

РЕГЛАМЕНТ (ЕО) № 625/2003 НА КОМИСИЯТА

от 2 април 2003 година

за изменение на Регламент (ЕО) № 1623/2000 относно определяне на подробни правила за въвеждане на Регламент (ЕО) № 1493/1999 на Съвета относно общата организация на пазара на виното по отношение на пазарните механизми

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската общност,

като взе предвид Регламент (ЕО) №1493/1999 на Съвета от 17 май 1999 относно общата организация на пазара на виното ¹, последното изменен с Регламент (ЕО) № 2585/2001 ², и по-специално членове 26, 33 и 36 от него,

като има предвид, че:

- (1) Глава I от дял I от Регламент (ЕО) №623/2000 на Комисията ³, последно изменен с Регламент (ЕО) № 795/2002⁴, определя подробни правила за прилагане на схемата за помощи във връзка с употребата на грозде, гроздова мъст, концентрирана гроздова мъст и ректифицирана гроздова мъст. Опитът сочи, че хранителните продукти, които не влизат в обсега на тази схема, трябва да се посочат по-подробно, а административните тежести за потребителите и преработвателите на сока да бъдат облекчени и да се въведат по-адекватни мерки, за да се гарантира, че правилната употреба на сока се контролира. Процентът на количествата хранителни продукти, които трябва да бъдат проверени, трябва да бъде по-висок, отколкото при други схеми, защото продуктът се използва често в държава-членка, която е различна от държавата-членка, на която е изплатена помощта.
- (2) Съгласно схемата за помощи за мъст, която се използва за повишаване на алкохолното съдържание на продуктите от вино, позоваването към метода за определяне на алкохолното съдържание трябва да се поправи. За да се улесни работата на държавите-членки, те трябва да отговарят за администрирането на заявленията за помощи. Трябва също да се предвидят правила за проверка с цел да се даде възможност за подробни и ефективни проверки.
- (3) За да се гарантира, че проблемните случаи се решават равнопоставено, трябва да се хармонизират разпоредбите, касаещи изплащането на помощта, предвидена съгласно различни схеми за помощи, предмет на Регламент (ЕО) № 1623/2000.
- (4) За да се даде възможност за осъществяване на подробни и ефективни проверки по отношение на помощите за частно складиране на вино, трябва да се разработят мерки за проверките, а разпоредбите за допустимия толеранс за

¹ ОВ № L 179, 14.7.1999 г., стр. 1.

² ОВ № L 345, 29.12.2001 г., стр. 10.

³ ОВ № L 194, 31.7.2000 г., стр. 45.

⁴ ОВ № L 272, 10.10.2002 г., стр. 15.

проверка на алкохолното съдържание на гроздовата мъст, концентрираната гроздова мъст и ректифицираната гроздова мъст трябва да бъдат изяснени. За улесняване на авансовите плащания съгласно тази мярка, следва да се промени административната процедура.

- (5) По отношение на мерките за дестилация на странични продукти от производството на вино, справедливо е помощта и цените да се пригледят в зависимост от типа на съответния страничен продукт. Следователно, еднаквият размер на помощта и еднаквият размер на цените трябва да бъдат премахнати. Освен това, с цел да се отговори на структурните промени в сектора, заинтересованите държави-членки трябва да могат да разширят обхвата на освобождаването от задължението за доставка на странични продукти за дестилация, за някои категории производители.
- (6) Ако дадена държава-членка реши да променя покупната цена, изплащана на производителите в зависимост от реколтата съгласно разпоредбите за дестилация на член 28 от Регламент (ЕО) №1493/1999, трябва да е възможно да се отлага крайният срок, в който помощта се изплаща на дестилаторите.
- (7) За да се гарантира, че финансовите трансакции при кризисна дестилация се изпълняват както трябва, в съответствие с разпоредбите на член 30 от Регламент (ЕО) № 1493/1999, трябва да бъде потвърдено, че авансът върху цената, изплащана на дестилаторите от интервенционната агенция, се третира по същия начин, както и помощта, предоставяна при други случаи на дестилация.
- (8) За всички мерки на дестилация, разпоредбите относно използването на част от виното, определено като представително за всички вина, предавани за дестилация, трябва да бъдат премахнати. Освен това, авансът, изплащан за кризисна дестилация и третиран като помощ, трябва да се включи в системата на глоби; трябва да бъдат въведени еднакви мерки за всичките различни дестилационни инсталации, които да гарантират, че на производителите се плаща минималната цена за тяхното вино там, където дестилаторите не правят това.
- (9) Опитът сочи, че мерките за пласиране на алкохол, получен при различни дестилационни мерки и намиращ се при интервенционните агенции, трябва да бъдат променени. Следователно, крайният срок за изнасянето на алкохола трябва да се определя въз основа на всеки конкретен случай там, където става дума за големи количества. С цел да се поощрят възможностите за търговия, трябва да се премахнат сегашните географски ограничения върху продажбите на алкохол. Условието за проверка на местоназначението на алкохола, използван в горивния сектор, също трябва да бъдат конкретизирани.
- (10) Тъй като управлението на мерките за интервенция изисква от държавите-членки да предоставят на Комисията голям обем информация, трябва да се разработят правила за тази дейност.
- (11) Поради това Регламент (ЕО) №1623/2000 трябва да бъде изменен.

- (12) Някои изменения имат за цел изясняване на съществуващи разпоредби или предоставяне на допълнителна информация и са благоприятни за операторите на пазара. Затова те се прилагат със задна дата.
- (13) Други изменения имат за цел подобряване на условията относно някои отделни мерки за пласиране на алкохол. Затова те влизат в сила от деня на публикуването на настоящия регламент.
- (14) Преобладаващото мнозинство от измененията съдържат технически промени в мерките за управление на пазара. За да се избегнат смущения през текущата винарска година, тези изменения влизат в сила от следващата винарска година.
- (15) Мерките, предвидени в настоящия регламент, са в съответствие със становището на Управителния комитет за виното,

ПРИЕ НАСТОЯЩИЯ РЕГЛАМЕНТ:

Член 1

В Регламент (ЕО) №1623/2000 се внасят следните изменения:

1. Глава I на дял I се заменя със следния текст:

„ГЛАВА I

ПРОИЗВОДСТВО НА ГРОЗДОВ СОК

Член 3

Цел на помощта

Помощта, съгласно член 35, параграф 1, буква а) от Регламент (ЕО) №1493/1999 се предоставя безвъзмездно на преработватели, които:

а) тъй като самите те са производители или групи производители, преработват или са преработили за своя сметка грозде собствена реколта и гроздова мъст и концентрирана гроздова мъст, получени изцяло от гроздов сок от тяхната собствена гроздова реколта; или

б) купуват пряко или непряко от производители или от групи производители грозде, получено в Общността и гроздова мъст и концентрирана гроздова мъст с цел преработването им в гроздов сок.

Използваната гроздова мъст и концентрирана гроздова мъст трябва да произлизат от грозде, произведено в Общността.

Член 4

Производство на други хранителни продукти от гроздов сок

Полученият гроздов сок и концентриран гроздов сок може да се преработи във всякакъв хранителен продукт, различен от винен продукт, съгласно приложение I към Регламент (ЕО) № 1493/1999, или в продуктите, съгласно член 35, параграф 1, букви б) и в) от настоящия регламент.

Член 5

Технически изисквания по отношение на продуктите

1. Суровините за производство на гроздов сок, упоменат в член 3, трябва да имат добро и задоволително търговско качество и да бъдат подходящи за преработването им в гроздов сок.
2. Използваната гроздова мъст и мъстта, получавана от използвано грозде, трябва да притежават плътност между 1,055 и 1,100 грама на кубичен метър при 20° C.
3. По времето, когато се използва за производство на хранителни продукти, гроздовият сок трябва да отговаря на изискванията на Директива 2001/112/ЕО на Съвета ⁵.

Член 6

Административни правила, които се отнасят за преработвателите за целите на инспекцията

1. Преработватели, които предприемат дейности, целещи производство на гроздов сок през текущата винарска година, изпращат на компетентния орган на държавата-членка, преди края на всяка винарска година, план-график за преработването на гроздовия сок. Ако преработвателят предприема дейност за преработване на гроздовия сок за пръв път след началото на дадена винарска година, този план-график трябва да бъде съставен преди началото на тази дейност.

План-графикът трябва да съдържа следната информация:

- а) вид на суровините, които ще бъдат използвани за преработване (грозде, гроздова мъст или концентрирана гроздова мъст);
- б) мястото, където се съхраняват гроздовата мъст и концентрираната гроздова мъст, които подлежат на преработка;
- в) мястото, където ще се извърши преработването.

2. Преработватели, които извършват дейности по производство на гроздов сок само на определени дати, изпращат до компетентния орган на държавата-членка заявление за преработка най-малко три работни дни преди началото на тази дейност.

⁵ ОВ L10, 12.1.2002 г., стр. 58.

Заявлението за преработка съдържа следната информация:

- а) информацията, изисквана съгласно втора алинея на параграф 1;
- б) количеството грозде, гроздова мъст и концентрирана гроздова мъст, което трябва да се преработва;
- в) плътността на гроздовата мъст и на концентрираната гроздова мъст;
- г) началната дата и евентуалната продължителност на преработвателния процес.

Заявлението трябва да се отнася за следното минимално количество:

- а) 1,3 тона – за грозде;
- б) 10 хектолитра – за гроздова мъст;
- в) 3 хектолитра – за концентрирана гроздова мъст.

3. В допълнение към информацията, посочена в параграфи 1 и 2, държавите-членки трябва да искат от преработвателите да изпращат и допълнителна информация.

4. Компетентният орган на държавата-членка подпечатва граfiците и заявленията, изпратени съгласно параграф 1 и 2 и връща копие от тях на преработвателя.

5. Като изключение от параграфи 1, 2 и 3, държавите-членки могат да въвеждат опростени процедури за преработвателите, които използват не повече от 5 тона грозде, или 40 хектолитра гроздова мъст, или 12 хектолитра концентрирана гроздова мъст всяка винарска година.

6. Преработвателите водят отчетност за стоковата наличност, като използват следните данни, взети от съпътстващите документи или регистри, посочени в член 70 на Регламент (ЕО) №1493/1999:

- а) количествата и плътността на суровините, които постъпват в техните помещения всеки ден, както и името и адреса на продавача, където това е уместно;
- б) количествата и плътността на суровините, използвани всеки ден;
- в) количествата гроздов сок, произвеждан всеки ден;
- г) количествата гроздов сок, излизащи от помещенията им всеки ден, името и адреса на получателя, или количествата гроздов сок, използван всеки ден от преработвателя.

Подкрепящите документи, които се отнасят за отчетността на стоковата наличност, се предоставят на инспекционните органи при поискване.

Член 7

Административни правила, които се отнасят за потребителите за целите на инспекциите

1. За целите на настоящата глава, терминът „потребител” означава всеки оператор, който извършва някоя от следните дейности: бутилиране, пакетиране или представяне на гроздовия сок или на концентрирания гроздов сок, складиране с цел продажба на едно или повече предприятия, занимаващи се с една или повече от гореспоменатите или последващи дейности, или подготовка на хранителни продукти от този сок.

Такива дейности могат да се извършват от преработвателите, съгласно разпоредбите на член 3.

2. Потребителите изпращат на компетентния орган на мястото на разтоварване писмено уверение, че няма да преработват гроздовия сок във винените продукти, съгласно приложение I към Регламент (ЕО) №1493/1999, или в продуктите, посочени в член 35, параграф 1, букви б) и в) от настоящия регламент.

Държавите-членки разработват изискванията за представяне на тези уверения. От друга страна, уверението трябва да бъде изпратено преди употребата на гроздовия сок или на концентрирания гроздов сок, но не по-късно от четири месеца след представяне на заявлението за безвъзмездна помощ, посочена в член 8 от настоящия регламент.

Експортът се счита за съобразен с тези уверения.

3. Когато преработвателите изпращат гроздовия сок до потребител в рамките на Общността:

а) преработвателите посочват в придружаващия документ, упоменат в член 70, параграф 1 от Регламент (ЕО) №1493/1999 дали производството на гроздовия сок е било или ще бъде предмет на заявление за помощ от тяхна страна, както и действителната или планирана дата на представяне на заявлението;

б) потребителите изпращат придружаващия документ на компетентния орган на мястото на разтоварване не по-късно от 15 дена след получаване на продукта;

в) когато потребителите изпращат сока, който са получили, на друг оператор в рамките на Общността, те трябва да се уверят, че този оператор ще подпише тяхното писмено уверение и че ще го предаде на компетентния орган в срока, посочен във втора алинея на параграф 2;

г) след като получи писменото уверение, компетентният орган подпечатва придружаващия документ и изпраща копие от подпечатания придружаващ документ на въпросния преработвател на гроздов сок не по-късно от 30 дни след получаването на уверението.

4. Съгласно член 2 от Регламент (ЕО) № 2729/2000 на Комисията ⁶, по време на винарската година компетентните органи правят проверки въз основа на анализ на риска, за да се уверят, че уверението съгласно параграф 2 от настоящия член, се спазва. Проверките касаят най-малко 10 % от количествата, посочени в заявленията, изпратени за подпечатване на придружаващите документи съгласно параграф 3, буква г) от настоящия член и получени през предходната винарска година.

Член 8

Заявления за помощи

1. Преработвателите, упоменати в член 6, параграф 1, изпращат заявления за помощ на компетентния орган на държавата-членка не по-късно от шест месеца след края на винарската година. Тези заявления се придружават от следните документи:

- а) копие от посочения план-график за преработка;
- б) копие от документите за стоковата наличност, упоменати в член 6, параграф 6, или резюме за същата; държавите-членки могат да поискат тези копия и резюмета да бъдат заверени от органа, който отговаря за инспекциите.

Държавите-членки могат да поискат допълнителна документация.

2. Преработвателите, съгласно член 6, параграф 2, изпращат заявления за помощ на компетентния орган на държавите-членки не по-късно от шест месеца след края на преработвателните операции. Тези заявления се придружават от следните документи:

- а) копие от посоченото заявление за преработка;
- б) копие от документите за стоковата наличност, съгласно член 6, параграф 6, или кратко изложение; държавите-членки могат да поискат тези копия и резюмета да бъдат заверени от органа, който отговаря за инспекциите.

Заявленията за помощ трябва да посочват количеството на действително преработваните суровини и деня, в който приключват преработвателните операции.

3. Не по-късно от шест месеца, след като е изпратил заявлението за помощ, преработвателят изпраща на компетентния орган на държавата-членка следните документи:

- а) копие от придружаващия документ, подпечатано от компетентния орган съгласно разпоредбите на член 7, параграф 3, буква г)

⁶ ОВ L 316, 15.12.2000 г., стр. 16.

б) копие от придружаващия документ, подпечатано с митническия печат, удостоверяващ експорта.

4. Като изключение от параграфи 1 и 2, държавите-членки могат да въвеждат опростени процедури по отношение на преработватели, които употребяват не повече от 5 тона грозде или 40 хектолитра гроздова мъст или 12 хектолитра концентрирана гроздова мъст всяка винарска година. Тези процедури трябва да приключат не по-късно от шест месеца след края на винарската година.

Член 9

Размер на помощта и правила

1. Помощта за употреба на грозде, гроздова мъст и концентрирана гроздова мъст трябва да бъде определена на единица действително използвана суровина, както следва:

- а) за грозде: 4.952 EUR на 100 kg;
- б) за гроздова мъст: 6.193 EUR на хектолитър;
- в) за концентрирана гроздова мъст: 21.655 EUR на хектолитър.

2. Освен при форсмажорни обстоятелства, не се изплаща помощ за количества суровина, които превишават следния коефициент на съотношение между суровините и получения гроздов сок:

- а) 1,3 за грозде, в 100 kg на хектолитър;
- б) 1,05 за мъст, в хектолитри на хектолитри;
- в) 0,30 за концентрирана мъст, в хектолитри на хектолитри.

Когато полученият продукт е концентриран гроздов сок, тези коефициенти се умножават по пет.

Член 10

Изплащане на помощта

Компетентният орган изплаща помощта в рамките на три месеца, считано от датата на представяне на необходимите документи, упоменати в член 8.

Член 11

Авансови плащания

1. Преработвателите могат да поискат авансово изплащане в размер, равен на помощта, посочена в член 9, изчислена за суровините, за които те могат да докажат, че са постъпили в складовете им, при условие, че са внесли

обезпечение пред компетентния орган. Това обезпечение възлиза на 120 % от размера на авансовата сума.

2. Авансовите суми се изплащат от компетентния орган в рамките на три месеца от представянето на доказателство за това, че обезпечението е внесено. От друга страна, не се изплащат авансови суми преди 1 януари на дадената винарска година.

3. След като компетентният орган е проверил необходимата документация, упомената в член 8, обезпечението, посочено в параграф 1 от настоящия член, се освобождава изцяло или частично, в съответствие с процедурата, залегнала в член 19 от Регламент (ЕИО) № 2220/85.

Член 11а

Наказания и форсмажорни обстоятелства

1. Ако преработвателят представи необходимата документация, упомената в член 8, със закъснение, но в рамките на шест месеца след изтичането на крайния срок, посочен в горния член, помощта се намалява с 30 %.

Ако преработвателят представи документите след изтичането на шестте месеца, упоменати по-горе, не се изплаща никаква помощ.

2. Ако проверката разкрие, че потребителят не се е съобразил с уверението, упоменато в член 7, параграфи 2 и 3, помощта се възстановява от преработвателя. Ако местожителството на потребителя е в държава-членка, различна от тази на потребителя, съответната държава-членка уведомява незабавно държавата-членка, където е местожителството на преработвателя, относно това несъобразяване.

3. Освен при форсмажорни обстоятелства, ако преработвателите не са спазили задълженията си, произтичащи от разпоредбите на настоящата глава, с изключение на задължението за производство на гроздов сок от суровините, посочени в заявлението за помощи, помощта се намалява. Съответната държава-членка определя процента на това намаление.

4. Ако количеството на действително използваните суровини е между 95 % и 99,9 % от количеството, за което е платено авансово, обезпечението, съгласно член 11, не се възстановява за количеството, което не е преработено през винарската година.

Освен при форсмажорни обстоятелства, ако количеството на действително използваните суровини е по-малко от 95 % от количеството, за което е платена авансовата сума, обезпечението не се възстановява в своята цялост.

5. При форсмажорни обстоятелства компетентният орган на държавата-членка определя мерките, които според него следва да се предприемат с оглед на горепосочените обстоятелства, и уведомява за това Комисията.”

2. Член 13, параграф 2 се заменя със следния текст:

„2. Потенциалното алкохолно съдържание на продуктите, изброени в параграф 1, се определя с помощта на цифрите в таблицата за съответствие в приложение I по-долу, до показанията при 20 °C, получени с помощта на рефрактометър, използван в съответствие с метода, посочен в приложението към Регламент (ЕО) № 558/93 на Комисията⁷.

Допуска се толеранс от 0,2 при проверките от страна на компетентните органи.”

3. Следният трети параграф се прибавя в член 14:

„От друга страна, държавите-членки могат да разрешат подаването на няколко заявления за помощи, които се отнасят за различни операции, имащи за цел повишаване на алкохолното съдържание.”

4. Прибавя се следният член 14a:

„Член 14a

Проверки

1. Компетентните органи на държавите-членки предприемат всички необходими стъпки, за да гарантират извършването на необходимите проверки за удостоверяване, по-конкретно, на идентичността и обемното съдържание на използвания продукт и спазването на приложение V, точки В и Г към Регламент (ЕО) № 1493/1999.

2. Производителите са длъжни да допуснат извършването на проверките, споменати в параграф 1, по всяко време.”

5. Член 16 се замества със следния текст:

„Член 16

Изплащане на помощта

Компетентният орган изплаща помощта не по-късно от 31 август след края на текущата винарска година.”

6. Член 29, параграф 1, буква в) се заменя със следния текст:

„в) показанието при температура 20 °C, получено с помощта на рефрактометър, използван в съответствие с метода, посочен в приложението към Регламент (ЕИО) №558/93. Разрешава се толеранс от 0,5 за гроздовата мъст и 1 за концентрирана гроздова мъст и за ректифицирана и концентрирана гроздова мъст.”

7. Член 34, параграф 2 се заменя със следния текст:

⁷ ОВ L 59, 11.3.1993 г., стр. 50.

„2. Без да се засяга параграф 6, договорените продукти могат да бъдат предмет само на такава енологична преработка и процеси, каквито са необходими за тяхното запазване. Допуска се колебание в обемното съдържание, вписано в договора, което не може да превишава 2 % за виното и 3 % за гроздовата мъст, концентрираната гроздова мъст и ректифицираната и концентрирана гроздова мъст. В случаите, когато е налице смяна на бъчвата, се разрешава разлика съответно от 3 % и 4 %.”

8. Добавя се следният член 35а:

„Член 35а

Проверки

1. Компетентните органи на държавите-членки предприемат всички необходими мерки, за да гарантират извършването на необходимите проверки за удостоверяване на идентичността и обемното съдържание на използвания продукт и спазването на член 34.
2. Производителите са длъжни да допуснат извършването на проверките, споменати в параграф 1, по всяко време.”

9. Член 37 се замества със следния текст:

„Член 37

Изплащане на помощта

1. Компетентният орган изплаща помощта не по-късно от три месеца след крайната дата на договора за складиране.
2. Когато договорът е прекратен в съответствие с членове 33 или 35, платимата помощ е пропорционална на действителния срок на договора. Компетентният орган изплаща помощта не по-късно от три месеца след деня на прекратяване на договора.”

10. Член 38 се заменя със следния текст:

„Член 38

Авансови плащания

1. Производителите могат да поискат авансово плащане, ако са внесли обезпечение за 120 % от аванса в полза на интервенционната агенция. Без да се накърняват разпоредбите на член 32, сумата на авансовото плащане се изчислява на базата на сумата на помощта за въпросния продукт съгласно разпоредбите на член 25.
2. Авансовите суми се изплащат от компетентния орган в рамките на три месеца след представяне на доказателство, че обезпечението е внесено.

3. След като помощта бъде изплатена от компетентния орган, обезпечението съгласно параграф 1 се освобождава.

Ако правото на помощи е загубено съгласно член 36, параграф 1, буква а), цялото обезпечение не се възстановява.

Когато прилагането на член 36, параграф 1, буква б) води до такава сума на помощта, която е по-ниска от вече изплатената сума, обезпечението се намалява със 120 % от помощта, платена свръх дължимата сума. Обезпеченията, които са намалени по този начин, се освобождават не по-късно от три месеца след датата на изтичане срока на договора.

Държавите-членки внасят необходимите изменения във връзка с прилагането на клаузата, предвидена в член 29, параграф 5 i).

11. Третият параграф на член 43 се заменя със следния текст:

„За целите на дестилационните операции, упоменати в настоящия дял, държавите-членки предприемат необходимите стъпки, за да гарантират спазването на задълженията, посочени във втория параграф.”

12. Член 45 се изменя, както следва:

а) в параграф 1 се прибавя следната алинея:

„Държавите-членки могат да постановят тази доставка да се извърши преди датата, посочена в първа алинея.”

б) Заличава се параграф 2.

13. Член 46, параграф 3, буква а) ii) се заменя със следния текст:

„(ii) във винарска зона В: 2 литра чист алкохол, по неговото действително или потенциално съдържание/100 килограма, там където този алкохол се получава от сортове, посочени в списъка на сортовете грозде, одобрени за дадената административна единица като сортове, различни от сортовете грозде за вино; литри чист алкохол, по неговото действително или потенциално съдържание /100 килограма, там където тези литри се получават от сортовете, посочени в списъка, одобрен за дадената административна единица, единствено като сортове грозде за вино;”.

14. Член 48 се заменя със следния текст:

„Член 48

Помощи, които се изплащат на дестилаторите

1. Помощта съгласно член 27, параграф 11, буква а) от Регламент (ЕО) № 1493/1999, се определя на обемни проценти алкохол и на хектолитри продукт, получен чрез дестилация, както следва:

а) за неутрален алкохол:

- получен от джибри: 0,8453 EUR;
- получен от вино и остатък от вино: 0,4106 EUR;

б) за алкохол, дестилиран от джибри и дестилати, или суров алкохол, получен от джибри с алкохолно съдържание най-малко 52 об. %: 0,3985 EUR;

в) за винен алкохол и суров алкохол, получен от вино и остатък от вино: 0,2777 EUR.

Когато дестилаторът доказва, че дестилатът или суровият алкохол, получен чрез дестилация на джибри, е използван по начин, различен от начина за използване на алкохол, дестилиран от джибри, се изплаща допълнителна сума от 0,3139 EUR на обемен процент.

2. Не се полага помощ за количества вино, предадени за дестилация, които превишават задължението на производителя, посочени в разпоредбите на член 45, с повече от 2 %.”

15. Член 49 се изменя, както следва:

а) параграф 2 се заменя със следния текст:

„2. Производители, които по време на въпросната винарска година не произведат повече от 25 хектолитра вино или мъст в собствен имот, се освобождават от задължението да предават количества за дестилация.”

б) прибавя се следният параграф 4:

„4. Съгласно член 27, параграф 8 от Регламент (ЕО) № 1493/1999, държавите-членки могат да постановят по отношение на цялата си територия или на част от нея, че производители, които не превишават определено производствено ниво, като продукцията им е произведена изцяло в собствен имот, се освобождават от задължението да доставят страничните продукти, посочени в параграфи 3 и 6 от същия член, като изтеглят тези продукти и ги поставят под наблюдение. От друга страна, това производствено ниво не може да превишава 80 хектолитра вино или мъст.”

16. Първият параграф на член 58 се заменя със следния текст:

„Производителите, за които се отнася някое от задълженията, посочени в членове 45 и 54, и които са доставили най-малко 90 % от количеството продукт, който са длъжни да доставят, преди 15 юли на текущата винарска година, могат да изпълнят задължението си, като доставят останалото количество преди дата, посочена от националния компетентен орган, която обаче не може да бъде след 31 юли на следващата винарска година.”

17. Член 60 се изменя, както следва:

а) към параграф 5 се прибавя следната втора алинея:

„В случай на дестилация, посочена в член 28 от Регламент (ЕО) № 1493/1999, и когато държавата-членка диференцира откупната цена в зависимост от добива на хектар, съгласно член 55, параграф 2, периодът, посочен в първа алинея, се определя на седем месеца.”

б) параграф 6 се зачерква.

18. Член 62 се изменя, както следва:

а) параграф 2 се заменя със следния текст:

„2. Цената, която трябва да се изплати от компетентния орган на дестилатора за доставения му продукт, се определя в обемни проценти на хектолитър, както следва:

а) дестилация съгласно член 27 от Регламент (ЕО) № 1493/1999:

- суров алкохол, получен от джибри: 1,872 EUR;
- суров алкохол, получен от вино и остатък от вино: 1,437 EUR;

б) дестилация съгласно член 28 от Регламент (ЕО) № 1493/1999:

- суров алкохол, получен от вино: 1,799 EUR.

Когато алкохолът е складиран в помещенията, в които е произведен, горните цени се намаляват с 0,5 EUR на хектолитър алкохол.”

б) параграф 3 се заличава.

19. Следният трети параграф се прибавя към член 67, параграф 1:

„Авансовото плащане върху цената, която следва да се плати на дестилаторите от страна на интервенционната агенция, която може да бъде разрешена за дестилацията, упомената в член 30 от Регламент (ЕО) №1493/1999, е същата, както и помощта, предвидена във втория параграф.”

20. Член 73 , параграф 2 се заличава.

21. Член 74 се изменя, както следва:

а) параграф 4 се заменя със следното:

„4. Интервенционната агенция си възстановява от производителя сума, равна на цялата или на част от помощта или от аванса, който следва да се изплати на дестилатора, в случаите, в които даден продукт не отговаря на изискванията, постановени от Общностните правила за конкретната дестилационна процедура, поради една от долупосочените причини:

- а) непредставяне на декларацията за реколтата, продукцията или складовата наличност в рамките на определения срок;

б) представяне на декларация за реколта, продукцията или складова наличност, която по мнението на компетентния орган на държавата-членка е непълна или неточна, при което липсващата или неточна информация е от съществено значение за дадената мярка.

в) неизпълнение на задълженията, постановени в член 37 от Регламент (ЕО) № 1493/1999, при което нарушението е открито или се изпраща на дестилатора след плащането на минималната цена въз основа на предишни декларации.

В случая, предвиден в буква а) на първа алинея, сумата, която подлежи на възстановяване, се определя съгласно правилата, постановени в член 12 от Регламент (ЕО) № 282/2001 на Комисията⁸.

В случая, предвиден в буква б) на първа алинея, сумата, която подлежи на възстановяване, се определя съгласно правилата, постановени в член 13 от Регламент (ЕО) №1282/2001 на Комисията.”

В случая, предвиден в буква в) на първа алинея, сумата, която подлежи на възстановяване, възлиза на цялата помощ или целия аванс, изплатен на дестилатора.”

б) Прибавя се следният параграф 5:

„5. Ако бъде установено, че дестилаторът не е платил покупната цена на производителя в рамките на срока, посочен в член 65, параграф 7, интервенционната агенция изплаща на производителя, преди 1 юни на следващата винарска година, сума, която е равна на помощта или на аванса, в зависимост от случая, чрез интервенционната агенция в държавата-членка на производителя. В този случай на дестилатора не се дължи помощ или авансова сума.”

22. Член 86 се заменя със следния текст:

„Член 86

Обявяване на тръжни процедури

Комисията, като действа в съответствие с процедурата, постановена в член 75 от Регламент (ЕО) № 1493/1999, може да публикува една или повече покани за участие в търг всяко тримесечие с цел експорт за трети страни и с крайна употреба само в сектора на горивата. Този алкохол трябва да бъде внесен и дехидриран в трета страна с крайна цел на употреба – в сектора на горивата, само в трета страна.”

23. Член 91 се изменя, както следва:

а) трета алинея на параграф 7 се заменя със следния текст:

⁸ ОВ L 176, 29.6.2001 г., стр. 14.

„Заповедта за изнасяне трябва да съдържа датата, до която алкохолът трябва да бъде изнесен физически от складовете на съответната интервенционна агенция. Крайният срок за изнасянето не може да превишава осем дена от датата на издаване на заповедта за изнасяне. От друга страна, ако заповедта се отнася за повече от 25 000 хектолитра, крайният срок може да възлиза на повече от осем дена, но не – на повече от 15 дена.”

б) параграф 10 се заменя със следния текст:

„10. Алкохолът трябва да бъде изнесен физически от складовете на всяка заинтересована интервенционна агенция в срок, който се определя въз основа на процедурата, постановена в член 75 от Регламент (ЕО) № 1493/1999.”

24. Член 95, параграф 6 се заменя със следния текст:

„6. Алкохолът трябва да бъде изнесен физически от складовете на всяка заинтересована интервенционна агенция в срок, който се определя, когато се открива публичната продан в съответствие с процедурата, постановена в член 75 от Регламент (ЕО) № 1493/1999.”

25. Член 95, параграф 3 се заличава.

26. Следният параграф 4 се добавя към член 101:

„4. Без да се накърняват разпоредбите на параграф 1, когато алкохолът се изнася за трети страни с цел крайна употреба само за сектора на горивата, проверките относно действителната му употреба се извършват до момента, в който алкохолът се смеси с денатуриращото вещество в страната на назначение.

Когато алкохолът се пласира с цел употреба като биоетанол в Общността, тези проверки се извършват до момента, в който алкохолът бъде доставен в предприятие за масла, което използва биоетанол, или в дружество, одобрено съгласно разпоредбите на член 92, в което надзорът съгласно алинея 3 е осигурен от момента, в който алкохолът бъде доставен на това одобрено дружество.

Що се отнася до случаите, предвидени в първа и втора алинеи, въпросният алкохол трябва да остане под наблюдението на официален орган, който гарантира неговата употреба в сектора на горивата при специални данъчни разпоредби, изискващи такава крайна употреба.”

27. Следният член 102а се прибавя към дял IV:

„Член 102а

Дерогация от крайните срокове за плащане

Като изключение от разпоредбите, касаещи крайните срокове за плащане, предоставени на компетентния орган на държавите-членки съгласно разпоредбите на настоящия регламент, ако този орган има оправдани

съмнения относно правото на бенефициента на помощи, той извършва необходимите проверки, а плащането не се извършва до доказване правото на бенефициента на помощи.”

28. Член 103 се заменя със следния текст:

„Член 103

Изпращане на уведомление до Комисията

1. В случай на помощи за частно складиране на вино и мъст съгласно дял III, глава I от Регламент (ЕО) № 1493/1999, държавите-членки уведомяват за следното:

а) не по-късно от 31 декември на винарската година, последваща годината, през която са сключени договорите – за количествата гроздова мъст, преработена в концентрирана гроздова мъст или в ректифицирана концентрирана гроздова мъст по време на валидността на договора, както и за количествата, получени по този начин;

б) най-късно до 5 март на текущата винарска година – за количествата на продуктите, за които е сключен договор към 16 февруари.

2. В случай на дестилация съгласно членове 27, 28 и 30 от Регламент (ЕО) №1493/1999, държавите-членки уведомяват Комисията в края на октомври, декември, февруари, април, юни и август:

а) за количествата вино, остатък от вино и вино, подсилено с цел дестилация, дестилирани през предшестващите два месеца;

б) за количествата алкохол, класифициран като неутрален алкохол, суров алкохол и спирт, дестилиран от вино,

- произведен през предишния период;
- предаден на интервенционните агенции през предишния период,
- пласиран от интервенционните агенции през предишния период, както и процента на онези количества, които са експортирани и наложените им продажни цени,
- намиращ се на разположение на интервенционните агенции към края на предишния период.

3. Що се отнася до пласирането на алкохола, предаден на интервенционните агенции съгласно препратката в член 31 от Регламент (ЕО) №1493/1999, държавите-членки уведомяват Комисията в края на всеки месец:

а) за количествата алкохол, който е изнесен физически през предходния месец в резултат на тръжна процедура;

б) за количествата алкохол, който е изнесен физически през предходния месец в резултат на публична продажба.

4. В случай на дестилация съгласно член 29 от Регламент (ЕО) №1493/1999, държавите-членки уведомяват Комисията в края на всеки месец:

а) за количествата вино, дестилирано през предходния месец;

б) за количествата алкохол, за които са поискани вторични помощи през предходния месец.

5. В случай на помощи на концентрирана и ректифицирана концентрирана мъст съгласно член 34 от Регламент (ЕО) №1493/1999, държавите-членки уведомяват Комисията не по-късно от 31 декември на винарската година, следваща текущата:

а) за броя на производителите, които са получили помощ;

б) за количествата обогатено вино;

в) за количествата, концентрирана гроздова мъст и ректифицирана концентрирана гроздова мъст, използвана за обогатяване, изразени като потенциално алкохолно съдържание в обем на хектолитър и класифицирани по винарски зони на произход.

6. В случай на помощи за производство на гроздов сок и други хранителни продукти от този гроздов сок, съгласно разпоредбите на член 35, параграф 1, буква а) от Регламент (ЕО) №1493/1999, държавите-членки уведомяват Комисията не по-късно от 30 април за предходната винарска година:

а) за количествата суровини, които са предмет на заявления за помощи, класифицирани по тип;

б) за количествата суровини, за които е отпусната помощ, класифицирани по тип.

7. В случай на помощи на производството на някои продукти във Великобритания и Ирландия съгласно разпоредбите на член 35, параграф 1, букви б) и в) от Регламент (ЕО) № 1493/1999, държавите-членки уведомяват Комисията не по-късно от 30 април за предходната винарска година:

а) за количествата гроздова мъст и концентрирана гроздова мъст, предмет на заявления за помощи, класифицирани по винарски зони на произход;

б) за количествата гроздова мъст и концентрирана гроздова мъст, за които е отпусната помощ, класифицирани по винарски райони на произход;

в) за цените, платени от производителите и операторите за гроздовата мъст и концентрираната гроздова мъст.

8. Държавите-членки уведомяват Комисията:

а) не по-късно от 30 април, за предходната винарска година, за случаите, в които дестилаторите и производителите на подсилено вино за дестилация не са

успели да изпълнят своите задължения, както и за предприетите впоследствие действия;

б) десет дена преди края на всяко тримесечие, за действията, предприети в резултат на жалби, подадени въз основа на изключителни обстоятелства, както и за стъпките, предприети в подобни случаи от компетентните органи съгласно разпоредбите на настоящия регламент.”

29. Наименованието на приложение I се заменя със следния текст:

„Таблица за еквивалентност между потенциалното алкохолно съдържание и показанията, получени при 20° C, с рефрактометър, използван в съответствие с метода, посочен в приложението към Регламент (ЕИО) №558/93.”

30. Приложение IV се заменя с текста в приложението към настоящия регламент.

Член 2

Настоящият регламент влиза в сила в деня след публикуването му в *Официален вестник на Европейския съюз*.

Член 1, параграфи 7, 16, 19, 20, 21 и 29 се прилагат от 1 август 2000 година.

Член 1, параграфи 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 17, 18, 27 и 28 се прилагат от 1 август 2003 година.

Настоящият регламент е задължителен в своята цялост и е пряко приложим във всички държави-членки.

Съставено в Брюксел на 2 април 2003 година

За Комисията:
Franz FISCHLER
Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ

„ПРИЛОЖЕНИЕ IV

МЕТОД НА ОБЩНОСТТА ЗА АНАЛИЗ ЗА НЕУТРАЛЕН АЛКОХОЛ

I. ОБЩИ ПОЛОЖЕНИЯ

За целите на настоящото приложение:

а) границата на повторемостта е стойността, под която може да се очаква, че абсолютната разлика между два отделни резултата от проби, направени при едни и същи условия (същият оператор, същата апаратура, същата лаборатория, кратък интервал от време между пробите) е в рамките на вероятността;

б) границата на възпроизводимостта е стойността, под която може да се очаква, че абсолютната разлика между два отделни резултата от проби, направени при различни условия (различен оператор, различна апаратура и /или различни лаборатории и/или по различно време) е в рамките на вероятността.

Терминът „краен резултат” означава стойността, получена при прилагане на стандартизирания метод еднократно към една проба. Освен ако не е посочено друго, вероятността е 95 %.

II. МЕТОДИ

Въведение

1. ПОДГОТОВКА НА ПРОБИТЕ ЗА АНАЛИЗ

1.1. Общи положения

Нормалният обем на лабораторната проба за анализ трябва да бъде 1,5 л, освен ако не е нужно по-голямо количество за някое конкретно изчисляване.

1.2. Подготовка на пробите

Пробата трябва да бъде хомогенна преди анализа.

1.3. Запазване

Подготвената проба се държи винаги в херметически затворен съд, предпазващ от влага, съхраняван така, че да не се допуска влошаване на състоянието; по-конкретно, изрично се забраняват запушалки от корк, гума и пластмаса, които не трябва да влизат в пряк контакт с алкохола, както и употребата на червен восък.

2. РЕАКТИВИ

2.1. Вода

2.1.1. Когато става дума за вода за разтвор, разреждане или измиване, използва се дестилирана вода или деминерализирана вода с еквивалентна чистота.

2.1.2. Когато става дума за „разтвор” или „разреждане”, без да се спомената конкретен реактив, има се предвид воден разтвор.

2.2. Химикали

Всички химикали трябва да имат качества на аналитичен реактив, освен в случаите, когато изрично се споменава друго.

3. АПАРАТУРА

3.1. Списък на апаратурата

Списъкът на апаратурата съдържа само онези артикули, които са със специализирана употреба, както и артикулите с конкретно предназначение.

3.2. Аналитична везна

Аналитична везна е везна с точност до 0,1 mg или с по-голяма точност.

4. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

4.1. Резултати

Резултатът, посочен в аналитичния доклад, е средната стойност, получена от най-малко две измервания, чиято повтораемост (r) е задоволителна.

4.2. Изчисляване на резултатите

Освен ако не е казано друго, резултатите се изчисляват в g/hl от 100 об. %.

4.3. Брой на значещите числа

Резултатът не трябва да съдържа повече значещи числа, отколкото това е оправдано, с оглед на точността на използвания аналитичен метод.

Метод № 1: Определяне на алкохолното съдържание

Алкохолното съдържание по обем се определя в съответствие със съществуващите национални разпоредби или, в случай на спор, чрез алкохолometri или хидрометри, съгласно дефиницията им в Директива 76/765/ЕИО на Съвета от 27 юли 1976 г. относно сближаването на законодателствата на държавите-членки в областта на алкохолometriите и хидрометриите за алкохол¹.

¹ ОВ L 262, 27.9.1976 г., стр. 143.

То се изразява в обемни проценти, съгласно разпоредбите на Директива 76/766/ЕИО на Съвета от 27 юли 1976 г. относно сближаването на законодателствата на държавите-членки в областта на таблиците за алкохола¹.

Метод № 2: Оценка на цвета и/или чистотата

1. ОБХВАТ И ПОЛЕ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът позволява оценка на цвета и/или чистотата на неутралния алкохол.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Цветът и/или чистотата: цветът и/или чистотата се оценяват чрез посочената процедура.

3. ПРИНЦИП

Цветът и чистотата се оценяват визуално, чрез сравнение с вода съответно на бял и черен фон.

4. АПАРАТУРА

Стъклени цилиндри, безцветни, високи най-малко 40 см.

5. ПРОЦЕДУРА

Поставете два стъклени цилиндъра (4) на бяла или черна повърхност и напълнете единия цилиндър с пробата на ниво приблизително 40 см, а другия с вода на същото ниво.

Наблюдавайте пробата отгоре, т.е. през отвора на цилиндъра, и го сравнете с другия цилиндър.

6. ТЪЛКУВАНИЕ

Направете оценка на цвета и/или чистотата на пробата в резултат на описания по-горе (точка 5) начин на наблюдение.

Метод № 3: Определяне на времето за избистряне на перманганата

1. ОБХВАТ И ПОЛЕ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът определя времето за избистряне на перманганата от чист алкохол.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Времето за избистряне на перманганата, както е дадено в посочения метод, е броят минути, необходими за уеднаквяване на цвета на пробата с цвета на

¹ ОВ L 262, 27.9.1976 г., стр. 149.

контролната мостра, след като прибавите 1 ml от разтвор на калиев перманганат 1 mmol/l в 10 ml от пробата.

3. ПРИНЦИП

Определя се времето, необходимо за изравняване на цвета на пробата с цвета на контролната мостра след прибавяне на калиевия перманганат, и се дефинира като време за избистряне на перманганата.

4. РЕАКТИВИ

4.1. Разтвор на калиев перманганат, 1 mmol/l. Да се приготви непосредствено преди употреба.

4.2. Цветен разтвор А (червено)

- претеглят се точно 59,50 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,

- пригответе смес от 25 ml солна киселина ($P^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) и 975 ml вода,

- прибавят се кобалтов хлорид в част от сместа HCl /вода в мерителна колба от 1 000 ml и налейте до марката с останалата смес при 20° C.

4.3. Цветен разтвор Б (жълто)

- претеглят се точно 45,00 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,

- пригответе смес от 25 ml солна киселина ($P^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) и 975 ml вода, след което процедирайте с отмереното количество железен хлорид, както при цветен разтвор А

4.4. Цветен разтвор, контролен образец

Отпипетират се 13 ml от цветния разтвор А и 5,5 ml от цветния разтвор Б в мерителна колба от 100 ml, след което прибавят се вода до марката при 20° C.

Бележка:

Цветните разтвори А и Б могат да се съхраняват в контейнер при 4° C в продължение на няколко месеца; от време-навреме се приготвя пресен контролен цветен разтвор.

5. АПАРАТУРА

5.1. Неслерови тръби от прозрачно безцветно стъкло от 100 ml, градуирани на 50 ml, със запушалка от матово стъкло, или епруветки, безцветни, с диаметър от 20 mm.

5.2. Пипети от 1, 2, 5, 10 и 50 ml.

5.3. Термометър с обхват до 50° C на деления 0,1 или 0,2° C.

5.4. Аналитична везна.

5.5. Водна баня с терморегулиране при температура $20 \pm 0,5$ °C.

5.6. Мерителни колби от 100 и 1 000 ml със запушалки от матово стъкло.

6. ПРОЦЕДУРА

6.1. - Отпипетират се 10 ml от пробата в епруетка или 50 ml в Неслерова тръба,

- Поставете на водна баня при температура 20° C,

- Прибавят се 1 ml или 5 ml, в зависимост от използваното количество, 1 mmol/l KMnO_4 смесете и оставете на водна баня при температура 20° C,

- Отбележете времето,

- Отпипетират се 10 ml от цветния контролен образец в епруетка със същия диаметър или 50 ml от цветния контролен образец в Неслерова тръба,

- Наблюдавайте промяната в цвета на пробата и сравнявайте от време навреме с цвета на контролния образец на бял фон,

- Отбележете времето, в което цветът на пробата е станал еднакъв с цвета на контролния образец.

Бележка:

Внимавайте да не излагате разтвора с пробата на пряка слънчева светлина по време на теста.

7. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

7.1. Тълкуването на времето за избистряне се изразява във времето, необходимо за изравняване на цвета на епруетката с пробата с цвета на епруетката с контролния образец.

За неутрален алкохол това време трябва да бъде най-малко 18 минути при температура 20° C.

7.2. Повторяемост

Разликата във времето за двата теста, извършвани едновременно или непосредствено един след друг от един и същ лаборант и при едни и същи условия, не трябва да превишава две минути.

8. БЕЛЕЖКИ

8.1. Незначителни количества от манганов диоксид имат ефект на катализатор на реакцията; уверете си, че пипетите и епруветките, които използвате, са много грижливо почистени и че са запазени само за тази цел. Почиствайте ги със солна киселина и ги промивайте обилно с вода; по стъклото не трябва да се виждат кафяви следи.

8.2. Качеството на водата за приготвяне на разреден перманганатов разтвор (4.1) трябва да се следи внимателно; тя не трябва да съдържа никакъв перманганат. Ако не може да се получи необходимото качество, трябва да се кипне дестилирана вода и да се прибави малко количество перманганат, за да се получи много бледо розово оцветяване. След това този разтвор се охлажда и се използва за разреждане.

8.3. При някои проби обезцветяването може да се получи, без да се мине през нюанса на контролния разтвор.

8.4. Тестът с перманганата може да бъде изопачен, когато пробата алкохол за анализ не е била съхранявана в идеално почистена стъклена колба, затворена плътно със запушалка от матово стъкло, измита с алкохол, или с друга запушалка, покрита с калай или алуминий.

Метод № 4: Определяне на алдехид

1. ОБХВАТ И ПОЛЕ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът определя съдържанието на алдехид, изразен като ацеталдехид, в неутрален алкохол.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържание на алдехид: съдържанието на алдехиди, изразено като ацеталдехид, определено с помощта на посочения метод.

3. ПРИНЦИП

Цветът, получен след реакцията на пробата с реактива на Шиф, се сравнява с контролните разтвори с известно съдържание на алдехид.

4. РЕАКТИВИ

р-розанилин хидрохлорид (базов фуксин)

натриев сулфид или безводен натриев метабисулфит

солна киселина, плътност $\rho^{20} = 1.19 \text{ g/ml}$

активен въглен на прах

разтвор на нишесте, приготвен от 1 g разтворимо нишесте и 5 mg HgI_2 (консервант), суспендирани в малко студена вода, смесени с 500 ml вряла вода, варени в продължение на 5 минути и филтрирани след изстудяване

йоден разтвор, 0,05 mol/l,

1-amino-ethanol $\text{CH}_3\text{CH}(\text{NH}_2)\text{OH}$ (MW 61.08)

Реактив на Шиф:

- Разтворете 5,0 g p-розанилин хидрохлорид на прах в около 1 000 ml гореща вода в мерителна колба от 2 000 ml,
- оставят се на водна баня, ако е необходимо – докато се разтвори напълно,
- Разтворете 30 g безводен натриев сулфит (или еквивалентно количество натриев метабисулфит) в приблизително 200 ml вода и прибавят се към охладения разтвор p-розанилин,
- оставят се да почине около 10 минути,
- Прибавят се 60 ml солна киселина ($p^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$),
- Там, където разтворът е безцветен – бледо оцветяване в кафяво може да се игнорира – прибавят се вода до марката,
- Ако е необходимо, филтрирайте с малко активен въглен върху сгънат филтър, за да направите разтвора безцветен.

Бележки:

- (1) Реактивът на Шиф трябва да се приготви най-малко 14 дни преди употреба.
- (2) Съдържанието на свободен SO_2 в реактива трябва да бъде между 2,8 и 6,0 mmol/ml, pH трябва да бъде 1.

Определяне на свободен SO_2

- отпипетират се 10 ml от реактива на Шиф в колба на Ерленмайер от 250 ml,
- прибавят се 200 ml вода,
- прибавят се 5 ml от нишестения разтвор,
- титруват се с йоден разтвор 0,05 mol/l до нишесте,

Ако съдържанието на свободен SO_2 е извън посочения обхват, то трябва да бъде:

- повишено с изчисленото количество натриев метабисулфит (0,126 g $\text{Na}_2\text{SO}_3/100 \text{ ml}$ реактив на отсъстващ mmol SO_2), или
- понижено с въздух на мехурчета през реактива.

Изчисляване на свободния SO₂ в реактива.

mmol свободен SO₂/100 ml реактив:

$$= \frac{\text{Погълнатото количество йоден разтвор в ml (0,05 mol/l} \cdot 3,2 \cdot 100}{64 \cdot 10}$$
$$= \frac{\text{Погълнатото количество йоден разтвор в ml (0,05 mol/l)}{2}$$

Важно:

Ако се използват други методи за подготвяне на реактива на Шиф, трябва да се провери чувствителността на реактива, за да може по време на теста:

- да няма оцветяване с контролния безалдехиден алкохол,
- оцветяването в розово трябва да се вижда в 0,1 g ацеталдехид на hl алкохол от 100 об. %.

(3) Пречистване на търговски 1-амино-етанол:

- Разтворете напълно 5 g 1-амино-етанол в приблизително 15 ml абсолютен етанол,
- прибавят се приблизително 50 ml сух диетил етер (утаен 1-амино-етанол),
- оставете няколко часа в хладилника,
- филтрувайте кристалите и измийте със сух диетил етер,
- изсушете три до четири часа в сушилнен шкаф върху сярна киселина в частичен вакуум.

Бележка:

Чистият 1-амино-етанол трябва да бъде бял; ако не е, повторете процеса на прекристализация.

5. АПАРАТУРА

- 5.1. Колориметрични тръбички, всяка една снабдена със запушалка от матово стъкло, с вместимост 20 ml.
- 5.2. Пипети от 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml и 10 ml.
- 5.3. Водна баня, контролирана с термостат при $20 \pm 0,5^{\circ} \text{C}$.
- 5.4. Спектрофотометър с кювети с дължина на пътя 50 mm.

6. ПРОЦЕДУРА

6.1. Предварителни бележки

Когато използвате този метод за определяне на съдържанието на алдехид, уверете се, че алкохолното съдържание на пробата е най-малко 90,0 об. %. Ако не е, трябва да бъде увеличено чрез добавяне на необходимото количество безалдехиден етанол.

6.2. Калибровъчна крива

- Претеглят се точно, с помощта на аналитична везна, 1,3860 g пречистен и изсушен 1-амино-етанол.

- Поставят се в мерителна колба от 1 000 ml и прибавят се безалдехиден етанол, добавете до марката при 20° C. Разтворът съдържа 1 g/l ацеталдехид.

- Подготвят се на два етапа набор от разтвори, за да получите 10 контролни разтвора, съдържащи от 0,1 до 1,0 g ацеталдехид на 100 ml разтвор.

- определят се стойностите на поглъщане за тези контролни разтвори съгласно точка 6.3 и начертайте графика.

6.3. Определяне на съдържанието на алдехид

- Отпипетират се 5 ml от пробата в колориметрична тръбичка.

- Прибавят се 5 ml вода, смесете и оставете на постоянна температура 20° C.

- Едновременно с това пригответе контролната лабораторна проба, като използвате 5 ml безалдехиден етанол от 9 об. %, прибавят се 5 ml вода и оставете на температура 20° C.

- След това прибавят се във всяка тръбичка реактив на Шиф, затворете ги със запушалки с матово стъкло и разклатете добре.

- оставят се на водна баня в продължение на 20 минути при 20° C.

- изливат се съдържанието в кювети.

- определят се стойностите на поглъщане при 546 nm.

Бележка:

(1) За да определите стойностите на алдехида, трябва да проверите валидността на калибровъчните криви чрез сравнение с разтвора на пробата; ако не, трябва отново да пригответе калибровъчна крива.

(2) Контролната лабораторна проба трябва винаги да бъде безцветна.

7. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

7.1. Формула и метод на изчисление

Постройте графика на оптичната плътност при различна концентрация на ацеталдехид и определете концентрацията в пробата по отношение на тази диаграма.

Съдържанието на алдехид, изразено като ацеталдехид, в g/hl етанол от 100 об. % се изразява чрез:

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

където:

A = съдържанието в g/hl ацеталдехид в разтвора с пробата, определено по отношение на контролната крива,

T = алкохолното съдържание на пробата по обем, определено с метод № 1.

7.2. Повторяемост

Разликата в резултатите при двата начина на изчисление, извършвани едновременно или непосредствено едно след друго, от един и същ лаборант, с една и съща проба, при едни и същи условия, не трябва да превишава 0,1 g/hl етанол от 100 об. %.

Метод № 5: Определяне на висшите алкохоли

1. ОБХВАТ И ПОЛЕ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът определя висшите алкохоли, изразени като 2-метилпропан-1-ол, в неутрален алкохол.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържание на висши алкохоли: съдържанието на висши алкохоли, изразено като 2-метилпропан-1-ол и определено с помощта на горепосочения метод.

3. ПРИНЦИП

Поглъщателната способност на оцветените продукти, която е резултат на реакцията на висшите алкохоли и ароматен алдехид в гореща разрежена сярна киселина (реакция на Комаровски) се определя при 560 nm, коригирана по отношение на наличието на какъвто и да е алдехид в пробата, и след това сравнена с поглъщателната способност при реакцията на 2-метилпропан-1-ол в същите условия.

4. РЕАКТИВИ

4.1. Разтвор на салицил алдехид, 1 масов процент. Пригответе, като прибавите 1 g салицил алдехид в 99 g етанол от 96 об. % (без наличие на фюзелово масло (fusel oil)).

4.2. Сярна киселина, концентрирана, с плътност 1,84 g/m².

4.3. 2-метилпропан-1-ол.

4.4. Контролни разтвори на 2-метилпропан-1-ол.

Разтворете 2-метилпропан-1-ол (4.3) във воден разтвор на етанол от 96 об. %, за да получите набор от контролни разтвори, съдържащи 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 и 1,0 g 2-метилпропан-1-ол на 100 ml разтвор.

4.5. Контролни разтвори на ацеталдехид.

Пригответе контролните разтвори на ацеталдехид, както това е посочено в раздел 6.2 на метод № 4.

4.6. Етанол от 96 об. %, без наличие на висши алкохоли и алдехиди.

5. АПАРАТУРА

5.1. Спектрофотометър UV и VIS, който може да определи стойностите на поглъщане в разтвори при 560 nm.

5.2. Спектрофотометрични кювети с дължина на пътя 10, 20 и 50 mm.

5.3. Водна баня с термостатично регулиране при $20 \pm 0,5^{\circ}$ C.

5.4. Колориметрични тръбички, направени от дебело стъкло от Pyrex или от подобен материал, със запушалки от матово стъкло и съдържание приблизително 50 ml.

6. ПРОЦЕДУРА

6.1. Съдържание на алдехид

определят се съдържанието на алдехид в пробата, изразен като ацеталдехид, като използвате метанол 4.

6.2. Калибровъчна крива: 2-метилпропан-1-ол.

Отпипетират се 10 ml от всеки контролен образец с 2-метилпропан-1-ол (4.4) в 50-ml стъклени цилиндри, всеки от които е снабден със запушалка от матово стъкло. Пипетирайте 1 ml от разтвора на салицил алдехид (4.1) в цилиндрите и след това 20 ml от сярната киселина (4.2.). Смесете добре съдържанието, като наклонявате внимателно цилиндрите назад-напред няколко пъти (отвреме навреме може да повдигате леко запушалката). оставят се 10 минути на стайна температура и след това поставят се на водна баня (5.3) при температура $20 \pm$

0,5° С. След 20 минути излейте съдържанието в няколко спектрофотометрични кювети.

Точно 30 минути, след като сте добавили сярната киселина, определете поглъщателната способност на разтворите при 560 nm под вода в контролната кювета на спектрофотометъра.

Начертават се калибровъчна крива на поглъщателната способност при концентрация на 2-метилпропан-1-ол.

6.3. Калибровъчни криви – алдехиди

Повтарят се 6.2, като заместите 10-те ml във всеки контролен образец с 2-метилпропан-1-ол с 10 ml във всеки контролен образец с ацеталдехид.

Начертават се калибровъчна крива на поглъщателната способност при 560 nm при концентрация на ацеталдехид.

6.4. Определяне на пробата

Повтарят се 6.2, като заместите 10-те ml във всеки контролен образец с 2-метилпропан-1-ол с 10 ml от пробата.

Определят се поглъщателната способност на пробата.

7. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

7.1. Формула и метод на изчисление

7.1.1. Коригирайте поглъщателната способност на пробата, като извадите стойността на поглъщане, съответстваща на концентрацията на алдехид в пробата (получена от калибровъчната крива, начертана в точка 6.3.).

7.1.2. Определят се концентрацията на висши алкохоли в пробата, изразена като 2-метилпропан-1-ол, от калибровъчната крива, начертана в точка 6.2., но с правилна поглъщателна способност (7.1.1.).

7.1.3. Концентрацията на висши алкохоли, изразена като 2-метилпропан-1-ол, в грам на хектолитър етанол от 100 об. %, се изразява по следния начин:

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

където:

A = съдържанието на висши алкохоли в пробата, изчислено в точка 7.1.2.

T = алкохолното съдържание на пробата по обем, определено с метод № 1.

7.2. Повторяемост

Разликата в резултатите при двата начина на изчисление, извършвани едновременно или непосредствено един след друг, от един и същ лаборант, с една и съща проба, при едни и същи условия, не трябва да превишава 0,2 g на hl етанол от 100 об. %.

Метод № 6: Определяне на общата киселинност

1. ОБХВАТ И ПОЛЕ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът определя общата киселинност, изразена като оцетна киселина, на неутралния алкохол.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържание на общата киселинност, изразено като оцетна киселина: съдържанието на общата киселинност, изразено като оцетна киселина, определено с помощта на описания метод.

3. ПРИНЦИП

След дегазиране пробата се титрува в контролен разтвор на натриев хидроксид и се измерва киселинността като оцетна киселина.

4. РЕАКТИВИ

4.1. Разтвори на натриев хидроксид, 0,01 mol/l и 0,1 mol/l, съхранявани по начин, който свежда до минимум контакта с въглероден диоксид.

4.2. Разтвор на индигокармин (А)

- претеглят се 0,2 g индигокармин,

- разтварят се в 40 ml вода и добавете етанол до 100 g. Разтвор на фенолово червено (Б),

- претеглят се 0,2 g фенолово червено,

- разтварят се в 6 ml натриев хидроксид 0,1 mol/l и добавете с вода до марката в мерителна колба от 100 ml.

5. АПАРАТУРА

5.1. Бюрета или автоматичен титратор.

5.2. Пипета, 100 ml.

5.3. Колба с кръгло дъно и със запушалка от матово стъкло, 250 ml.

5.4. Обратен хладник със запушалка от матово стъкло.

6. ПРОЦЕДУРА

- отпипетират се 100 ml от пробата в колбата с кръгло дъно с обем 250 ml,
- прибавят се котлен камък и нагрейте за кратко време до кипене в обратния хладник,
- прибавят се по една капка от всеки индикатор – разтвори А и Б – в горещия разтвор,
- след това се титруват с натриев хидроксид 0,01 mol/l до появата на промяна в цвета, от зеленикаво-жълто към виолетово.

7. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

7.1. Формула и метод за изчисление

Съдържанието на обща киселинност, изразена като оцетна киселина в g на hl етанол, се изчислява по следния начин:

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

където:

V = брой в ml на натриевия хидроксид 0,01 mol/l, необходим за неутрализирането.

T = алкохолното съдържание на пробата по обем, определено с метод № 1.

7.2. Повторяемост

Разликата в резултатите при двата начина на изчисление, извършвани едновременно или непосредствено един след друг, от един и същ лаборант, с една и съща проба, при едни и същи условия, не трябва да превишава 0,1 g на hl етанол от 100 об. %.

Метод № 7: Определяне на естери

1. ОБХВАТ И ПОЛЕ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът определя естерите, изразени като етилацетат, в неутрален алкохол.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържание на естери: съдържанието на естери, изразено като етилацетат, определено с помощта на описания метод.

3. ПРИНЦИП

Естерите реагират количествено с хидроксиламин хидрохлорид в алкален разтвор и образуват хидроксиламик-киселини. На свой ред, тези киселини образуват цветни смеси с йоните на желязото в киселинен разтвор. Оптичната плътност на тези смеси се измерва при 525 nm.

4. РЕАКТИВИ

4.1. Солна киселина 4 mol/l.

4.2. Разтвор на железен хлорид, 0,37 mol/l в 1 mol/l солна киселина.

4.3. Хидроксиламин хидрохлорид, 2 mol/l. Да се държи в хладилник.

4.4. Разтвор на натриев хидроксид, 3,5 mol/l.

4.5. Контролни разтвори на етилацетат, съдържащи 0,0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 и 1,0 g етилацетат от 96 об. %.

5. АПАРАТУРА

5.1. Спектрофотометър с кювети с дължина на пътя 50 mm.

6. ПРОЦЕДУРА

6.1. Калибровъчна крива

- претеглят се точно 1,0 g етилацетат с помощта на аналитична везна,
- прибавят се алкохол без наличие на естери в мерителна колба с обем 1 000 ml и добавете до марката при температура 20 °C,
- подготвят се на два етапа набор от разтвори, за да получите 20 контролни разтвора, съдържащи от 0,1 до 2,0 mg етилацетат на 100 ml разтвор,
- определят се стойностите на поглъщане на контролния разтвор съгласно точка 6.2 и начертайте графика.

6.2. Определяне на съдържанието на естери

- отпипетират се 10 ml от пробата в епруветки, снабдени със запушалки от матово стъкло,
- прибавят се 2 ml разтвор на хидроксиламин хидрохлорид,
- едновременно с това се приготвя контролната лабораторна проба, като използвате етанол без наличие на естери от 96 об. % и 2 ml разтвор на хидроксиламин хидрохлорид,
- след това се прибавят 2 ml натриев хидроксид във всеки разтвор, затворете епруветките със стъклени запушалки и разклатете добре,

- оставят се 15 минути при температура 20 °C на водна вадя,
- прибавят се 2 ml солна киселина във всяка епруветка, разклатете за кратко време,
- прибавят се 2 ml разтвор на железен хлорид, смесете добре,
- излива се съдържанието в кюветите,
- определят се стойностите на поглъщателната способност при 525 nm.

7. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

7.1. Формула и метод на изчисление

Отбелязва се с графична линия оптичната плътност на контролните разтвори по отношение на тяхната концентрация.

Съдържанието на естери (изразено като етилацетат = A), което отговаря на стойността на поглъщателната способност, се разчита по графиката и се изчислява с формулата:

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

като се дава в g на hl етанол от 100 об. %,

където T = алкохолното съдържание на пробата в обемни проценти, описано съгласно метод № 1.

7.2. Повторяемост

Разликата в резултатите при двата начина на изчисление, извършвани едновременно или непосредствено един след друг, от един и същ лаборант, с една и съща проба, при едни и същи условия, не трябва да превишава 0,1 g на hl етанол от 100 об. %.

Метод № 8: Определяне на летливите азотни основи

1. ОБХВАТ И ПОЛЕ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът определя летливите азотни основи, изразени като азот, в неутрален алкохол.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържание на летливи азотни основи: съдържанието на летливи азотни основи, изразено като азот, определено с помощта на посочения метод.

3. ПРИНЦИП

Пробата се сгъстява чрез изпаряване до получаване на малък обем, в присъствие на сярна киселина, след което се определя съдържанието на амоняк чрез микродифузия.

4. РЕАКТИВИ

4.1. Сярна киселина, 1 mol/l.

4.2. Разтвор на борова киселина за индикатор. Разтворете 10 g борова киселина, 8 mg бромкрезолово зелено и 4 mg метилово червено в 30 процентов пропан-2-ол и прибавят се 30-процентов пропан-2-ол до 1 000 ml.

4.3. Разтвор на калиев хидроксид, 500 g/l, без наличие на въглероден диоксид.

4.4. Солна киселина, 0,02 mol/l.

5. АПАРАТУРА

5.1. Изпарително блюдо с достатъчна вместимост, за да приеме 50 ml от пробата.

5.2. Водна баня.

5.3. Колба на Конуей с плътно затварящ се капак; виж фиг. 1 за описание и предложение за размери.

5.4. Микробюрета с вместимост от 2 до 5 ml, градуирана в 0,01 ml.

6. ПРОЦЕДУРА

6.1. Отпипетират се 50 ml от пробата (с предполагаемо съдържание на азот по-малко от 0,2 g на hl проба при проба от 200 ml) в стъклено блюдо, прибавят се 1 ml от 1 mol/l сярна киселина (точка 4.1), сложете блюдото (точка 5.1) на водна баня (точка 5.2) и сгъстете чрез изпаряване, докато остане около 1 ml.

6.2. Отпипетират се 1 ml от индикатора – разтвор на борова киселина (точка 4.2) – във вътрешната камера на колбата на Конуей (точка 5.3) и се изплаква остатъчната течност от процеса на изпаряване (6.1) във външната камера. Колбата на Конуей се накланя леко и във външната камера се добавя около 1 ml разтвор на калиев хидроксид (точка 4.3) колкото е възможно най-бързо и колкото се може по-далеч от голямото съдържание на течност във външната камера. Веднага колбата на Конуей се затваря плътно с помощта на плътно прилепваща запушалка, намазана с мазнина.

6.3. Двата разтвора се размесват във външната камера, като се внимава да не преминава течност от едната камера в другата. Оставят се да постои два часа.

6.4. Амоняка се титрува от вътрешната камера с 0,02 mol/l солна киселина (точка 4.4) с помощта на микробюрета (точка 5.4) до неутрализиране. Обемът

на използваната киселина трябва да бъде между 0,2 и 0,9 ml; обозначете обема на използваната киселина с V_1 ml.

6.5. Контролната лабораторна проба се титрува, като действията от раздел 6.1 до 6.4 се повтарят, замествайки пробата от 50 ml в раздел 6.1 със същия обем вода. Обема на използваната солна киселина се обозначава с V_2 ml.

7. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

7.1. Формула и метод на изчисление

Съдържанието на летливи азотни основи в g на hl етанол от 100 об. %, изчислено и изразено като азот, се изчислява, както следва:

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

където

V_1 = обема, в ml, на солната киселина, използвана за неутрализиране на пробата.

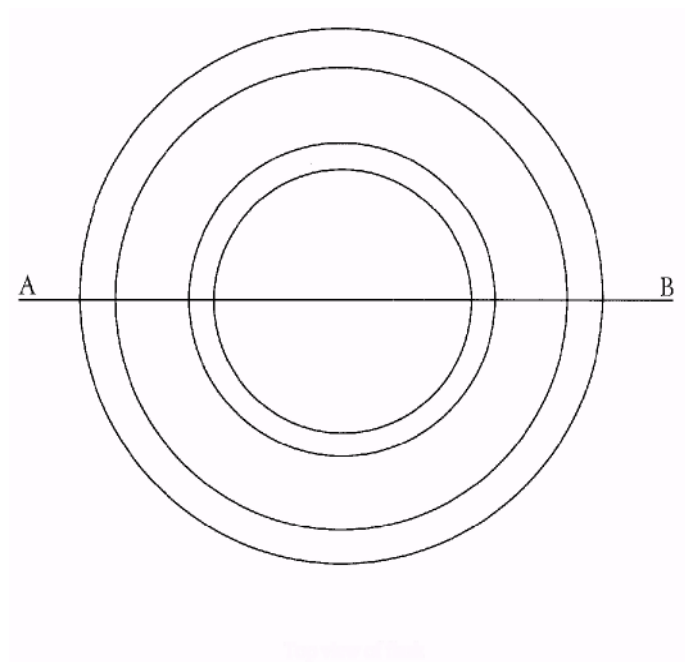
V_2 = обема, в ml, на солната киселина, използвана в контролната лабораторна проба.

T = алкохолното на пробата по обем, определено с метод № 1.

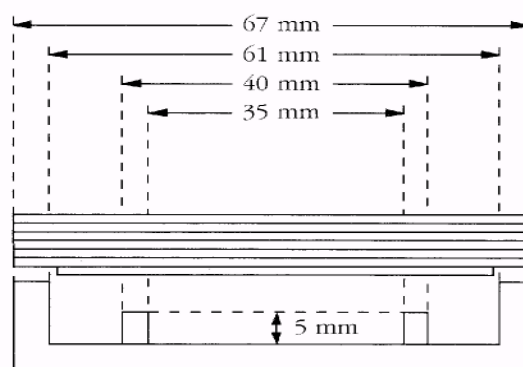
E = количеството използвана проба, в ml.

7.2. Повторяемост

Разликата в резултатите при двата начина на изчисление, извършвани едновременно или непосредствено един след друг, от един и същ лаборант, с една и съща проба, при едни и същи условия, не трябва да превишава 0,05 g на hl етанол от 100 об. %.



Поглед към колбата отгоре



Вертикално сечение по линия А – В

Дадени са най-често срещаните размери

Рис. 1 Колба на Конуей

Метод № 9: Определяне на метанол

1. ОБХВАТ И ПОЛЕ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът определя съдържанието на метанол в неутрален алкохол.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържание на метанол: съдържанието на метанол, определено с помощта на посочения метод.

3. ПРИНЦИП

Концентрацията на метанол се определя с пряко впръскване на проба в хроматографа за газове и течности.

4. ПРОЦЕДУРА

Всеки метод за изследване с хроматографа за газове и течности е подходящ, при условие, че колонките на газовия хроматограф и условията на тестването дават възможност да се постигне много точно разделение между метанола, ацеталдехида, етанола и етилацетата. Границата за откриване на метанол в етанол е по-малка от 2 g/hl.

3. ПОВТОРЯЕМОСТ

Разликата в резултатите при двата начина на изчисление, извършвани едновременно или непосредствено един след друг, от един и същ лаборант, с една и съща проба, при едни и същи условия, не трябва да превишава 2 g на hl етанол от 100 об. %.

Метод № 10: Определяне на сухия остатък

1. ОБХВАТ И ПОЛЕ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът определя съдържанието на сух остатък от неутрален алкохол.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Съдържание на сух остатък: съдържанието на сух остатък, определено с помощта на посочения метод.

3. ПРИНЦИП

Кратна част от пробата се изсушава при температура 103 °C, а сухият остатък се определя гравиметрично.

4. АПАРАТУРА

4.1. Водна баня, кипяща.

4.2. Изпарително блюдо с подходящ обем.

4.3. Сушилнен шкаф, който съдържа прясно активиран силикагел (или друг подходящ изсушител) и индикатор за влажност.

4.4. Аналитична везна.

4.5. Пещ с термостатичен контрол при температура 103 ± 2 °C.

5. ПРОЦЕДУРА

Претеглят се прецизно, с точност до 0,1 mg, чисто сухо изпарително блюдо (точка 4.2) (стойност m_0). Отпипетират се подходящ обем от пробата в блюдото, ако се налага с няколко действия (100 – 250 ml) (стойност V_0 ml). Блюдото се поставя с пробата на кипяща водна баня

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

6.1. Формула и метод на изчисление

Съдържанието на сух остатък към g/hl етанол от 100 об. % се изразява по следния начин:

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

където:

M_0 = масата, в g, на чистото сухо блюдо,

M_1 = масата, в g, на блюдото и остатъка след изсушаване,

V_0 = обемът на пробата, взета за изсушаване, и

T = алкохолното съдържание на пробата по обем, определено с метод № 1.

6.2. Повторяемост

Разликата в резултатите при двата начина на изчисление, извършвани едновременно или непосредствено едно след друго, от един и същ лаборант, с една и съща проба, при едни и същи условия, не трябва да превишава 0,1 g на hl етанол от 100 об. %.

Метод № 11: Граничен тест за отсъствие на фурфурол

1. ОБХВАТ И ПОЛЕ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът открива наличие на фурфурол в неутрален алкохол.

2. ДЕФИНИЦИЯ

Откриване на концентрация на фурфурол с граничен тест: резултатът от граничния тест, определен с помощта на посочения метод.

3. ПРИНЦИП

Алкохолната проба се смесва с анилин и кристална оцетна киселина. Наличието на фурфурол се доказва чрез появата на розово-оранжево оцветяване, което се появява в разтвора двадесетина минути след смесването.

4. РЕАКТИВИ

4.1. Анилин, прясно дестилиран.

4.2. Оцетна киселина, кристална.

5. АПАРАТУРА

Тръби, снабдени със запушалки от матово стъкло..

6. ПРОЦЕДУРА

Отпипетират се 10 ml от пробата в тръба (5); прибавят се 0,5 ml анилин и 2 ml кристална оцетна киселина. Тръбата и съдържанието се разклащат, за да се смесят добре.

7. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

7.1. Тълкувание на граничния тест

Ако времето за поява на каквото и да е розово-оранжево оцветяване в тръбата е по-малко от 20 минути, тестът е положителен и пробата съдържа фурфурол.

7.2. Наблюдение

Резултатите от два гранични теста, извършвани едновременно или непосредствено едно след друго, от един и същ лаборант, с една и съща проба, при едни и същи условия, трябва да бъдат идентични.

Метод № 12: UV тест

1. МАЩАБИ

Методът определя оптичната прозрачност на неутрален алкохол.

2. ПРИНЦИП

Измерва се оптичната прозрачност на пробата при дължина на вълната от 220 до 270 nm, като се сравнява с позната контролна проба с висока оптична прозрачност.

3. АПАРАТУРА

3.1. Спектрофотометър UV-VIS.

3.2. Кварцови кювети с дължина на пътя 10 mm и същата спектрална трансмисия.

4. РЕАКТИВИ

n-Хексан за спектроскопията.

5. ПРОЦЕДУРА

- Изплакват се до чисто кювети с разтвор от пробата и след това вътре се излива пробата; изсушават се кюветите от външната страна.
- с контролната кювета се постъпва по същия начин, но с n-хексан, и се напълва;
- определят се стойностите на поглъщателната способност и се начертава графика.

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Стойностите на поглъщателната способност при 270, 240, 230 и 220 nm не трябва да превишават следните цифри: 0,02, 0,08, 0,18 и 0,3.

Кривата на поглъщане трябва да бъде гладка и равномерна.

Метод № 13: Определяне на съдържанието на ^{14}C в етанол

1. МЕТОД ЗА ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ТИПА АЛКОХОЛ

Определянето на съдържанието на ^{14}C в етанол позволява да се направи разграничение между алкохол от изкопаеми горива (синтетичен алкохол) и алкохол от пресни суровини (алкохол в резултат на ферментация).

2. ДЕФИНИЦИЯ

Подразбира се, че съдържанието на ^{14}C в етанол е съдържанието на ^{14}C , определено с помощта на посочения метод.

Естественото съдържание на ^{14}C в атмосферата (контролната стойност), при което той се поглъща от живата растителност чрез асимилация, не е постоянна величина. Затова контролната стойност се определя за етанол, получен от суровини от най-нов вегетационен период. Тази годишна референтна стойност се определя всяка година чрез съвместни анализи, организирани от Бюрото на Общността за референции и Съвместния изследователски център, Испра.

3. ПРИНЦИП

Съдържанието на ^{14}C в проби, съдържащи алкохол с най-малко 85 об. % етанол, се определя пряко, с броене на сцинтилация в течност.

4. РЕАКТИВИ

4.1. Толуенов сцинтилатор.

5,0 g 2,5-дифенилоксазол (PPO)

0,5 g p-bis-[4-метил-5-фенилоксазолил(2)]-бензен (диметил-POPOP) в 1 l толуен за лабораторен анализ

Могат да се използват също сцинтилатори, които се продават в търговската мрежа, и имат същите характеристики.

4.2. ^{14}C контролен образец

n-Хексадекан ^{14}C с дейност около 1×10^6 dpm/g (приблизително $1,67 \times 10^6$ cBq/g) и гарантирана точност на определяната дейност от $\pm 2\%$ rel.

4.3. Етанол без наличие на ^{14}C

Синтез на алкохол от суровини от изкопаеми горива с най-малко 85 масови проценти с цел определяне на фона.

4.4. Алкохол от пресни суровини от най-нов вегетационен период, с най-малко 85 масови процента етанол като контролен образец.

5. АПАРАТУРА

5.1. Многоканален течен спектрометър-сцинтилатор с процесор и автоматична външна стандартизация и дисплей за съотношението външен стандарт / канал (обичаен дизайн: три метрични канала и два външни стандартни канала).

5.2. Ниско-калиеви тръби за броене, подходящи за спектрометъра, с тъмни запушалки на винт, съдържащи полиетиленова втулка.

5.3. Мерителни пипети, 10 ml.

5.4. Автоматично дозиращо устройство, 10 ml.

5.5. Колба с кръгло дъно с вместимост 250 ml, със запушалка от матово стъкло.

5.6. Апарат за дестилиране на алкохол с нагревателен кожух, напр. от типа Misco.

5.7. Микролитрова спринцовка, 50 μg .

5.8. Пикнометрична фуния, пикнометри, 25 ml и 50 ml.

5.9. Термостат с температурна стабилност $\pm 0,01^\circ \text{C}$.

5.10. Официални таблици за алкохола, съгласно Директива на Съвета от 27 юли 1976 г. относно сближаването на законодателството на държавите-членки по отношение на таблиците за алкохола, публикувани от Комисията на Европейските общности (ISBN 92-825-0146-9).

6. ПРОЦЕДУРА

6.1. Регулиране на апаратурата

Апаратурата се регулира в съответствие с инструкциите на производителя. Условието за измерване са оптимални, когато стойността E_2/B – индексът за качество – е максимална.

$E =$ ефективност

$B =$ фон

Оптимизират се само два метрични канала. Третият се оставя свободен с контролна цел.

6.2. Избор на тръбите броячи

Голям брой тръби броячи – по-голям от броя, който ще бъде необходим после – се напълват с по 10 ml етанол от синтез, без наличие на ^{14}C , и 10 ml в толуеновия сцинтилатор. Всяка една се измерва най-малко в продължение на x 100 минути. Тръбите, чийто фон варира с повече от $\pm 1\%$ rel. от средната стойност, не се използват. Могат да се използват само нови тръби – от един и същ производител или от една и съща партия.

6.3. Определяне на съотношението външен стандарт / канал (ESCR)

По време на процеса на нагласяване на каналите (точка 6.1.), ESCR се определя с помощта на подходяща компютърна програма, по-конкретно – за определяне на ефективността. Използваният външен стандарт е $^{137}\text{цезий}$, и той е вграден от производителя.

6.4. Подготовка на пробата

Могат да се измерват проби със съдържание на етанол най-малко 85 масови процента и без наличие на примеси, които поглъщат под 450 nm. Ниският остатък на естери и алдехиди не е проблем. След като се изхвърлят първите няколко ml, пробата се дестилира директно в пикнометъра, а алкохолното съдържание на пробата се определя с пикнометрия. Стойностите се вземат от Официалните таблици за алкохола.

7. ИЗМЕРВАНЕ НА ПРОБИТЕ С ПОМОЩТА НА ВЪНШНА КОНТРОЛА

7.1. Проби със слабо намалена интензивност на светене, като тези, описани в т. 6.4, чието ESCR е приблизително 1.8, могат да се измерят чрез ESCR, което дава единица за ефективност.

7.2. Измерване

10 ml от всяка проба, приготвена съгласно точка 6.4, се пипетира в избрана тръба брояч, проверена за фон, и с помощта на автоматично броящо устройство се прибавят 10 ml толуенов сцинтилатор. Пробите в тръбите се хомогенизират с подходящи кръгови движения; течността не трябва да мокри полиетиленовата втулка в запушалката. Тръба с ^{14}C етанол от изкопаемо гориво се приготвя по същия начин, с цел измерване на фона. За проверка на съответната годишна стойност ^{14}C се приготвя дубликат от пресен етанол от най-нов вегетационен период, като тръбата се смесва с вътрешната контрола (виж точка 8).

Контролната проба и фоновата проба се поставят в началото на серията от измервания, която не трябва да обхваща повече от 10 проби за анализ. Общото време за измерване на проба е най-малко 2 x 100 минути, при което отделните проби се измерват на етапи от по 100 минути, за да може да се забележи всякакво отклонение в апаратурата или друг дефект. (Затова един цикъл съответства на мерителен интервал от 100 минути на проба.).

На всеки четири седмици се приготвят пресни фонове и контролни проби.

Методът изисква малко време и материали и е особено подходящ за неспециализирани лаборатории, които обработват голямо количество проби.

При проби със слабо намалена интензивност на светене (ESCR приблизително равно на 1,8), ефективността почти не се влияе от изменението на тази стойност. Ако изменението е в рамките на $\pm 5\%$ rel., може да се очаква същата ефективност. При проби с по-силно намалена интензивност на светене, например денатурирани алкохоли, ефективността може да се определи посредством диаграма на корекция на гасненето. Ако не разполагате с подходяща компютърна програма, използвайте вътрешната контрола и ще получите недвусмислен резултат.

8. ИЗМЕРВАНЕ НА ПРОБИТЕ С ПОМОЩТА НА ВЪТРЕШНА КОНТРОЛА ^{14}C

8.1. Процедура

Контролната и фоновата проби (пресни и изкопаеми горива) и непознатият материал се измерват поотделно като дубликати. Една проба от дубликата се приготвя в не-селектирана тръба; прибавя се точно дозирано количество (30 μl) хексадекан ^{14}C като вътрешна контрола (прибавена активност около 26 269 dpm/gC приблизително 43 782 cBq/gC). За подготовката на пробата и времето за измерване на другите проби вж. точка 7.2, но мерителното време за пробите с вътрешната контрола може да се намали до около пет минути, като се нагласи предварително на 10^5 импулса. По един дубликат от фоновата проба и от контролната серия се използва за мерителната серия; те се поставят в началото на мерителната серия.

8.2. Работа с вътрешната контрола и с тръбите за броене

С цел да се избегне замърсяване при работа с вътрешната контрола, тръбите трябва да се съхраняват и манипулират грижливо, далеч от мястото, на което се приготвят и измерват пробите за анализ. След измерване и проверка за фон, тръбите могат да се използват повторно. Запушалките на винт и тръбите с вътрешната контрола се изхвърлят.

9. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

9.1. Единицата мярка за активност на радиоактивно вещество е бекерел; 1 Bq = 1 разпад в секунда.

Показанието за специфична радиоактивност се изразява в бекерели на грам въглерод = Bq/gC.

Ако искате да получите по-практически резултати, най-добре е да изразявате резултатите в сантибекерели = cBq/gC.

Описанието и формулите, използвани в литературата и основаващи се на dpm, могат засега да бъдат запазени. За да получите съответния израз в cBq, просто умножете стойността, получена в dpm, по 100/60.

9.2. Изразяване на резултатите с външна контрола

$$\text{cBq/gC} = \frac{(\text{cpm}_{\text{pr}} - \text{cpm}_{\text{NE}}) \cdot 1,918 \cdot 100}{V \cdot F \cdot Z \cdot 60}$$

9.3. Изразяване на резултатите с вътрешна контрола

$$\text{cBq/gC} = \frac{(\text{cpm}_{\text{pr}} - \text{cpm}_{\text{NE}}) \cdot \text{dpm}_{\text{IS}} \cdot 1,918 \cdot 100}{(\text{cpm}_{\text{IS}} - \text{cpm}_{\text{pr}}) \cdot V \cdot F \cdot 60}$$

9.4. Съкращения

cpm_{pr} = средна стойност на броене на проба спрямо общото време на измерване.

cpm_{NE} = средна степен на фонове импулси, изчислена по същия начин.

cpm_{IS} = сборът от прибавената вътрешна контрола (сверяване на радиоактивността в dpm).

dpm_{IS} = количеството на прибавената вътрешна контрола (сверяване на радиоактивността в dpm).

V = обем на използваните проби в ml.

F = съдържание в грамове чист алкохол на ml, съответстващо на неговата концентрация.

Z = ефективност, съответстваща на стойността ESCR.

1,918 = брой грама алкохол на грам въглерод.

10. НАДЕЖДНОСТ НА МЕТОДА

10.1. Повторяемост (r)

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

10.2. Съпоставимост (R)

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