot H_2O , o stężeniu 55 g/l w temperaturze 20 °C.

2. Aparatura i sprzęt:

- 1) kolba próżniowa;

- 2) pompka wodna lub łaźnia ultradźwiękowa;
- 3) zestaw do destylacji z parą wodną, składający się z:
 - a) chłodnicy,
 - b) kolby z przewodem pary,
 - c) kolumny destylacyjnej,
 - d) wytwornicy pary wodnej niezawierającej dwutlenku węgla.

3. Przygotowanie aparatury

W celu przygotowania zestawu do destylacji z parą wodną należy wykonać przynajmniej jeden z poniższych testów:

- 1) do kolby zestawu do destylacji z parą wodną wlewa się 20 ml przegotowanej wody i przeprowadza się destylację. Zbiera się 250 ml destylatu i dodaje do niego 0,1 ml roztworu wodorotlenku sodu i dwie krople roztworu fenoloftaleiny; barwa różowa powinna utrzymywać się przez co najmniej 10 sekund, co oznacza, że para wodna nie zawiera dwutlenku węgla;
- 2) do kolby zestawu do destylacji z parą wodną wlewa się 20 ml 0,1-molowego roztworu kwasu octowego i przeprowadza się destylację. Zbiera się 250 ml destylatu, który miareczkuje się roztworem wodorotlenku sodu, przy czym objętość roztworu zużytego do miareczkowania nie może być mniejsza niż 19,9 ml, co oznacza, że co najmniej 99,5 % kwasu octowego zostało oddestylowane z parą wodną;
- 3) do kolby zestawu do destylacji z parą wodną wlewa się 20 ml 1-molowego roztworu kwasu mlekowego i przeprowadza się destylację. Zbiera się 250 ml destylatu i miareczkuje roztworem wodorotlenku sodowego; objętość zużytego do miareczkowania roztworu wodorotlenku sodowego nie może być większa niż 1 ml, co oznacza, że nie więcej niż 0,5 % kwasu mlekowego zostało oddestylowane.

4. Wykonanie oznaczania

4.1. Usuwanie dwutlenku węgla

Do kolby próżniowej wlewa się około 50 ml fermentowanego napoju winiarskiego i włącza pompkę wodną na jedną do dwóch minut, stale wstrząsając, lub stosuje się łaźnię ultradźwiękową przez jedną do dwóch minut.

4.2. Destylacja z użyciem pary wodnej

20 ml fermentowanego napoju winiarskiego pozbawionego dwutlenku węgla wlewa się do kolby zestawu do destylacji z parą wodną, dodaje się około 0,5 g kwasu winowego i przeprowadza destylację. Zbiera się co najmniej 250 ml destylatu.

4.3. Miareczkowanie

Destylat miareczkuje się roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 0,1 molowym wobec dwóch kropli fenoloftaleiny jako wskaźnika. Miareczkowanie kończy się w chwili pojawienia się różowej barwy roztworu niezanikającej w ciągu 30 sekund.

4.4. Wprowadzenie poprawki na dwutlenek siarki

Destylat bezpośrednio po zmiareczkowaniu zakwasza się czterema kroplami kwasu chlorowodorowego. Następnie dodaje się 2 ml roztworu skrobi i kilka kryształów jodku potasu. Roztwór miareczkuje się za pomocą roztworu jodu do niebieskiego zabarwienia. Zużyta ilość jodu odpowiada zawartości wolnego dwutlenku siarki w destylacie.

Następnie dodaje się nasycony roztwór heptaoksoctetaboranu sodu do uzyskania barwy różowej i miareczkuje związany dwutlenek siarki za pomocą roztworu jodu.

5. Obliczanie wyniku:

- 1) kwasowość lotną (A), wyrażaną w miligramorównoważnikach na litr z dokładnością do jednego miejsca po przecinku, oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

- n – oznacza objętość zużytego wodorotlenku sodu,
- n' – oznacza objętość jodu zużytego do miareczkowania wolnego dwutlenku siarki,
- n'' – oznacza objętość jodu zużytego do miareczkowania związanego dwutlenku siarki;

- 2) kwasowość lotną (A'), wyrażaną w g kwasu octowego na litr z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku, oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

- n – oznacza objętość zużytego wodorotlenku sodu,
- n' – oznacza objętość jodu zużytego do miareczkowania wolnego dwutlenku siarki,
- n'' – oznacza objętość jodu zużytego do miareczkowania związanego dwutlenku siarki.

Jeśli fermentowany napój winiarski zawiera kwas sorbowy, kwasowość pochodzącą z kwasu sorbowego odejmuje się od oznaczonej kwasowości lotnej, przy założeniu że 100 mg kwasu sorbowego odpowiada kwasowości 0,89 milirównoważnika/l lub 0,053 g/l kwasu octowego oraz gdy jest znana zawartość kwasu sorbowego w mg/ml.

6. Powtarzalność metody

Powtarzalność jest to wartość, poniżej której powinna, z określonym prawdopodobieństwem, znajdować się wartość bezwzględna różnicy między wynikami dwóch pojedynczych oznaczeń, uzyskanych dla tej samej próbki, w tych samych warunkach pomiarowych (przez tego samego analityka, w tym samym laboratorium,

za pomocą tej samej aparatury i w krótkim odstępie czasu).

W przypadku oznaczania kwasowości lotnej powtarzalność (r) wynosi:

- 1) $r = 0,7$ miligramorównoważnika na litr;
- 2) $r = 0,04$ g kwasu octowego na litr.

7. Odtwarzalność metody

Odtwarzalność jest to wartość, poniżej której powinna, z określonym prawdopodobieństwem, znajdować się wartość bezwzględna różnicy między wynikami dwóch pojedynczych oznaczeń, uzyskanych dla tej samej próbki, w różnych warunkach pomiarowych (przez innego analityka, w innym laboratorium, za pomocą innej aparatury i w innym czasie).

W przypadku oznaczania kwasowości lotnej odtwarzalność (R) wynosi:

- 1) $R = 1,3$ miligramorównoważnika na litr;
- 2) $R = 0,08$ g kwasu octowego na litr.

8. Oznaczanie kwasu salicylowego przechodzącego do destylatu otrzymywanego przy oznaczaniu kwasowości lotnej

Po oznaczeniu kwasowości lotnej i wprowadzeniu poprawki na zawartość dwutlenku siarki, należy stwierdzić obecność kwasu salicylowego, po zakwaszeniu, przez fioletowe zabarwienie pojawiające się po dodaniu soli żelaza (III).

Oznaczanie kwasu salicylowego przechodzącego do destylatu wraz z kwasami lotnymi wykonuje się w drugim destylacie, przy czym używa się tej samej objętości destylatu, jaką wykorzystano do oznaczania kwasowości lotnej. Kwas salicylowy oznacza się kolorymetryczną metodą porównawczą. Oznaczoną zawartość kwasu salicylowego odejmuje się od kwasowości lotnej oznaczonej w destylacie uzyskanym w wyniku pierwszej destylacji.

8.1. Odczynniki:

- 1) kwas chlorowodorowy (HCl) (o gęstości $\rho_{20} = 1,18$ do $1,19$ g/l);
- 2) 0,1-molowy roztwór tiosiarczanu sodu ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$);
- 3) 10 % (m/v) roztwór siarczanu żelazo-amonowego ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$);
- 4) 0,01-molowy roztwór salicylanu sodowego;
- 5) roztwór salicylanu sodowego ($\text{NaC}_7\text{H}_5\text{O}_3$) o stężeniu $1,60$ g/l.

8.2. Wykonanie oznaczania:

- 1) natychmiast po oznaczeniu kwasowości lotnej i wprowadzeniu poprawki na zawartość wolnego i związanego dwutlenku siarki, do kolby stożkowej odmierza się $0,5$ ml kwasu solnego, 3 ml roztworu tiosiarczanu sodu i 1 ml roztworu siarczanu żelazo-amonowego. Uzyskanie barwy fioletowej świadczy o obecności w próbce kwasu salicylowego;
- 2) w przypadku stwierdzenia w próbce obecności kwasu salicylowego na kolbie stożkowej, wykorzystanej przy wykrywaniu obecności kwasu salicylowego, zaznacza się kreską objętość destylatu, następnie kolbę opróżnia się i przepłukuje. Następnie przeprowadza się destylację z parą wodną drugiej próbki fermentowanego napoju winiarskiego o objętości 20 ml, zbierając destylat do kolby stożkowej. Następnie dodaje się $0,3$ ml czystego kwasu solnego i 1 ml roztworu siarczanu żelazo-amonowego. Zawartość kolby zabarwi się na fioletowo. Do kolby stożkowej, identycznej jak ww. kolba z zaznaczoną kreską, nalewa się wody destylowanej w ilości równej ilości destylatu, a następnie dodaje $0,3$ ml czystego kwasu solnego i 1 ml roztworu siarczanu żelazo-amonowego. Za pomocą biurety wprowadza się roztwór salicylanu sodowego do uzyskania barwy fioletowej o natężeniu odpowiadającym barwie roztworu w kolbie zawierającej destylat fermentowanego napoju winiarskiego;
- 3) wprowadzanie poprawki do kwasowości lotnej; od objętości n ml roztworu wodorotlenku sodu, zużytego do miareczkowania kwasów w destylacie podczas oznaczania kwasowości lotnej, odjąć objętość $0,1 \times n$, gdzie n oznacza objętość w ml roztworu dodanego z biurety.

UZASADNIENIE

Projektowane rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi w sprawie szczegółowego sposobu wyrobu fermentowanych napojów winiarskich oraz metod analiz tych napojów do celów urzędowej kontroli w zakresie jakości handlowej stanowi wykonanie upoważnienia zawartego w art. 16 ustawy z dnia 12 maja 2011 r. o wyrobie i rozlewie wyrobów winiarskich, obrocie tymi wyrobami i organizacji rynku wina (Dz. U. Nr 120, poz. 690 i Nr 171, poz. 1016).

Projektowane rozporządzenie nie wprowadza nowych rozwiązań w porównaniu z przepisami rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia z dnia 2 maja 2005 r. w sprawie szczegółowego sposobu wyrobu fermentowanych napojów winiarskich oraz metod analiz tych napojów do celów urzędowej kontroli pod względem jakości handlowej (Dz. U. z 2005 r. Nr 88, poz. 748, z 2008 r. Nr 133, poz. 846 oraz z 2009 r. Nr 199, poz. 1535). Wydanie projektowanego rozporządzenia wynika z art. 97 ustawy z dnia 12 maja 2011 r. o wyrobie i rozlewie wyrobów winiarskich, obrocie tymi wyrobami i organizacji rynku wina oraz art. 100 tej ustawy.

Projektowane rozporządzenie określa dozwolone sposoby wyrobu fermentowanych napojów winiarskich. W związku z tym, że wyroby produkowane z owoców innych niż winogrona nie wchodzą w zakres wspólnego rynku wina, zasady ich wyrobu oraz metody ich analiz mogą być określone w prawie poszczególnych państw członkowskich Unii Europejskiej. Z uwagi na to, iż metody stosowane podczas wytwarzania wyrobów winiarskich gronowych są stosowane lub mogą być stosowane w produkcji fermentowanych napojów winiarskich, w projekcie rozporządzenia wykorzystane zostały rozwiązania określone w przepisach Unii Europejskiej dotyczące produkcji win gronowych.

Projekt rozporządzenia nie wprowadza ograniczeń metod wyrobu fermentowanych napojów winiarskich.

Projekt rozporządzenia określa:

- 1) czynności technologiczne, które mogą być stosowane w procesie produkcji fermentowanych napojów winiarskich, takie jak: napowietrzanie, dodawanie

czystego tlenu, barbotaż, obróbkę termiczną, odwirowywanie oraz filtrację, eliminację dwutlenku siarki, obróbkę węglem drzewnym;

- 2) dozwolone metody eliminacji dwutlenku siarki;
- 3) substancje dozwolone do zastosowania do oczyszczania;
- 4) substancje dozwolone do zastosowania do zakwaszania i odkwaszania;
- 5) substancje dozwolone do użycia w trakcie leżakowania, stabilizacji lub rozlewu.

Projekt rozporządzenia wprowadza 7 metod analiz, które będą stosowane podczas wykonywania urzędowej kontroli fermentowanych napojów winiarskich.

W projekcie niniejszego rozporządzenia opisano kolejno metody analityczne, mające na celu określenie: gęstości i gęstości względnej w temperaturze 20 °C, zawartości alkoholu w procentach objętościowych, zawartości ekstraktu ogólnego, zawartości cukrów redukujących, zawartości popiołu, kwasowości ogólnej i kwasowości lotnej.

Metodyka wykonywania analiz fermentowanych napojów winiarskich, czyli wyrobów winiarskich, które nie zaliczają się do wspólnej organizacji rynku wina, została opracowana w projekcie niniejszego rozporządzenia w oparciu o metody analiz opisane w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 606/2009 z dnia 10 lipca 2009 r. ustanawiającego niektóre szczegółowe zasady wykonania rozporządzenia Rady (WE) nr 479/2008 w odniesieniu do kategorii produktów winiarskich, praktyk enologicznych i obowiązujących ograniczeń (Dz. Urz. UE L 193 z 24.07.2009, str. 1, z późn. zm.). Umożliwi to uniknięcie konieczności posiadania dwóch odrębnych metodyk badań oraz odrębnego sprzętu laboratoryjnego. Wprowadzenie metod wykonywania analiz fermentowanych napojów winiarskich analogicznych do stosowanych w Unii Europejskiej dla wyrobów winiarskich gronowych umożliwi nie tylko wykorzystywanie tego samego wyposażenia laboratoryjnego lecz również wyeliminuje konieczność posługiwania się różnymi metodami podczas badania różnych wyrobów winiarskich.

Z uwagi na mniejszy zakres cech jakościowych jakie powinny być oceniane podczas analizy fermentowanych napojów winiarskich, adaptowano jedynie część metod stosowanych w Unii Europejskiej do analiz win.

Przepisy projektowanego rozporządzenia nie są objęte prawem Unii Europejskiej.

Projekt rozporządzenia nie podlega procedurze notyfikacji aktów prawnych określonej w przepisach 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 oraz z 2004 r. Nr 65, poz. 597).

Stosownie do art. 5 ustawy z dnia 7 lipca 2005 r. o działalności lobbingowej w procesie stanowienia prawa (Dz. U. Nr 169, poz. 1414, z późn. zm.) projekt rozporządzenia został zamieszczony na stronie internetowej Biuletynu Informacji Publicznej Ministerstwa Rolnictwa i Rozwoju Wsi oraz Biuletynu Informacji Publicznej Rządowego Centrum Legislacji.

Projekt rozporządzenia został ujęty w Wykazie prac legislacyjnych Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi.

OCENA SKUTKÓW REGULACJI

1. Podmioty na które oddziałuje projektowane rozporządzenie

Organy Inspekcji Jakości Handlowej Artykułów Rolno-Spożywczych, podmioty wytwarzające fermentowane napoje winiarskie, podmioty prowadzące handel hurtowy fermentowanymi napojami winiarskimi.

Projektowane rozporządzenie wprowadzając metody analiz fermentowanych napojów winiarskich pod względem jakości handlowej eliminuje możliwości ewentualnego kwestionowania metody analizy lub wyników analizy fermentowanych napojów winiarskich uzyskanych podczas urzędowej kontroli jakości handlowej w producenta lub podmiotu prowadzącego handel hurtowy.

2. Wpływ rozporządzenia na dochody i wydatki budżetu państwa oraz budżetów jednostek samorządu terytorialnego

Wejście w życie projektowanego rozporządzenia nie spowoduje zwiększenia wydatków budżetu państwa.

3. Wpływ rozporządzenia na rynek pracy

Wejście w życie projektowanego rozporządzenia nie będzie miało wpływu na rynek pracy.

4. Wpływ rozporządzenia na konkurencyjność gospodarki i przedsiębiorczość, w tym na funkcjonowanie przedsiębiorstw

Wejście w życie projektowanego rozporządzenia nie będzie miało wpływu na konkurencyjność polskiego rolnictwa na wspólnym rynku Unii Europejskiej.

5. Wpływ rozporządzenia na sytuacja i rozwój regionalny

Wejście w życie projektowanego rozporządzenia nie będzie miało wpływu na sytuację i rozwój regionalny.

6. Konsultacje społeczne

Projekt rozporządzenia został skonsultowany z następującymi organizacjami i związkami:

- 1) Business Centre Club;
- 2) Federacja Branżowych Związków Producentów Rolnych;
- 3) Federacja Regionów i Komisji Zakładowych Solidarność '80;
- 4) Federacja Związków Pracodawców-Dzierżawców i Właścicieli Rolnych;
- 5) Forum Związków Zawodowych;
- 6) Fundacja Polski Instytut Winorośli i Wina;
- 7) Krajowa Izba Gospodarcza „Przemysł Spożywczy”;
- 8) Krajowa Rada Izb Rolniczych;
- 9) Krajowa Rada Spółdzielcza;
- 10) Krajowa Rada Winiarstwa i Miodosytnictwa;
- 11) Krajowy Sekretariat Rolnictwa i Przemysłu Rolno-Spożywczego NSZZ Solidarność '80;
- 12) Krajowy Związek Rewizyjny Rolniczych Spółdzielni Produkcyjnych;
- 13) Krajowy Związek Rolników, Kółek i Organizacji Rolniczych;
- 14) Krajowy Związek Zrzeszeń Plantatorów Owoców i Warzyw;

- 15) Niezależny Samorządny Związek Zawodowy Solidarność '80;
- 16) NSZZ „Solidarność” Komisja Krajowa;
- 17) NSZZ Rolników Indywidualnych „Solidarność”;
- 18) Ogólnopolskie Porozumienie Związków Zawodowych Rolników i Organizacji Rolniczych, Oddział Siedlce;
- 19) Ogólnopolskie Porozumienie Związków Zawodowych;
- 20) Ogólnopolskie Stowarzyszenie Plantatorów Winorośli i Producentów Wina;
- 21) Polska Federacja Producentów Żywności;
- 22) Polska Konfederacja Pracodawców Prywatnych „LEWIATAN”;
- 23) Pracodawcy Rzeczypospolitej Polskiej;
- 24) Rada Gospodarki Żywnościowej;
- 25) Sekcja Krajowa NSZZ Solidarność Pracowników ODR;
- 26) Sekretariat Przemysłu Spożywczego NSZZ „Solidarność”;
- 27) Sekretariat Rolnictwa Komisji Krajowej NSZZ „Solidarność”;
- 28) Stowarzyszenie Małopolskie Forum Winne;
- 29) Stowarzyszenie Winiarzy Podkarpacia;
- 30) Stowarzyszenie Winnic Doliny Sanu;
- 31) Zielonogórskie Stowarzyszenie Winiarskie;
- 32) Zrzeszenie Pszczelarzy „APIPOL”;
- 33) Związek Rzemiosła Polskiego;
- 34) Związek Sadowników Polskich – Sekcja Winoroślarska;
- 35) Związek Zawodowy Centrum Narodowe Młodych Rolników;
- 36) Związek Zawodowy Pracowników Rolnictwa w RP;
- 37) Związek Zawodowy Rolnictwa „Samoobrona”;
- 38) Związek Zawodowy Rolników „Ojczyzna”;
- 39) Związek Zawodowy Rolników i Obszarów Wiejskich „REGIONY”;
- 40) Związek Zawodowy Rolników RP „Solidarni”;
- 41) Związek Zawodowy Wsi i Rolnictwa „Solidarność Wiejska”.

W ramach konsultacji społecznych uwagi do projektu rozporządzenia zgłosiły Polska Rada Winiarstwa (PRW). Główny Inspektorat Jakości Handlowej Artykułów Rolno-Spożywczych, który ustosunkował się do uwag zgłoszonych przez PRW.

Uwagi zgłoszone przez PRW miały charakter techniczny dotyczyły uaktualnienia stosowanego w projektowanym rozporządzeniu nazewnictwa substancji chemicznych oraz stosowanej aparatury w procesie analizy fermentowanych napojów winiarskich do celów urzędowej kontroli w zakresie jakości handlowej.

Opracowano w Departamencie
Rynków Rolnych:

Wentowski
U. Polodv
Gumman?
2012-10-31

Za zgodność pod względem
Prawnym i redakcyjnym:

Akceptował:

RODZIEŃ ETARZ STANU
Tadeusz Nalewajko