

dzony adnotacją na temat wagi właściwego odbioru odpadów i pozostałości ładunkowych ze statków.”;

2) po § 3 dodaje się § 3a w brzmieniu:

„§ 3a. 1. Plany podlegają aktualizacji i ponownemu zatwierdzeniu w okresie co najmniej trzyletnim liczonym od daty ostatniego zatwierdzenia.

2. W przypadku zaistnienia znaczących zmian w działalności portu lub przystani morskiej plany podlegają aktualizacji i zatwierdzeniu w terminie sześciu mie-

sięcy od dnia stwierdzenia zaistnienia tych zmian.”.

§ 2. Podmiot zarządzający portem lub przystanią morską dostosuje plan do wymagań rozporządzenia i przekaże go do zatwierdzenia właściwemu organowi, w terminie 3 miesięcy od dnia wejścia w życie rozporządzenia.

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

Minister Infrastruktury: *K. Opawski*

748

ROZPORZĄDZENIE MINISTRA ROLNICTWA I ROZWOJU WSI¹⁾

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

Na podstawie art. 15 ustawy z dnia 22 stycznia 2004 r. o wyrobie i rozlewie wyrobów winiarskich, obrotocie tymi wyrobami i organizacji rynku wina (Dz. U. Nr 34, poz. 292, Nr 96, poz. 959 i Nr 173, poz. 1808) zarządza się, co następuje:

§ 1. W procesie produkcji fermentowanych napojów winiarskich stosuje się jedną lub kilka z następujących czynności technologicznych:

- 1) napowietrzanie;
- 2) dodawanie czystego tlenu;
- 3) barbotaż przy użyciu argonu albo azotu;
- 4) obróbkę termiczną;
- 5) odwirowywanie oraz filtrację dokonywaną 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) sulfitację albo desulfitację dokonywaną metodami fizycznymi;
- 7) obróbkę węglem drzewnym;
- 8) oczyszczanie;
- 9) zakwaszanie albo odkwaszanie;
- 10) leżakowanie lub stabilizację;
- 11) kupażowanie;
- 12) dosładzanie;
- 13) barwienie;
- 14) aromatyzację;
- 15) nasycanie ditlenkiem węgla;
- 16) usuwanie alkoholu metodami fizycznymi;
- 17) rozlew.

§ 2. 1. Do sporządzania nastawów na fermentowane napoje winiarskie stosuje się:

- 1) soki surowe otrzymywane w wyniku tłoczenia owoców z jednego gatunku, całych lub rozdrobnionych, o rzeczywistym stężeniu alkoholu nie wyższym niż 1 % objętościowy lub

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 11 czerwca 2004 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi (Dz. U. Nr 134, poz. 1433).

2) soki owocowe o rzeczywistym stężeniu alkoholu nie wyższym niż 1 % objętościowy, lub

3) soki owocowe zagęszczone.

2. Soki owocowe lub soki owocowe zagęszczone przy sporządzaniu 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 nie mogą być dosładzane ani zakwaszane. Soki te mogą być utrwalane sposobem fizycznym lub przez dodanie bezwodnika kwasu siarkawego.

4. Rodzaje soków surowych używanych 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 nastawów fermentowanych napojów winiarskich stosuje się jedną lub kilka z następujących substancji:

- 1) bentonit;
- 2) celulozę;
- 3) chlorek magnezu;
- 4) chlorowoderek tiaminy w ilości nieprzekraczającej 0,6 miligrama na litr, w przeliczeniu na tiaminę;
- 5) ditlenek siarki;
- 6) enzymy amylolityczne;
- 7) enzymy pektynolityczne;
- 8) fosforan amonu lub ortofosforan dwuamONU w ilości nieprzekraczającej 0,4 grama na litr;
- 9) kaolin;
- 10) kwas cytrynowy;
- 11) kwas jabłkowy;
- 12) kwas winowy L(+);
- 13) pirosiarczyn sodu;
- 14) preparaty uzyskane ze ścian komórkowych drożdży w ilości nieprzekraczającej 40 gramów na hektolitr;
- 15) siarczan amonu lub dwusiarczan amonu w ilości nieprzekraczającej 0,3 grama na litr;
- 16) siarczyn sodu;
- 17) siarczyn wapnia;
- 18) wodorosiarczyn potasu lub pirosiarczyn potasu;
- 19) wodorosiarczyn sodu;
- 20) wodorosiarczyn wapnia.

§ 4. 1. W procesie oczyszczania fermentowanych napojów winiarskich stosuje się jedną lub kilka z następujących substancji:

- 1) albuminę jaja kurzego lub albuminę mleka;
- 2) bentonit;
- 3) chitosan;
- 4) ditlenek krzemu w postaci żelu lub układu koloidalnego;
- 5) enzymy amylolityczne;
- 6) enzymy pektynolityczne;
- 7) fityniany;
- 8) kaolin;
- 9) karuk;
- 10) kazeinę lub kazeinian potasu;
- 11) poliwinylpolipiroolidon (PVPP) w ilości nieprzekraczającej 80 gramów na hektolitr;
- 12) taninę;
- 13) węgiel drzewny;
- 14) żelatynę spożywczą;
- 15) żelazocyjanek 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 stosuje się jedną lub kilka z następujących substancji:

- 1) kwas cytrynowy;
- 2) kwas jabłkowy;
- 3) kwas mlekowy;
- 4) kwas winowy L(+);
- 5) węglan wapnia.

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

§ 6. W trakcie leżakowania lub stabilizacji fermentowanych napojów winiarskich stosuje się jedną lub kilka z następujących substancji:

- 1) argon lub azot;
- 2) beta-glukanazę;
- 3) ditlenek siarki;

- 4) ditlenek węgla;
- 5) kwas cytrynowy;
- 6) kwas winowy racemiczny;
- 7) lizozym;
- 8) pirosiarczyn sodu;
- 9) siarczan miedzi;
- 10) siarczyn sodu;
- 11) siarczyn wapnia;
- 12) sole srebra;
- 13) taninę;
- 14) wiórki z drewna drzew liściastych;
- 15) wodorosiarczyn sodu;
- 16) wodorosiarczyn wapnia.

§ 7. Aromatyzacji w procesie produkcji miodów pitnych dokonuje się:

- 1) alkoholowym wyciągiem ziół i przypraw korzennych lub
- 2) przez gotowanie brzezki z ziołami i przyprawami korzennymi (sycenie brzezki), lub
- 3) wyciągiem ziołowo-korzennym sporządzonym na miodzie pitnym.

§ 8. Przed dokonaniem rozlewu fermentowanych napojów winiarskich lub w jego trakcie stosuje się jedną lub kilka z następujących substancji:

- 1) ditlenek siarki;
- 2) ditlenek węgla;
- 3) gumę arabską;
- 4) kwas askorbinowy;
- 5) kwas metawinowy;
- 6) kwas sorbowy;
- 7) pektynę;
- 8) pirosiarczyn potasu;
- 9) pirosiarczyn sodu;
- 10) siarczyn sodu;
- 11) siarczyn wapnia;
- 12) sorbinian potasu;
- 13) sorbinian wapnia;

- 14) wodorosiarczyn potasu;
- 15) wodorosiarczyn sodu;
- 16) wodorosiarczyn wapnia.

§ 9. Analizę fermentowanych napojów winiarskich do celów urzędowej kontroli pod względem 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.

§ 10. Analizę fermentowanych napojów winiarskich do celów urzędowej kontroli pod względem jakości handlowej można przeprowadzać 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.

§ 11. Tracą moc:

- 1) rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 12 maja 2003 r. w sprawie metod analiz wyrobów winiarskich do celów urzędowej kontroli pod względem jakości handlowej (Dz. U. Nr 126, poz. 1173);
- 2) rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 4 lutego 2003 r. w sprawie szczegółowego sposobu produkcji fermentowanych napojów winiarskich (Dz. U. Nr 29, poz. 244).

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

Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi: *W. Olejniczak*

Załączniki do rozporządzenia Ministra Rolnictwa
i Rozwoju Wsi z dnia 2 maja 2005 r. (poz. 748)

Załącznik nr 1

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

- 1) sok agrestowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 7 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,5 g/100 ml;
- 2) sok aroniowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 14 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,65 g/100 ml;
- 3) sok berberysowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 15 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 2,5 g/100 ml;
- 4) sok z borówki brusznicy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 7 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,8 g/100 ml;
- 5) sok z borówki czernicy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 7 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,8 g/100 ml;
- 6) sok z borówki wysokiej — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 12 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,5 g/100 ml;
- 7) sok z bzu czarnego — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 7 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,8 g/100 ml;
- 8) sok brzoskwiniowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 9 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,8 g/100 ml;
- 9) sok czereśniowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 10 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,6 g/100 ml;
- 10) sok dereniowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 9 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,3 g/100 ml;
- 11) sok głógowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 6 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,5 g/100 ml;
- 12) sok gruszkowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 10 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,3 g/100 ml;
- 13) sok jabłkowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 9,5 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,5 g/100 ml;
- 14) sok z jabłek przechowalniczych — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 9,5 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,3 g/100 ml;
- 15) sok jarzębinowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 12 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,2 g/100 ml;
- 16) sok jeżynowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 7 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,8 g/100 ml;
- 17) sok malinowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 6,5 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,1 g/100 ml;
- 18) sok z malin leśnych — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 6 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,2 g/100 ml;
- 19) sok mirabelkowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 10 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,7 g/100 ml;
- 20) sok morelowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 12 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,3 g/100 ml;
- 21) sok pigwowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 10 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,2 g/100 ml;
- 22) sok z porzeczkii białej i czerwonej — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 8 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,5 g/100 ml;

- 23) sok z porzeczki czarnej — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 6,0 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,8 g/100 ml;
- 24) sok poziomkowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 7 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,8 g/100 ml;
- 25) sok z rokitnika — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 8 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 2 g/100 ml;
- 26) sok z dzikiej róży — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 10 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,7 g/100 ml;
- 27) sok śliwkowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 12 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,7 g/100 ml;
- 28) sok tarninowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 9 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1,5 g/100 ml;
- 29) sok truskawkowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 6 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,7 g/100 ml;
- 30) sok wiśniowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 8,0 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 1 g/100 ml;
- 31) sok żurawinowy — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 7 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 2,6 g/100 ml;
- 32) pozostałe soki — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 10 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,7 g/100 ml;
- 33) sok z winogron należących do gatunku winorośli właściwej (*Vitis vinifera* L.) lub krzyżówek winorośli właściwej z innymi gatunkami, należącymi do rodzaju — winorośli (*Vitis* L.) — o zawartości ekstraktu ogólnego nie mniejszej niż 10 % mas i kwasowości ogólnej w przeliczeniu na kwas jabłkowy nie mniejszej niż 0,8 g/100 ml.

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 zawierających powyżej 1 % objętościowego alkoholu (% obj.), zawarty w nich alkohol pochodzący z procesu fermentacji przelicza się na zawartość ekstraktu ogólnego podaną dla danego soku, licząc że 1 % objętościowy (% obj.) alkoholu uzyskuje się w wyniku fermentacji 17 gramów cukrów w litrze.

Załącznik nr 2

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 wywzorcowanego w temperaturze 20 °C gęstościomierza oscylacyj-

nego, 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 (% obj.) 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, kolumny rektyfikacyjnej o wysokości około 20 cm lub innego urządzenia zapobiegającego rozpryskiwaniu cieczy, źródła ciepła, chłodnicy zakończonej przedłużaczem doprowadzającym destylat na dno kolby miarowej lub
- 2) zestaw do destylacji z parą wodną, składający się z wytwornicy pary, przewodu pary, kolumny rektyfikacyjnej 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.

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., a straty alkoholu w każdej destylacji nie mogą przekraczać 0,02 % obj.

2. Odczynniki

Dwumolowa 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.

3. Przygotowanie próbek

Z fermentowanego napoju winiarskiego usuwa się większość ditlenku węgla przez mieszanie próbki fermentowanego napoju winiarskiego o objętości od 250 ml do 300 ml w kolbie o pojemności 500 ml.

Następnie za pomocą kolby miarowej odmierzają się 200 ml fermentowanego napoju winiarskiego i wlewa 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 wodo-

rotlenku 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 1-molowym roztworem kwasu siarkowego, rozcieńczonego w stosunku 10:100 (v/v).

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

4. Wykonanie oznaczania

Gęstość (ρ_t) 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.

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.

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI EKSTRAKTU OGÓLNEGO

Ekstrakt ogólny jest to zawartość wszystkich substancji nielotnych.

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

Zawartość ekstraktu wyraża się w g/l z dokładnością do $\pm 0,5$ g.

1. Wykonanie oznaczania

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

Zawartości ekstraktu ogólnego w gramach na litr 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 ρ_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

Załącznik nr 5

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CUKRÓW REDUKUJĄCYCH ORAZ CUKRÓW REDUKUJĄCYCH PO INWERSJI

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 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 2) w przypadku fermentowanych napojów winiarskich musujących lub musujących gazowanych z próbki należy usunąć ditlenek węgla przez silne, kilkukrotne wytrząsanie w kolbie lub przez umieszczenie kolby w łaźni ultradźwiękowej. Następnie zawartość kolby przefiltrowuje się przez karbowany sączelek;
- 3) w przypadku obecności osadu lub zmętnienia fermentowanego napoju winiarskiego pobraną próbkę przesącza się przez karbowany sączelek 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

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 białoczerwonej 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.

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 o pojemności 5, 10, 20, 25, 50 i 100 ml;
- 7) termometr rtęciowy 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 większej niż 2 000 ml.

Usuwanie związków lotnych i klarowanie próbek

Aby usunąć związki lotne, wlewa się 25 ml próbki do parownicy, zubożętnia 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 (łączna 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 sączelek karbowany, a uzyskany przesącz używa się do oznaczania cukrów redukujących lub cukrów redukujących po inwersji.

Hydroliza kwasowa (inwersja)

W zależności od zastosowanego rozcieńczenia pobiera się przesącz uzyskany po sklarowaniu próbek 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 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ i utrzymuje w tej temperaturze przez 5 minut. Następnie próbkę w kolbie szybko schładza się do temperatury $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, wyjmując termometr, dokładnie opłukując go wodą destylowaną. 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 w zależności od jej pojemności do 100, 200, 250 albo 500 ml.

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.

Odczynniki:

- 1) roztwór Luff-Schoorla (zasadowy roztwór soli miedziowej); przygotowuje się trzy roztwory:
 - a) 25 g krystalicznego siarczanu 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 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 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

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 o pojemności 2, 10 i 25 ml.

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 „Przygotowanie roztworu cukru”), 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.

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:

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

gdzie:

- C — oznacza masę cukru inwertowanego odczytaną z tabeli do niniejszego załącznika (wyrażoną w miligramach),
 A — oznacza stopień rozcieńczenia fermentowanego napoju winiarskiego,
 B — oznacza stopień rozcieńczenia badanej próbki,
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 gramach na litr,

C_r — oznacza zawartość cukrów redukujących, w gramach na litr.

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 0,5 g/l.

TABELA

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

Na ₂ S ₂ O ₃ mol/l w ml	Ilości cukru - glukozy lub fruktozy w mg									
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
	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	24,58	24,75
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	29,30	29,64	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	62,82	63,13	63,44	63,75	64,05	64,37	64,68	64,99

Załącznik nr 6

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) ekсыkator;
- 2) elektryczny piec mufłowy 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

Po uprzednim zważeniu 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 mufłowym 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 ekсыkatora. Po ochłodzeniu w ekсыkatorze waży się tygiel.

3. Obliczanie wyniku oznaczania

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

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

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.

Załącznik nr 7

OZNACZANIE KWASOWOŚCI OGÓLNEJ

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

Ditlenek 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 7,0 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.

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

2. Aparatura i sprzęt

- 1) elektrody szklana i kalomelowa lub kombinowana;
- 2) kolba próżniowa o pojemności 500 ml;
- 3) pompka wodna lub łaźnia ultradźwiękowa;
- 4) potencjometr skalowany w wartościach pH;

- 5) kolby stożkowe o pojemności 50 ml i 100 ml;
- 6) pipety o pojemności 1 ml, 5 ml i 10 ml;
- 7) cylinder miarowy o pojemności 50 ml.

Elektrodę szklaną przechowuje się w wodzie destylowanej. Elektrodę kalomelową nasyconą chlorkiem potasu przechowuje się w nasyconym roztworze chlorku potasu. Najczęściej jest używana elektroda kombinowana, którą przechowuje się w wodzie destylowanej.

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

Miareczkowanie potencjometryczne

Przed przystąpieniem do miareczkowania wzorcuje się pehametr za pomocą buforu o pH 7.

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.

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:

$$A = 10 \times n,$$

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:

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

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.

Załącznik nr 8

OZNACZANIE KWASOWOŚCI LOTNEJ

Kwasowość lotna jest sumą kwasów lotnych w stanie wolnym lub związanym, wyrażoną liczbą gramów kwasu octowego 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 ditlenek węgla, natomiast kwasowość tworzoną przez wolny i związany ditlenek 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 $\rho_{20} = 1,18$ 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 heptaoksotetraboranu sodu ($Na_2B_4O_7$) \cdot H_2O , o stężeniu 55 g/l w temperaturze $20^\circ C$.

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 ditlenku węgla.

3. Przygotowanie aparatury

W celu przygotowania zestawu do destylacji z parą wodną wykonuje się następujące testy:

- 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 ditlenku 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

Usuwanie ditlenku 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.

Destylacja z użyciem pary wodnej

20 ml fermentowanego napoju winiarskiego pozbawionego ditlenku 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.

Miareczkowanie

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

Wprowadzenie poprawki na ditlenek 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 ditlenku siarki w destylacie.

Następnie dodaje się nasycony roztwór heptaoksotetraboranu sodu do uzyskania barwy różowej i miareczkuje związany ditlenek 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 ditlenku siarki;
- n'' — oznacza objętość jodu zużytego do miareczkowania związanego ditlenku siarki;

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

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

gdzie:

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

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.

Wykonanie oznaczania:

- 1) natychmiast po oznaczeniu kwasowości lotnej i wprowadzeniu poprawki na zawartość wolnego i związanego ditlenku 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.