

KOMMISSIONENS FORORDNING (EF) Nr. 625/2003

af 2. april 2003

om ændring af forordning (EF) nr. 1623/2000 om gennemførelsesbestemmelser til Rådets forordning (EF) nr. 1493/1999 om den fælles markedsordning for vin for så vidt angår markedsmekanismer

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets forordning (EF) nr. 1493/1999 af 17. maj 1999 om den fælles markedsordning for vin ⁽¹⁾, senest ændret ved forordning (EF) nr. 2585/2001 ⁽²⁾, særlig artikel 26, 33 og 36, og

ud fra følgende betragtninger:

- (1) I afsnit I, kapitel I, i Kommissionens forordning (EF) nr. 1623/2000 ⁽³⁾, senest ændret ved forordning (EF) nr. 1795/2002 ⁽⁴⁾, er der fastsat bestemmelser for støtteordningen for anvendelse af druer, druemost, koncentreret druemost og rektificeret koncentreret druemost. Erfaringerne viser, at det er nødvendigt at præcisere bestemmelserne for de spiselige produkter, der ikke er omfattet af ordningen, at lempe de administrative byrder for virksomheder, der bruger og forarbejder saft, og at indføre passende foranstaltninger til kontrol med saftens anvendelse. Andelen af de spiselige produkter, som kontrolforanstaltningerne skal omfatte, skal være større end på andre områder, fordi produktet ofte anvendes i en anden medlemsstat end den, hvor støtten udbetales.
- (2) I forbindelse med støtten til anvendelse af druemost med henblik på at forhøje alkoholindholdet i vinavlsprodukter bør henvisningen til metoden til bestemmelse af alkoholindholdet ændres. For at lette arbejdet for medlemsstaterne bør de selv administrere støtteansøgningerne. Kontrolbestemmelserne bør også præciseres, så der kan udføres en detaljeret og effektiv kontrol.
- (3) For at sikre ensartet behandling af tvister er det nødvendigt at harmonisere de bestemmelser om udbetaling af støtte, der er fastsat i de forskellige støtteordninger, som er omfattet af forordning (EF) nr. 1623/2000.
- (4) For at kunne udføre detaljeret og effektiv kontrol med støtten til privat oplagring bør man præcisere kontrolbestemmelserne og de tilladte tolerancemargener for kontrol af alkoholindholdet i druemost, koncentreret druemost og rektificeret koncentreret druemost. For at lette udbetalingen af forskud i forbindelse med denne foranstaltning er det nødvendigt at ændre den administrative procedure.
- (5) Hvad ordningen for destillation af biprodukter fra vinfremstilling angår, er det rimeligt at modulere støttebeløbet og priserne efter type biprodukter og som følge

heraf afskaffe den faste støtte og den faste pris. For at tage hensyn til de strukturelle ændringer i denne sektor bør de pågældende medlemsstater også kunne udvide fritagelsen for levering af biprodukter til at omfatte visse kategorier af producenter.

- (6) Hvis en medlemsstat beslutter at modulere den opkøbspris, som vinproducenten modtager, i forhold til udbyttet i forbindelse med den destillation, der er omhandlet i artikel 28 i forordning (EF) nr. 1493/1999, skal det være muligt at forlænge fristen for udbetaling af støtten til destillationsvirksomheden.
- (7) For at sikre, at de finansielle transaktioner i forbindelse med den krsedestillation, der er omhandlet i artikel 30 i forordning (EF) nr. 1493/1999, forløber korrekt, bør det bekræftes, at forskuddet på den pris, som interventionsorganet skal betale destillationsvirksomheden, ligestilles med støtte, der ydes i forbindelse med de øvrige destillationer.
- (8) Hvad alle destillationsforanstaltninger angår, bør bestemmelserne for anvendelse af en del af den kontrollerede vin som værende repræsentativ for hele den mængde vin, der leveres til destillation, ophæves. Forskud, der betales for krsedestillation og ligestilles med støtte, bør indføres i sanktionsordningen, og der bør fastsættes en og samme ordning for alle destillationer, så det sikres, at minimumsopkøbsprisen udbetales til vinproducenten, hvis destillationsvirksomheden svigter.
- (9) Erfaringerne viser, at bestemmelserne for afsætning af alkohol, der er fremstillet ved destillation, og som interventionsorganerne ligger inde med, bør tilpasses. Fristerne for afhentning af alkoholen bør derfor for store mængder fastsættes i hvert tilfælde for sig. For at øge afsætningsmulighederne bør de gældende geografiske afgrænsninger for salg af alkohol afskaffes. Betingelserne for kontrol med bestemmelsen af den alkohol, der anvendes i brændstofsektoren, bør også præciseres.
- (10) Da forvaltningen af interventionsforanstaltninger indebærer, at medlemsstaterne sender en lang række oplysninger til Kommissionen, bør der fastsættes bestemmelser herom.
- (11) Der bør derfor foretages ændringer i forordning (EF) nr. 1623/2000.

⁽¹⁾ EFT L 179 af 14.7.1999, s. 1.

⁽²⁾ EFT L 345 af 29.12.2001, s. 10.

⁽³⁾ EFT L 194 af 31.7.2000, s. 45.

⁽⁴⁾ EFT L 272 af 10.10.2002, s. 15.

- (12) Visse ændringer, der går ud på at tydeliggøre og præcisere eksisterende bestemmelser, er til fordel for de erhvervsdrivende. De bør derfor anvendes med tilbagevirkende kraft.
- (13) Andre ændringer går ud på at forbedre vilkårene for særskilte afsætningsforanstaltninger for alkohol. De bør derfor anvendes fra den dato, hvor forordningen offentliggøres.
- (14) Det store flertal af ændringerne omfatter tekniske ændringer af foranstaltninger til forvaltning af markedet. For ikke at forstyrre forløbet af indeværende produktionsår bør sidstnævnte ændringer anvendes fra begyndelsen af det følgende vinproduktionsår.
- (15) De i denne forordning fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Forvaltningskomitéen for Vin —

UDSTEDT FØLGENDE FORORDNING:

Artikel 1

I forordning (EF) nr. 1623/2000 foretages følgende ændringer:

- 1) Kapitel I i afsnit I affattes således:

»KAPITEL I

FREMSTILLING AF DRUESAFT

Artikel 3

Støttens formål

Der ydes i henhold til artikel 35, stk. 1, litra a), i forordning (EF) nr. 1493/1999 støtte til forarbejdningsvirksomheder:

- a) der selv er producenter eller sammensluttede producenter, og som forarbejder eller lader forarbejde druer fra egen høst samt druemost og koncentreret druemost, der udelukkende er fremstillet af druer fra egen høst, til druesaft, eller
- b) som hos producenterne eller de sammensluttede producenter direkte eller indirekte køber druer høstet i Fællesskabet samt druemost og koncentreret druemost med henblik på forarbejdning til druesaft.

Den druemost og koncentreret druemost, der anvendes, skal stamme fra druer, som er dyrket i EF.

Artikel 4

Fremstilling af andre spiselige produkter af druesaft

Den fremstillede druesaft eller koncentrerede druesaft kan forarbejdes til ethvert andet spiseligt produkt end vinavlsprodukter, der er omhandlet i bilag I til forordning (EF) nr. 1493/1999, eller produkter, der er omhandlet i artikel 35, stk. 1, litra b) og c), i nævnte forordning.

Artikel 5

Tekniske krav til produkterne

1. Råvarerne til fremstilling af druesaft som omhandlet i artikel 3 skal være af sund og sædvanlig handelskvalitet og egnet til forarbejdning til druesaft.
2. Den anvendte druemost og den most, der er fremstillet af de anvendte druer, skal have en massefylde på mellem 1,055 og 1,100 g/cm³ ved 20 °C.
3. Druesaft, der anvendes til fremstilling af spiselige produkter, skal være i overensstemmelse med Rådets direktiv 2001/112/EF (*).

Artikel 6

Administrative kontrolbestemmelser for forarbejdningsvirksomhederne

1. Forarbejdningsvirksomheder, der fremstiller druesaft i hele produktionsåret, forelægger inden hvert produktionsårs begyndelse medlemsstatens myndigheder et forarbejdningsprogram for druesaft. Fremstiller en forarbejdningsvirksomhed for første gang druesaft efter produktionsårsrets begyndelse, skal programmet udarbejdes inden påbegyndelsen af fremstillingen.

Forarbejdningsprogrammet omfatter følgende oplysninger:

- a) arten af råvarerne til forarbejdning (druer, druemost eller koncentreret druemost)
- b) oplagringsstedet for druemosten og den koncentrerede druemost til forarbejdning
- c) det sted, hvor forarbejdningen skal foregå.

2. Forarbejdningsvirksomheder, der kun fremstiller druesaft på bestemte datoer, forelægger mindst tre arbejdsdage inden fremstillingens påbegyndelse medlemsstatens myndigheder en forarbejdningserklæring.

Forarbejdningserklæringen omfatter følgende oplysninger:

- a) de i stk. 1, andet afsnit, omhandlede oplysninger
- b) mængden af druer eller druemost eller koncentreret druemost til forarbejdning
- c) druemstens og den koncentrerede druemosts massefylde
- d) tidspunktet for forarbejdningens påbegyndelse og dens forventede varighed.

Erklæringen skal mindst omfatte en mængde på:

- a) 1,3 t for druer
- b) 10 hl for druemost
- c) 3 hl for koncentreret druemost.

3. Medlemsstaterne kan anmode forarbejdningsvirksomhederne om oplysninger udover de i stk. 1 og 2 omhandlede oplysninger.

4. Medlemsstatens myndigheder påtegner de i stk. 1 og 2 fastsatte programmer eller erklæringer og sender kopi heraf til forarbejdningsvirksomheden.

5. Uanset stk. 1, 2 og 3 kan medlemsstaterne fastsætte forenkede procedurer for forarbejdningsvirksomheder, som pr. produktionsår anvender højst 5 t druer eller 40 hl druemost eller 12 hl koncentreret druemost.

6. Forarbejdningsvirksomheden fører lagerregnskab. Lagerregnskabet skal indeholde følgende oplysninger fra de ledsagedokumenter eller ind- og udgangsbøger, der er omhandlet i artikel 70 i forordning (EF) nr. 1493/1999:

- mængde og massefylde for de råvarer, der hver dag er indgået på anlæggene, og i givet fald sælgers navn og adresse
- de dagligt anvendte råvarers mængde og massefylde
- den mængde druesaft, der dagligt er blevet fremstillet
- den mængde druesaft, der dagligt er udgået fra dens anlæg, med oplysning om modtagers navn og adresse, eller den mængde druesaft, som forarbejdningsvirksomheden dagligt har anvendt.

Dokumentation for lagerregnskabet skal stilles til rådighed for kontrolmyndighederne ved enhver kontrol.

Artikel 7

Administrative kontrolbestemmelser for brugerne

1. I dette kapitel forstås ved »bruger« enhver erhvervsdrivende, som udfører en af følgende aktiviteter: aftapper på flaske, pakker, emballerer druesaft eller koncentreret druesaft eller oplagrer med henblik på salg til en eller flere virksomheder, som udfører aktiviteter i tidligere eller efterfølgende led, eller fremstiller andre spiselige produkter af denne druesaft.

Disse aktiviteter kan også udføres af den forarbejdningsvirksomhed, der er omhandlet i artikel 3.

2. Brugeren indgår over for myndighederne på aflæsningsstedet en skriftligt forpligtelse om ikke at forarbejde druesaften til vinavlsprodukter som omhandlet i bilag I til forordning (EF) nr. 1493/1999 eller til produkter som omhandlet i artikel 35, stk. 1, litra b) og c), i nævnte forordning.

Medlemsstaterne fastlægger, på hvilke betingelser forpligtelsen skal afgives. Forpligtelsen skal dog indgives inden anvendelsen af druesaften eller den koncentrerede druesaft og senest fire måneder efter indgivelse af støtteansøgningen som omhandlet i artikel 8.

Udførsel anses at være forenelig med denne forpligtelse.

3. Forsender en forarbejdningsvirksomhed druesaften i Fællesskabet til en bruger:

- angiver forarbejdningsvirksomheden i det i artikel 70, stk. 1, i forordning (EF) nr. 1493/1999 omhandlede ledsagedokument, om den allerede har indgivet eller vil

indgive en ansøgning om støtte til fremstilling af druesaft, samt den faktiske eller forventede dato for indgivelse af ansøgningen

- sender brugeren dette ledsagedokument til myndighederne på aflæsningsstedet senest 15 dage efter produktets modtagelse
- hvis en bruger videresender den saft, han har modtaget, til en anden erhvervsdrivende i Fællesskabet, sørger han for, at denne anden erhvervsdrivende underskriver den skriftlige forpligtelse, og han indgiver den til myndighederne inden for den frist, der er omhandlet i stk. 2, andet afsnit
- påtegner myndighederne ledsagedokumentet efter modtagelsen af den skriftlige forpligtelse og returnerer en kopi af det således på tegnede ledsagedokument til den virksomhed, der skal forarbejde den pågældende druesaft, senest 30 dage efter modtagelsen af forpligtelsen.

4. I medfør af artikel 2 i Kommissionens forordning (EF) nr. 2729/2000 (***) foretager myndighederne på grundlag af en risikoanalyse stikprøvekontrol i løbet af produktionsåret for at kontrollere, om forpligtelsen i stk. 2 er opfyldt. Kontrollen vedrører mindst 10 % af de mængder, for hvilke der blev modtaget ansøgninger om påtegning af ledsagedokumenter, jf. stk. 3, litra d), i det foregående produktionsår.

Artikel 8

Ansøgning om støtte

1. Den i artikel 6, stk. 1, omhandlede forarbejdningsvirksomhed indgiver støtteansøgningen til medlemsstatens myndigheder senest seks måneder efter produktionsårets slutning. Støtteansøgningen ledsages af følgende dokumenter:

- en kopi af det på tegnede forarbejdningsprogram
- en kopi af de i artikel 6, stk. 6, omhandlede regnskabsoplysninger eller et resumé af disse oplysninger; medlemsstaterne kan kræve, at kopien eller resuméet påtegnes af en kontrolinstans.

Medlemsstaterne kan kræve supplerende dokumenter.

2. Den i artikel 6, stk. 2, omhandlede forarbejdningsvirksomhed indgiver støtteansøgningen til medlemsstatens myndigheder senest seks måneder efter forarbejdningens afslutning. Støtteansøgningen ledsages af følgende dokumenter:

- en kopi af den på tegnede forarbejdningserklæring
- en kopi af de i artikel 6, stk. 6, omhandlede regnskabsoplysninger eller et resumé af disse oplysninger; medlemsstaterne kan kræve, at kopien eller resuméet påtegnes af en kontrolinstans.

I støtteansøgningen angives den mængde råvarer, der faktisk er forarbejdet, samt datoen for forarbejdningens afslutning.

3. Den pågældende forarbejdningsevne forelægges senest seks måneder efter indgivelsen af støtteansøgningen medlemsstatens myndigheder følgende:

- a) en kopi af ledsagedokumentet, der er påtegnet af de i artikel 7, stk. 3, litra d), omhandlede myndigheder
- b) en kopi af ledsagedokumentet, der er forsynet med det toldstedes stempel, som attesterer udførslen.

4. Uanset stk. 1 og 2 kan medlemsstaterne anvende forenkledede procedurer for forarbejdningsevner, som pr. produktionsår anvender højst 5 t druer eller 40 hl druemost eller 12 hl koncentreret druemost. Procedurerne skal være afsluttet senest seks måneder efter produktionsårets slutning.

Artikel 9

Støttebeløb og -betingelser

1. Støtten for anvendelse af druer, druemost og koncentreret druemost fastsættes pr. mængdeenhed af råvaren, der faktisk er anvendt på følgende måde:

- a) til druer: 4,952 EUR pr. 100 kg
- b) til druemost: 6,193 EUR pr. hl
- c) til koncentreret druemost: 21,655 EUR pr. hl

2. Bortset fra tilfælde af force majeure udbetales der ikke støtte for de mængder råvarer, som overstiger følgende forhold mellem råvaren og den fremstillede druesaft:

- a) 1,3 for så vidt angår druer i hkg/hl
- b) 1,05 for så vidt angår most i hl/hl
- c) 0,30 for så vidt angår koncentreret druemost i hl/hl

Ved fremstilling af koncentreret druesaft multipliceres disse koefficienter med 5.

Artikel 10

Udbetaling af støtte

Myndighederne udbetaler støtten senest tre måneder efter fremlæggelse af den dokumentation, der er fastsat i artikel 8.

Artikel 11

Udbetaling af forskud

1. Forarbejdningsevnen kan, hvis den over for myndighederne stiller sikkerhed, anmode om at få udbetalt et forskudsbeløb svarende til den i artikel 9 omhandlede

støtte, der er beregnet for de råvarer, som den godtgør er indgået til virksomhedens anlæg. Sikkerhedsstillelsen er lig med 120 % af nævnte beløb.

2. Forskuddet udbetales af myndighederne senest tre måneder efter, at der er ført bevis for sikkerhedsstillelsen. Forskuddet udbetales dog ikke før den 1. januar i det pågældende produktionsår.

3. Når myndighederne har kontrolleret hele den i artikel 8 fastsatte dokumentation, frigives den i stk. 1 omhandlede sikkerhedsstillelse helt eller delvis efter proceduren i artikel 19 i forordning (EØF) nr. 2220/85.

Artikel 11a

Sanktioner og tilfælde af force majeure

1. Hvis forarbejdningsevnen fremlægger den dokumentation, der er fastsat i artikel 8, senest seks måneder efter udløbet af fristen i nævnte artikel, nedsættes støtten med 30 %.

Hvis forarbejdningsevnen fremlægger dokumentationen med en forsinkelse på mere end seks måneder, udbetales der ikke støtte.

2. Hvis det ved en kontrol fastslås, at brugeren ikke har overholdt forpligtelserne i artikel 7, stk. 2 og 3, inddrives støtten hos forarbejdningsevnen. Er brugeren bosiddende i en anden medlemsstat end den medlemsstat, hvor forarbejdningsevnen er etableret, meddeler den pågældende medlemsstat straks den manglende overholdelse til den medlemsstat, hvor forarbejdningsevnen er etableret.

3. Hvis det konstateres, at en forarbejdningsevne ikke har overholdt de forpligtelser, der påhviler den i henhold til dette kapitel, bortset fra forpligtelsen til at forarbejde de råvarer, som der er indgivet støtteansøgning for, til druesaft, nedsættes støtten, undtagen i tilfælde af force majeure. Den pågældende medlemsstat fastsætter nedsættelsens omfang.

4. Hvis den mængde råvare, der faktisk blev anvendt, udgør mellem 95 og 99,9 % af den mængde, som der er udbetalt forskud for, inddrages hele sikkerhedsstillelsen som omhandlet i artikel 11 for den mængde, der ikke blev forarbejdet i løbet af produktionsåret.

Hvis den mængde råvare, der faktisk blev anvendt, udgør under 95 % af den mængde, som der er udbetalt forskud for, inddrages hele sikkerhedsstillelsen, undtagen i tilfælde af force majeure.

5. I tilfælde af force majeure fastlægger medlemsstatens myndigheder, hvilke foranstaltninger de finder passende ud fra de påberåbte grunde. Den underretter Kommissionen herom.

(*) EFT L 10 af 12.1.2002, s. 58.

(**) EFT L 316 af 15.12.2000, s. 16.«

2) Artikel 13, stk. 2, affattes således:

»2. Det potentielle alkoholindhold i de produkter, der er omhandlet i stk. 1, bestemmes ved at anvende tallene i sammenligningstabellen i bilag I på de værdier, der fremkommer ved en temperatur på 20 °C ved refraktometermetoden som fastsat i bilaget til Kommissionens forordning (EØF) nr. 558/93 (*).

Ved myndighedernes kontrol tillades en tolerance på 0,2.

(*) EFT L 58 af 11.3.1993, s. 50.«

3) I artikel 14 indsættes som stk. 3:

»Medlemsstaterne kan dog tillade, at der indgives flere støt-teansøgninger for en del af de foranstaltninger, der går ud på at forhøje alkoholindholdet.«

4) Som artikel 14a indsættes:

»Artikel 14a

Kontrol

1. Medlemsstaternes myndigheder træffer alle de foranstaltninger, der er nødvendige for at kontrollere identiteten og mængden af det produkt, som anvendes til at forhøje alkoholindholdet, og overholdelsen af bestemmelserne i bilag V, afsnit C og D, i forordning (EF) nr. 1493/1999.

2. Producenterne skal på ethvert tidspunkt tillade, at den i stk. 1 nævnte kontrol udføres.«

5) Artikel 16 affattes således:

»Artikel 16

Udbetaling af støtte

Myndighederne udbetaler støtten senest den 31. august efter afslutningen af indeværende produktionsår.«

6) Artikel 29, stk. 1, litra c), affattes således:

»c) talangivelsen ved 20 °C ved refraktometermetoden som fastsat i bilaget til forordning (EØF) nr. 558/93. Der tillades en tolerance på 0,5 for druemost og 1 for koncentreret druemost og rektificeret koncentreret druemost.«

7) Artikel 34, stk. 2, affattes således:

»2. De produkter, som der er indgået kontrakt for, må kun underkastes behandlinger eller ønologiske fremgangsmåder, der er nødvendige for holdbarheden, jf. dog stk. 6. Der tillades en tolerance i den mængde, der er anført i

kontrakten. Tolerancen er på 2 % for vin og 3 % for druemost, koncentreret druemost og rektificeret koncentreret druemost. Hvis der er skiftet beholder, accepteres en volumenforskydning med 3 % respektive 4 %.«

8) Som artikel 35a indsættes:

»Artikel 35a

Kontrol

1. Medlemsstaternes myndigheder træffer alle de foranstaltninger, der er nødvendige for at kontrollere identiteten og mængden af det produkt, der er indgået kontrakt om, og overholdelsen af artikel 34.

2. Producenterne skal på ethvert tidspunkt tillade, at den i stk. 1 nævnte kontrol udføres.«

9) Artikel 37 affattes således:

»Artikel 37

Udbetaling af støtte

1. Myndighederne udbetaler støtten senest tre måneder efter lagerkontraktens udløb.

2. Er kontrakten ophævet i henhold til artikel 33 eller 35, beregnes støtten i forhold til kontraktens faktiske løbetid. Myndighederne udbetaler støtten senest tre måneder fra den dag, hvor kontrakten blev ophævet.«

10) Artikel 38 affattes således:

»Artikel 38

Udbetaling af forskud

1. Producenten kan anmode om udbetaling af forskud under forudsætning af, at han over for myndighederne stiller en sikkerhed på 120 % af forskudsbeløbet. Forskudsbeløbet beregnes på grundlag af det i artikel 25 omhandlede støttebeløb for det pågældende produkt, jf. dog artikel 32.

2. Myndighederne udbetaler forskuddet senest tre måneder efter fremlæggelse af bevis for, at der er stillet sikkerhed.

3. Når myndighederne har udbetalt støtten, frigives sikkerheden i stk. 1.

Hvis der i medfør af artikel 36, stk. 1, litra a), ikke skal udbetales støtte, inddrages sikkerheden helt.

Hvis anvendelsen af artikel 36, stk. 1, litra b), medfører, at der beregnes et støttebeløb, som er lavere end det udbetalte forskud, nedsættes sikkerheden med 120 % af den for meget udbetalte støtte. Den således nedsatte sikkerhed frigives senest tre måneder efter den dag, hvor kontrakten udløber.

Medlemsstaterne foretager de nødvendige tilpasninger, hvis klausulen i artikel 29, stk. 5, nr. i), anvendes.»

11) Artikel 43, stk. 3, affattes således:

»Medlemsstaterne træffer i forbindelse med anvendelsen af de i dette afsnit omhandlede destillationer de foranstaltninger, der er nødvendige for at sikre overholdelsen af forpligtelsen i stk. 2.«

12) Artikel 45 ændres som følger:

a) I stk. 1, andet afsnit, indsættes:

»Medlemsstaterne kan fastsætte, at levering skal ske inden den dato, der er fastsat i første afsnit.«

b) Stk. 2 udgår.

13) Artikel 46, stk. 3, litra a), nr. ii), affattes således:

»ii) i vindyrkningszone C: 2 l ren alkohol (virkeligt eller potentielt) pr. 100 kg, når de stammer fra sorter, der i klassificeringen af druesorter for den pågældende administrative enhed er anført som andet end druesorter til persning; 2,8 l ren alkohol (virkeligt eller potentielt) pr. 100 kg, når de stammer fra sorter, der i klassificeringen for den pågældende administrative enhed kun er anført som druesorter til persning.«

14) Artikel 48 affattes således:

»Artikel 48

Støtte til destillationsvirksomhederne

1. Den støtte, der er omhandlet i artikel 27, stk. 11, litra a), i forordning (EF) nr. 1493/1999, fastsættes pr. % vol. og pr. hl destillat som følger:

a) neutral alkohol:

— af presserester af druer: 0,8453 EUR

— af vin og vinbærme: 0,4106 EUR

b) brændevin af presserester af druer, destillat og råalkohol af presserester af druer med et alkoholindhold på mindst 52 % vol.: 0,3985 EUR

c) vinbrændevin og råalkohol af vin og vinbærme: 0,2777 EUR.

Godtgør destillationsvirksomheden, at det destillat eller den råalkohol, den har fremstillet ved destillation af presserester af druer, er blevet anvendt på anden måde end som brændevin af presserester af druer, udbetales der et tillægsbeløb på 0,3139 EUR/% vol. alkohol/hl.

2. Der udbetales ikke støtte for de mængder vin, der leveres til destillation, og som overstiger producentens forpligtelse som omhandlet i artikel 45, med mere end 2 %.»

15) Artikel 49 ændres som følger:

a) Stk. 2 affattes således:

»2. Producenter, der i løbet af det pågældende produktionsår ikke producerer mere end 25 hl vin eller druemost på egne anlæg, kan undlade at levere.«

b) Som stk. 4 indsættes:

»4. I henhold til artikel 27, stk. 8, i forordning (EF) nr. 1493/1999 kan medlemsstaterne for hele eller en del af deres område fastsætte, at producenter, hvis produktion ikke overstiger en mængde, der skal fastlægges nærmere, og som de har produceret på egne anlæg, kan frigøres fra forpligtelsen til at levere de biprodukter, der er omhandlet i nævnte artikels stk. 3 og 6, ved at trække disse produkter tilbage under kontrol. Produktionen må dog ikke overstige 80 hl vin eller druemost.«

16) Artikel 58, stk. 1 affattes således:

»Producenter, der er underlagt en af de i artikel 45 og 54 omhandlede leveringsforpligtelser, og som senest den 15. juli i det pågældende produktionsår har leveret mindst 90 % af den mængde produkt, som de har pligt til at levere, kan opfylde denne forpligtelse ved at levere den resterende mængde inden en dato, som medlemsstatens myndigheder fastsætter. Datoen kan ikke ligge senere end den 31. juli i det følgende produktionsår.«

17) Artikel 60 ændres som følger:

a) I stk. 5 indsættes som andet afsnit:

»Med henblik på den destillation, der er omhandlet i artikel 28 i forordning (EF) nr. 1493/1999, og i tilfælde af en medlemsstats modulering af opkøbsprisen efter hektarudbyttet, jf. artikel 55, stk. 2, er fristen i første afsnit på syv måneder.«

b) Stk. 6 udgår.

18) Artikel 62 ændres som følger:

a) Stk. 2 affattes således:

»2. Den pris, som myndighederne skal betale destillationsvirksomheden for det leverede produkt, fastsættes som følger pr. % vol./hl:

a) destillation som omhandlet i artikel 27 i forordning (EF) nr. 1493/1999:

— pris for råalkohol af presserester af druer: 1,872 EUR

— pris for råalkohol af vin og vinbærme: 1,437 EUR

b) destillation som omhandlet i artikel 28 i forordning (EF) nr. 1493/1999:

— pris for råalkohol af vin: 1,799 EUR

Oplagres alkoholen i de anlæg, hvor den er fremstillet, reduceres ovenstående priser med 0,5 EUR pr. hl af produktet.»

b) Stk. 3 udgår.

19) I artikel 67, stk. 1, indsættes som tredje afsnit:

»Det forskud, som destillationsvirksomheden har modtaget på den pris, som interventionsorganet skal udbetale, og som kan fastsættes i forbindelse med anvendelse af destillation som omhandlet i artikel 30 i forordning (EF) nr. 1493/1999, kan ligestilles med den støtte, der er omhandlet i andet afsnit.«

20) Artikel 73, stk. 2, udgår.

21) Artikel 74 ændres som følger:

a) Stk. 4 affattes således:

»4. Interventionsorganet inddriver hos producenten hele eller en del af den støtte eller det forskud, der er udbetalt til destillationsvirksomheden, hvis han af en af følgende grunde ikke opfylder de betingelser, der er fastsat i EF-bestemmelserne for den pågældende destillation:

- a) producenten har ikke indsendt høst-, produktions- eller lageranmeldelse inden for de fastsatte frister
- b) producenten har indsendt en høst-, produktions- eller lageranmeldelse, som den pågældende medlemsstats myndigheder har fundet ufuldstændig eller unøjagtig, og de manglende eller unøjagtige oplysninger har afgørende betydning for foranstaltningens anvendelse
- c) producenten har ikke opfyldt de forpligtelser, der er fastsat i artikel 37 i forordning (EF) nr. 1493/1999, og dette forhold blev konstateret eller meddelt destillationsvirksomheden, efter at minimumsprisen var blevet betalt på grundlag af tidligere anmeldelser.

I det tilfælde, der er fastsat i første afsnit, litra a), bestemmes det beløb, der skal inddrives, efter bestemmelserne i artikel 12 i Kommissionens forordning (EF) nr. 1282/2001 (*).

I det tilfælde, der er fastsat i første afsnit, litra b), bestemmes det beløb, der skal inddrives, efter bestemmelserne i artikel 13 i forordning (EF) nr. 1282/2001.

I det tilfælde, der er fastsat i første afsnit, litra c), svarer det beløb, der skal inddrives, til hele den støtte eller hele det forskud, der er udbetalt til destillationsvirksomheden.

(* EFT L 176 af 29.6.2001, s. 14.«

b) Som stk. 5 indsættes:

»5. Konstateres det, at destillationsvirksomheden ikke har betalt producenten opkøbsprisen inden for den i artikel 65, stk. 7, omhandlede frist, udbetaler interventionsorganet inden den 1. juni efter det pågældende produktionsår et beløb til producenten svarende til støtten eller forskuddet, eventuelt gennem interventionsorganet i den medlemsstat, hvor producenten er hjemmehørende. I så fald ydes der hverken støtte eller forskud til destillationsvirksomheden.«

22) Artikel 86 affattes således:

»Artikel 86

Åbning af licitation

Efter proceduren i artikel 75 i forordning (EF) nr. 1493/1999 kan Kommissionen hvert kvartal åbne en eller flere licitationer med henblik på eksport til visse tredjelande af produkter, der udelukkende er bestemt til endelig anvendelse inden for brændstofsektoren. Alkoholen skal indføres til og dehydreres i et tredjeland og må udelukkende anvendes inden for brændstofsektoren i et tredjeland.«

23) Artikel 91 ændres som følger:

a) Stk. 7, tredje afsnit, affattes således:

»I overtagelsesbeviset er der anført en sidste frist for afhentning af alkoholen fra det pågældende interventionsorgans lagre. Fristen for afhentning må ikke være på mere end otte dage fra den dato, hvor overtagelsesbeviset udstedes. Hvis overtagelsesbeviset vedrører mere end 25 000 hl, kan fristen dog være på mere end otte dage, men ikke mere end femten dage.«

b) Stk. 10 affattes således:

»10. Afhentning af alkoholen fra hvert interventionsorgans lagre skal ske inden for en frist, der fastlægges ved proceduren i artikel 75 i forordning (EF) nr. 1493/1999, når en licitation åbnes.«

24) Artikel 93, stk. 6, affattes således:

»6. Afhentning af alkoholen fra hvert interventionsorgans lagre skal ske inden for en frist, der fastlægges ved proceduren i artikel 75 i forordning (EF) nr. 1493/1999, når der åbnes for offentligt salg.«

25) Artikel 95, stk. 3, udgår.

26) I artikel 101 indsættes som stk. 4:

»4. Uanset stk. 1 skal kontrol af den faktiske anvendelse af alkohol, der afsættes til anvendelse udelukkende inden for brændstofsektoren i tredjelande, foretages, indtil alkoholen er blandet med et denatureringsmiddel i destinationslandet.

For afsætning af alkohol, der anvendes som bioethanol i Fællesskabet, foretages kontrollen indtil det tidspunkt, hvor alkoholen modtages af det jordolieselskab, der anvender bioethanolen, eller af en godkendt virksomhed, der er omhandlet i artikel 92, hvis den i tredje afsnit omhandlede kontrol er garanteret, indtil den godkendte virksomhed har modtaget alkoholen.

I de i første og andet afsnit omhandlede tilfælde er alkoholen underlagt kontrol af et officielt organ, der garanterer, at den anvendes inden for brændstofsektoren i henhold til en særlig beskatningsordning, som den endelige anvendelse indebærer.«

27) I afsnit IV indsættes som artikel 102a:

»Artikel 102a

Fravigelse af betalingsfristerne

Uanset bestemmelserne for betalingsfristerne for medlemsstaternes myndigheder i henhold til denne forordning foretager disse myndigheder, hvis de har begrundet tvivl om retten til støtten, den nødvendige kontrol, og betalingen finder først sted efter anerkendelse af retten til støtte.«

28) Artikel 103 affattes således:

»Artikel 103

Meddelelser til Kommissionen

1. Med hensyn til støtte for privat oplagring af vin og druemost som omhandlet i afsnit III, kapitel I, i forordning (EF) nr. 1493/1999 meddeler medlemsstaterne:

a) senest den 31. december i produktionsåret efter det produktionsår, hvor kontrakterne indgås, hvilke mængder druemost der er forarbejdet til koncentreret druemost eller rektificeret koncentreret druemost i kontraktens gyldighedsperiode, og hvilke mængder der er fremstillet

b) senest den 5. marts i det pågældende produktionsår, hvilke mængder produkter der er under kontrakt den 16. februar.

2. Med hensyn til de i artikel 27, 28 og 30 i forordning (EF) nr. 1493/1999 omhandlede destillationer meddeler medlemsstaterne ultimo oktober, december, februar, april, juni og august:

a) hvilke mængder vin, vinbærme og vin tilsat alkohol, bestemt for destillation, der er destilleret i de to foregående måneder

b) hvilke mængder alkohol opdelt i neutral alkohol, råalkohol og brændevin:

- der er produceret i den foregående periode
- interventionsorganerne har overtaget i den foregående periode
- interventionsorganerne har afsat i den foregående periode, og hvilken andel der er udført, samt salgspriserne
- interventionsorganerne lå inde med ved afslutningen af den foregående periode.

3. Med hensyn til den i artikel 31 i forordning (EF) nr. 1493/1999 omhandlede afsætning af den alkohol, som interventionsorganerne har overtaget, meddeler medlemsstaterne ved udgangen af hver måned:

a) hvilke mængder alkohol der fysisk blev afhentet i den foregående måned efter licitation

b) hvilke mængder alkohol der fysisk blev afhentet i den foregående måned efter offentligt salg.

4. Med hensyn til den i artikel 29 i forordning (EF) nr. 1493/1999 omhandlede destillation meddeler medlemsstaterne ved udgangen af hver måned:

a) hvilke mængder vin der blev destilleret i den foregående måned

b) hvilke mængder alkohol der blev ydet supplerende støtte til i den foregående måned.

5. Med hensyn til den i artikel 34 i forordning (EF) nr. 1493/1999 omhandlede støtte for koncentreret druemost og rektificeret koncentreret druemost, der anvendes til tilsætning med henblik på at forhøje alkoholindholdet, meddeler medlemsstaterne senest den 31. december i produktionsåret efter det pågældende produktionsår:

a) hvor mange producenter der har fået støtte

b) hvilke mængder vin der har været genstand for tilsætning

c) hvilke mængder koncentreret druemost og rektificeret koncentreret druemost der er anvendt til dette formål, udtrykt i % vol. potentielt alkoholindhold pr. hl og opdelt efter den vindyrkningszone, de stammer fra.

6. Med hensyn til støtten for fremstilling af druesaft og andre spiselige produkter af druesaft som omhandlet i artikel 35, stk. 1, litra a), i forordning (EF) nr. 1493/1999 meddeler medlemsstaterne senest den 30. april for det foregående produktionsår:

a) hvilke mængder råvarer der er ansøgt om støtte for, med angivelse af råvarenes art

b) hvilke mængder råvarer der er ydet støtte for, med angivelse af råvarenes art.

7. Med hensyn til støtten til fremstilling af bestemte produkter i Det Forenede Kongerige og i Irland som omhandlet i artikel 35, stk. 1, litra b) og c), i forordning (EF) nr. 1493/1999 meddeler medlemsstaterne senest den 30. april for det foregående produktionsår:

a) hvilke mængder druemost og koncentreret druemost der er ansøgt om støtte til, med angivelse af den vindyrkningszone, de stammer fra

b) hvilke mængder druemost og koncentreret druemost der er ydet støtte til, med angivelse af den vindyrkningszone, de stammer fra

c) de priser, der for druemosten og den koncentrerede druemost er betalt af producenterne og de erhvervsdrivende.

8. Medlemsstaterne meddeler:

a) senest den 30. april for det foregående produktionsår de tilfælde, hvor destillationsvirksomheder eller virksomheder, der fremstiller vin tilsat alkohol, bestemt til destillation, ikke har overholdt deres forpligtelser, og de foranstaltninger, der er truffet som følge heraf

b) ti dage før hvert kvartals ophør, hvilke afgørelser der er truffet med hensyn til anmodninger om anvendelse af force majeure-klausulen, og hvilke foranstaltninger myndighederne har truffet i denne forbindelse i de i nærværende forordning omhandlede tilfælde.«

29) Titlen på bilag I affattes således:

»Sammenligningstabel for det potentielle alkoholinhold og den værdi, der fremkommer ved en temperatur på 20 °C ved refraktometermetoden som fastsat i bilaget til forordning (EØF) nr. 558/93«.

30) Bilag IV affattes som angivet i bilaget til nærværende forordning.

Artikel 2

Denne forordning træder i kraft på dagen for offentliggørelsen i *Den Europæiske Unions Tidende*.

Artikel 1, nr. 7), 16), 19), 20), 21) og 29), anvendes fra den 1. august 2000.

Artikel 1, nr. 1), 2), 3), 4), 5), 6), 8), 9), 10), 11), 12), 13), 14), 15), 17), 18), 27) og 28), anvendes fra den 1. august 2003.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i Bruxelles, den 2. april 2003.

På Kommissionens vegne

Franz FISCHLER

Medlem af Kommissionen

BILAG

»BILAG IV

EF-ANALYSEMETODE FOR NEUTRAL ALKOHOL

I. GENERELT

I denne forordning forstås ved:

- a) »reperterbarhed«: den værdi, under hvilken den absolutte værdi af forskellen mellem to individuelle resultater opnået på grundlag af målinger gennemført på de samme betingelser (samme analytiker, samme apparat, samme laboratorium og et kort tidsinterval) befinder sig med en nærmere angivet sandsynlighed
- b) »reproducerbarhed«: den værdi, under hvilken den absolutte værdi af forskellen mellem to individuelle resultater opnået på forskellige betingelser (forskellige analytikere, forskellige apparater og/eller forskellige laboratorier og/eller forskellige tidspunkter) befinder sig med en nærmere angivet sandsynlighed.

Ved udtrykket »individuel resultat« forstås den værdi, der fremkommer, når man anvender den normaliserede analysemetode én gang fuldstændigt på en enkelt prøve. Hvis ikke andet er anført, er sandsynligheden 95 %.

II. METODER

Indledning

1. FORBEREDELSE AF PRØVEN

1.1. Generelt

Den laboratorieprøve, der skal analyseres, skal normalt være på 1,5 l, medmindre der til en bestemt prøve kræves en større mængde.

1.2. Forbehandling af prøven

Inden analysen gøres prøven homogen.

1.3. Opbevaring

Den færdige prøve opbevares altid i en luft- og fugttæt beholder, således at forringelse undgås; navnlig bør propper af kork, gummi og plastic ikke komme i direkte berøring med alkoholen, og anvendelse af lak til forsegling er udtrykkelig forbudt.

2. REAGENSER

2.1. Vand

2.1.1. Er det nødvendigt at anvende vand til opløsning, fortynding eller rensning, anvendes destilleret vand eller demineraliseret vand af mindst tilsvarende renhed.

2.1.2. Er der tale om »opløsning« eller »fortynding«, uden at reagenset i øvrigt er angivet, menes der en vandig opløsning.

2.2. Kemikalier

Alle kemikalier skal være af analysekvalitet, medmindre andet er angivet.

3. APPARATUR

3.1. Liste over apparater

Listen over udstyr omfatter kun udstyr med et særligt anvendelsesformål eller med en særlig specifikation.

3.2. Analysevægt

Ved »analysevægt« forstås en vægt med en følsomhed på mindst 0,1 mg.

4. ANGIVELSE AF RESULTATER

4.1. Resultaterne

Resultaterne i analyserapporten er gennemsnittet af mindst to bestemmelser med tilstrækkelig repeterbarhed (r-faktor).

4.2. Beregning af resultaterne

Medmindre andet er angivet, beregnes resultaterne som gram pr. hektoliter ethanol (100 % vol.).

4.3. Antal af betydende cifre

Resultatet skal ikke indeholde flere betydende cifre, end den anvendte analysemetodes nøjagtighed berettiger til.

Metode 1: Bestemmelse af alkoholindholdet

Alkoholindholdet 1 % vol. bestemmes i henhold til de gældende nationale bestemmelser eller i tilfælde af uenighed ved hjælp af alkoholmetre eller areometre som defineret i Rådets direktiv 76/765/EØF af 27. juli 1976 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om alkoholmetre og areometre til alkohol ⁽¹⁾.

Det udtrykkes i procent af volumen som foreskrevet i Rådets direktiv 76/766/EØF af 27. juli 1976 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om alkoholmetriske tabeller ⁽²⁾.

Metode 2: Bedømmelse af farve og klarhed

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Ved denne metode kan neutral alkohols farve og klarhed bedømmes.

2. DEFINITION

Farve og klarhed: farven og klarheden som bedømt ved den beskrevne metode.

3. PRINCIP

Farven og klarheden bedømmes visuelt ved sammenligning med vand mod henholdsvis en hvid og en sort baggrund.

4. APPARATUR

Farveløse cylinderglas, mindst 40 cm høje.

5. FREMGANGSMÅDE

To cylinderglas (punkt 4) anbringes på den hvide eller sorte baggrund, og prøven påfyldes det ene cylinderglas op til en højde af ca. 40 cm; det andet glas fyldes med vand op til samme højde.

Prøven iagttages fra oven — dvs. i glassets længdeakse og sammenlignes med glasset, der indeholder vand.

⁽¹⁾ EFT L 262 af 27.9.1976, s. 143.

⁽²⁾ EFT L 262 af 27.9.1976, s. 149.

6. FORTOLKNING

Prøvens farve og klarhed bedømmes, når den iagttages som anført under 5.

Metode 3: Bestemmelse af affarvningstiden for permanganat

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Ved denne metode bestemmes affarvningstiden for permanganat i neutral alkohol.

2. DEFINITION

Affarvningstid for permanganat: affarvningstiden for permanganat efter denne metode er det antal minutter, der går, inden 10 ml prøve efter tilsætning af 1 ml 1 mmol/l kaliumpermanganatopløsning har antaget standardens farve.

3. PRINCIP

Den tid, der medgår, inden prøven, tilsat kaliumpermanganatopløsning, har antaget en farve, der svarer til farvestandarden, bestemmes og defineres som affarvningstiden for permanganat.

4. REAGENSER

4.1. Kaliumpermanganatopløsning, 1 mmol/l, tilberedes umiddelbart inden anvendelsen.

4.2. Farveopløsning A (rød)

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

— der fremstilles en blanding af 25 ml saltsyre ($\rho^{20} = 1,19$ g/ml) og 975 ml vand

— den afvejede mængde cobaltchlorid og en del af HCl/vandblandingen overføres til en 1 000 ml målekolbe, og der fyldes op til stregen med resten af blandingen ved 20 °C.

4.3. Farveopløsning B (gul)

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

— der fremstilles en blanding af 25 ml HCl ($\rho^{20} = 1,19$ g/ml) og 975 ml vand, og der benyttes samme fremgangsmåde med den afvejede mængde jernchlorid som beskrevet for farveopløsning A.

4.4. Farvestandard

Der afpipetteres 13 ml farveopløsning A og 5,5 ml farveopløsning B i en 100 ml målekolbe, og der fyldes op til stregen med vand ved 20 °C.

Anmærkning:

Farveopløsning A og B kan holde sig i flere måneder, hvis de opbevares ved 4 °C og i mørke. Farvestandarden bør fornyes af og til.

5. APPARATUR

5.1. Farveløse Nessler-glas, 100 ml, med inddeling ved 50 ml, med slibprop, eller farveløse reagensglas, ca. 20 mm i diameter.

5.2. Pipetter, 1, 2, 5, 10 og 50 ml.

5.3. Termometer, skala indtil 50 °C, med inddeling i 0,1 eller 0,2 °C.

5.4. Analysevægt.

5.5. Vandbad indstillet til $20 \pm 0,5$ °C.

5.6. Målekolber, 100 ml og 1 000 ml med slibprop.

6. FREMGANGSMÅDE

- 6.1. — Der afpipetteres 10 ml prøve i et reagensglas eller 50 ml i et Nessler-glas.
- Glasset anbringes i vandbad ved 20 °C.
- Afhængigt af den anvendte mængde prøve tilføres der 1 ml eller 5 ml 1 mmol/l KMnO_4 -opløsning, der blandes, og blandingen henstår i vandbadet ved 20 °C.
- Starttidspunktet noteres.
- Der afpipetteres 10 ml farvestandard i et reagensglas med samme diameter eller 50 ml i Nessler-glas.
- Ændringerne i prøvens farve iagttages og sammenlignes med mellemrum med farvestandarden mod en hvid baggrund.
- Når prøven har antaget samme farve som farvestandarden, noteres det, hvor lang tid det har taget.

Anmærkning:

Prøveopløsningen må ikke udsættes for direkte sollys under testningen.

7. ANGIVELSE AF RESULTATER

7.1. Fortolkning

Affarvningstiden er den tid, der hengår, indtil prøven i røret har antaget samme farve som standarden. For neutral alkohol skal der mindst hengå 18 minutter ved 20 °C.

7.2. Repeterbarhed

Forskellen i den tid, der medgår til at foretage to bestemmelser, der udføres samtidig eller umiddelbart efter hinanden med samme prøve af samme person og under samme betingelser, må ikke overstige 2 minutter.

8. ANMÆRKNINGER

- 8.1. Rester af mangandioxid virker katalytisk på reaktionen, og man må derfor sørge for at anvende pipetter og reagensglas, der er omhyggeligt rengjort og kun anvendes til dette formål. De renses med saltsyre og skylles grundigt med vand; der må ikke være nogen synlig brunfarvning på glasapparatet.
- 8.2. Kvaliteten af det vand, der anvendes til den fortyndede permanganatopløsning (4.1), skal nøje kontrolleres; vandet må ikke forbruge noget permanganat. Hvis den ønskede kvalitet ikke kan tilvejebringes, må destilleret vand bringes til kogepunktet og tilsættes et lille kvantum permanganat for at få en ganske svag rosafarvning. Dette afkøles og anvendes til fortyndingen.
- 8.3. For nogle prøvers vedkommende kan affarvningen indtræffe uden at ramme nøjagtig samme farvetone som referenceopløsningens.
- 8.4. Resultatet af permanganatprøven er upålideligt, hvis alkoholprøven, der skal analyseres, ikke har været opbevaret i en fuldstændig ren glasflaske, der er lukket med slibprop, som er renses med alkohol, eller en anden prop indkapslet i tin eller aluminium.

Metode 4: Bestemmelse af aldehyder

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Ved denne metode bestemmes indholdet af aldehyder, udtrykt som acetaldehyd, som bestemt ved den angivne metode.

2. Definition

Indholdet af aldehyder, udtrykt som acetaldehyd, er den som bestemmes ved den angivne metode.

3. PRINCIP

Den farve, prøven antager efter reaktion med Schiffs reagens, sammenlignes med en række standardopløsninger med kendt acetaldehydindhold.

4. REAGENSER

p-rosanilinhydrochlorid (basisk fuchsin).

Natriumsulfit eller natriumdisulfit, vandfrit.

Saltsyre ($\rho^{20} = 1,19$ g/ml).

Aktivt kul i pulverform.

Stivelsesopløsning fremstillet af 1 g opløselig stivelse og 5 mg HgJ_2 (konserveringsstof), der opslømmes i lidt kold vand, tilsættes 500 ml kogende vand, koges i 5 minutter og filtreres efter afkøling.

Jodopløsning, 0,05 mol/l.

1-amino-ethanol $\text{CH}_3 \cdot \text{CH}(\text{NH}_2) \text{OH}$ (Mol. vægt 61,08).

Schiffs reagens:

- 5,0 g pulveriseret p-rosanilinhydrochlorid opløses i en 2 000 ml målekolbe med ca. 1 000 ml varmt vand
- henstår om nødvendigt i vandbad, indtil det er helt opløst
- 30 g vandfrit natriumsulfit (eller en tilsvarende mængde natriummetadisulfit) opløses i ca. 200 ml vand og tilsættes den afkølede p-rosanilinopløsning
- henstår i ca. 10 minutter
- 60 ml saltsyre ($\rho^{20} = 1,19$ g/ml) tilsættes
- efter opløsningen er affarvet — en ubetydelig brunfarvning kan lades ude af betragtning — fyldes op til stregen med vand
- om nødvendigt filtreres med en smule aktivt kul på foldefilter, så opløsningen bliver farveløs.

Anmærkninger:

- 1) Schiffs reagens skal fremstilles mindst 14 dage inden anvendelsen.
- 2) Reagensets indhold af frit SO_2 skal være på mellem 2,8 og 6,0 mmol/100 ml, og pH-værdien skal være 1. Bestemmelse af indholdet af frit SO_2 :
 - 10 ml Schiffs reagens afpipetteres i en 250 ml konisk kolbe
 - der tilsættes 200 ml vand
 - der tilsættes 5 ml stivelsesopløsning
 - der titreres med 0,05 ml/l jodopløsning, indtil omslagpunktet er nået

ligger indholdet af frit SO_2 uden for de anførte grænser, skal det:

 - enten øges med en beregnet mængde natriumdisulfit (0,126 g Na_2SO_3 /100 ml reagens for hver manglende mmol SO_2)
 - eller sænkes ved, at der blæses luft igennem.

Beregning af det frie SO_2 i reagenset:

mmol frit SO_2 /100 ml reagens

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

$$= \frac{\text{forbrugt ml (0,05 mol/l) jodopløsning}}{2}$$

Vigtigt anmærkning:

Såfremt Schiffs reagens fremstilles på anden måde, skal reagensets følsomhed kontrolleres. Denne skal være sådan, at reagenset opfylder følgende betingelser i forbindelse med analysen:

- der må ikke forekomme farvning i forbindelse med standardalkohol, der ikke indeholder aldehyder
- rosafarvningen skal være mærkbar fra 0,1 g acetaldehyd/hl ethanol (100 % vol.).

- 3) Oprensning af 1-amino-ethanol, der fås i handelen:
- 5 g 1-amino-ethanol opløses helt i ca. 15 ml absolut alkohol
 - ca. 50 ml tør diethylether tilsættes (udfældning af 1-amino-ethanol)
 - anbringes i køleskab nogle timer
 - krystallerne filtreres fra og skylles med tør diethylether
 - tørres i eksikator under partial vakuum over svovlsyre i 3 til 4 timer.

Anmærkning:

Den rensede 1-amino-ethanol skal være hvid, ellers skal omkrystalliseringen gentages.

5. APPARATUR

- 5.1. Reagensglas med slibprop, 20 ml.
- 5.2. Pipetter, 1, 2, 3, 4, 5 og 10 ml.
- 5.3. Vandbad, der kan indstilles til $20 \pm 0,5$ °C.
- 5.4. Spektrofotometer med kuvetter med 50 mm lysvej.

6. FREMGANGSMÅDE

6.1. Indledende bemærkning

Ved bestemmelse af aldehydindholdet efter denne metode må man sørge for, at prøvens alkoholindhold mindst er på 90,0 % vol. Ellers må alkoholindholdet sættes op ved tilsætning af aldehydfri ethanol.

6.2. Kalibreringskurve

- 1,3860 g rensed tør 1-amino-ethanol afvejes nøjagtigt på en analysevægt (= 1,000 g acetaldehyd)
- overføres til en 1 000 ml målekolbe med aldehydfri alkohol, og der fyldes op til stregen ved 20 °C; opløsningen indeholder 1 g/l acetaldehyd
- fortyndingsrækken fremstilles i to trin, så der fremkommer ti kalibreringsopløsninger med et indhold på 0,1 til 1,0 mg acetaldehyd pr. 100 ml opløsning
- disse kalibreringsopløsningers ekstinktionsværdier bestemmes i henhold til 6.3, og der tegnes en kurve.

6.3. Bestemmelse af aldehydindholdet

- 5 ml prøve afpipetteres i et reagensglas
- der tilsættes 5 ml vand og holdes på konstant temperatur på 20 °C
- sideløbende hermed fremstilles en blindprøve med 5 ml 96 % vol. aldehydfri ethanol, der tilsættes 5 ml vand og holdes ligeledes på konstant temperatur på 20 °C
- derefter hældes 5 ml Schiffs reagens i hvert glas, der lukkes med slibpropper og omrystes grundigt
- opløsningerne henstår i vandbad ved 20 °C i 20 minutter
- indholdet hældes i kuvetter
- ekstinktionsværdien bestemmes ved 546 nm.

Anmærkninger:

- 1) Ved bestemmelse af aldehydværdierne er det nødvendigt at kontrollere kalibreringskurven i forbindelse med hver enkelt undersøgelse ved at foretage en sammenligning med testopløsninger. Ellers må kalibreringskurven optegnes på ny.
- 2) Blindprøven skal altid være farveløs.

7. ANGIVELSE AF RESULTATER

7.1. Formel og beregningsmetoder

Absorbansen afbildes med acetaldehydkoncentrationen, og prøvens koncentration bestemmes på grundlag af den tegnede standkurve.

Indholdet af aldehyder, udtrykt som acetaldehyd, i g/hl ethanol (100 % vol.), angives som

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

hvor:

A = er indholdet (i g/hl) af acetaldehyd i prøveopløsningen som bestemt ved sammenligning med standardkurven.

T = er prøvens alkoholindhold udtrykt i % vol. som bestemt ved metode 1.

7.2. Repeterbarhed

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser, når disse udføres samtidig eller umiddelbart efter hinanden af samme person på samme prøve og under samme betingelser, må ikke overskride 0,1 g aldehyd pr. hl ethanol (100 % vol.).

Metode 5: Bestemmelse af højere alkoholer

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Ved denne metode bestemmes indholdet af højere alkoholer, udtrykt som 2-methylpropan-1-ol, i neutral alkohol.

2. DEFINITION

Indhold af højere alkoholer: indholdet af højere alkoholer, udtrykt som 2-methylpropan-1-ol, som bestemt ved den angivne metode.

3. PRINCIP

Absorbansen af de farvede stoffer, der dannes ved reaktionen mellem højere alkoholer og et aromatisk aldehyd i varm svovlsyre (Komarowsky-reaktion), bestemmes ved 560 nm korrigeret for forekomst af aldehyd i prøven og sammenlignes derefter med absorbansen af 2-methylpropan-1-ol ved reaktion under samme betingelser.

4. REAGENSER

4.1. Salicylaldehydopløsning, i % masse. Tilberedes ved tilsætning af 1 g salicylaldehyd til 99 g ethanol 96 % vol. (fri for fuselolie).

4.2. Svovlsyre, koncentreret ($\rho^{20} = 1,84$ g/ml).

4.3. 2-methylpropan-1-ol.

4.4. 2-methylpropan-1-ol standardopløsninger.

2-methylpropan-1-ol (4.3) fortyndes med 96 % vol. ethanol for at få en serie standarder med et indhold på henholdsvis 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 og 1,0 g 2-methylpropan-1-ol pr. hl opløsning.

4.5. Acetaldehydstandardopløsninger.

Fremstil acetaldehydstandardopløsninger som beskrevet under 6.2 i metode 4.

4.6. Ethanol 96 % vol., fri for indhold af højere alkoholer og aldehyder.

5. APPARATUR

- 5.1. UV-VIS-spektrofotometer til bestemmelse af opløsningernes absorptions ved 560 nm.
- 5.2. Spektrofotometerkuvetter med 10, 20 og 50 mm lysvej.
- 5.3. Vandbad, der kan indstilles til $20 \pm 0,5$ °C.
- 5.4. Tykvæggede reagensglas (pyrex eller lignende) med slibprop, ca. 50 ml.

6. FREMGANGSMÅDE

6.1. Aldehydindhold

Prøvens aldehydindhold, udtrykt som acetaldehyd, bestemmes ved metode 4.

6.2. Kalibreringskurve: 2-methylpropan-1-ol

10 ml af hver af 2-ethylpropan-1-ol standardopløsningerne (4.4) afpipetteres i 50 ml reagensglas, hvert forsynet med slibprop. 1 ml af salicylaldehydopløsningen (4.1) og derefter 20 ml svovlsyre (4.2) afpipetteres i glassene. Der blandes omhyggeligt, ved at reagensglassene forsigtigt vipkes frem og tilbage flere gange (idet proppen løftes et par gange). Hensættes ved stuetemperatur i 10 minutter og anbringes derefter i vandbad (5.3) ved $20 \pm 0,5$ °C. Efter 20 minutters forløb hældes indholdet i en række spektrofotometerkuvetter.

Nøjagtig 30 minutter efter at svovlsyren er tilsat, bestemmes opløsningernes absorptions ved 560 nm, idet der bruges vand i spektrofotometerets referencekuvette.

Der tegnes en kalibreringskurve med absorptionsen som funktion af 2-methylpropan-1-ol-koncentrationen.

6.3. Kalibreringskurve: Aldehyder

6.2 gentages, idet 10 ml af hver af 2-methylpropan-1-ol standardopløsningerne erstattes med 10 ml af hver af acetaldehydstandardopløsningerne.

Der tegnes en kalibreringskurve med absorptionsen ved 560 nm mod acetaldehydkoncentrationen.

6.4. Bestemmelse af prøven.

6.2. gentages, idet de 10 ml af 2-methylpropan-1-ol standardopløsningerne erstattes med 10 ml af prøven.

Prøvens absorptions bestemmes.

7. ANGIVELSE AF RESULTATER

7.1. Formel og beregningsmetode

- 7.1.1. Prøvens absorptions korrigeres ved subtraktion af værdien for absorptions svarende til prøvens aldehydkoncentration (fra kalibreringskurven under 6.3).
- 7.1.2. Prøvens koncentration af højere alkoholer, udtrykt som 2-methylpropan-1-ol, bestemmes ud fra kalibreringskurven under 6.2, men ved brug af den korrigerede absorptions (7.1.1).
- 7.1.3. Koncentrationen af højere alkoholer, udtrykt som 2-methylpropan-1-ol i g pr. hl ethanol (100 % vol.), angives som:

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

hvor:

A = er prøvens koncentration af højere alkoholer som beregnet i 7.1.2.

T = er prøvens alkoholindhold udtrykt i % vol. som bestemt ved metode 1.

7.2. Repeterbarhed

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser, når disse udføres samtidig eller umiddelbart efter hinanden af samme person med samme prøve og under samme betingelser, må ikke overskride 0,2 g pr. hl ethanol (100 % vol.).

Metode 6: Bestemmelse af totalt syreindhold

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Ved hjælp af denne metode bestemmes totalt syreindhold, udtrykt som eddikesyre, i neutral alkohol.

2. DEFINITION

Samlet syreindhold: syreindholdet, udtrykt som eddikesyre, som bestemt ved den angivne metode.

3. PRINCIP

Efter afgasning titreres prøven med en standardnatriumhydroxidopløsning, og det samlede syreindhold beregnes som eddikesyre.

4. REAGENSER

4.1. Natriumhydroxidopløsning 0,01 mol/l og 0,1 mol/l: opbevaret således, at kontakt med luftens kuldioxid er minimal.

4.2. Indigokarminopløsning (A)

— der afvejes 0,2 g indigokarmin

— det opløses i 40 ml vand, og der fyldes op med ethanol til 100 g. Phenolrøtdopløsning (B)

— der afvejes 0,2 g phenolrødt

— der opløses i 6 ml natriumhydroxid 0,1 mol/l og fyldes op til strengen med vand i en 100 ml målekolbe.

5. APPARATUR

5.1. Burette eller automatisk titrator.

5.2. Pipette, 100 ml.

5.3. Rundbundet kolbe, 250 ml, med slibprop.

5.4. Tilbagesvaler med slibprop.

6. FREMGANGSMÅDE

— 100 ml prøve afpipetteres i en rundbundet kolbe, 250 ml.

— Kogesten tilsættes, og der opvarmes med tilbagesvaleren til kogning.

— Der tilsættes en dråbe af hver af indikatoropløsningerne A og B til den varme opløsning.

— Derefter titreres med natriumhydroxid, 0,01 mol/l, indtil første farveskift fra grønligt/gult til violet.

7. ANGIVELSE AF RESULTATER

7.1. Formel og beregningsmetode

Prøvens samlede syreindhold, udtrykt som eddikesyre i g/hl ethanol (100 % vol.), angives som

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

hvor:

V = er det antal ml 0,01 mol/l natriumhydroxid, der kræves til neutraliseringen.

T = er prøvens alkoholindhold udtrykt i % vol. som bestemt ved metode 1.

7.2. Repeterbarhed

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser, der udføres samtidig eller umiddelbart efter hinanden af samme person med samme prøve og under samme betingelser, må ikke overstige 0,1 g/hl ethanol (100 % vol.).

Metode 7: Bestemmelse af estere

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Ved denne metode bestemmes indholdet af estere, udtrykt som ethylacetat, i neutral alkohol.

2. DEFINITION

Indhold af estere: indholdet af estere, udtrykt som ethylacetat, som bestemt ved den angivne metode.

3. PRINCIP

Estere reagerer kvantitativt med hydroxylaminhydrochlorid i basisk opløsning ved dannelse af hydroxylaminsyrer. Disse danner farvede kompleksforbindelser med jern(III)chlorid i suropopløsning. Disse kompleksforbindelsers absorptions ved 525 nm måles.

4. REAGENSER

4.1. Saltsyre: 4 mol/l.

4.2. Jern(III)chloridopløsning: 0,37 mol/l i 1 mol/l saltsyre.

4.3. Hydroxylaminhydrochloridopløsning, 2 mol/l. Opbevares i køleskab.

4.4. Natriumhydroxidopløsning, 3,5 mol/l.

4.5. Ethylacetatstandardopløsninger med et indhold på henholdsvis 0,0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 og 1,0 g ethylacetat pr. hl i 96 % vol. esterfri ethanol.

5. APPARATUR

5.1. Spektrofotometer med kuvetter med 50 mm lysvej.

6. FREMGANGSMÅDE

6.1. Kalibreringskurve

- 1,0 g ethylacetat afvejes nøjagtigt på en analysevægt
- overføres til en 1 000 ml målekolbe med esterfri alkohol, og der fyldes op til stregen ved 20 °C
- fortyndingsrækken fremstilles i to trin, så der fremkommer 20 kalibreringsopløsninger med et indhold på 0,1 til 2,0 mg ethylacetat pr. 100 ml opløsning
- ud fra disse kalibreringsopløsninger bestemmes ekstinktionsværdierne i henhold til 6.2, og kurven tegnes.

6.2. Bestemmelse af esterindholdet

- 10 ml prøve af pipetteres i et reagensglas med slibprop
- der tilsættes 2 ml hydroxylaminhydrochloridopløsning
- sideløbende hermed fremstilles en blindprøve med 10 ml esterfri 96 % vol. ethanol og 2 ml hydroxylaminhydrochloridopløsning
- derefter tilsættes 2 ml natriumhydroxid til hvert glas, glassene lukkes med slibpropper og omrystes grundigt
- glassene henstår i vandbad ved 20 °C i 15 minutter
- hvert glas tilsættes 2 ml saltsyre, og der omrystes kort
- 2 ml jern(III)chloridopløsning tilsættes, og der blandes grundigt
- indholdet hældes i kuvetter
- ekstinktionsværdien bestemmes til 525 nm.

7. ANGIVELSE AF RESULTATER

7.1. Formel og beregningsmetode

Der tegnes en kalibreringskurve med standardopløsningernes ekstinktionsværdier som funktion af deres koncentration.

Det til ekstinktionsværdien svarende indhold af estere (udtrykt som ethylacetat = A) aflæses på kurven og beregnes efter formlen

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

og angives i g/hl ethanol (100 % vol.).

T = prøvens alkoholindhold i % vol.

7.2. Repeterbarhed

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser, der udføres samtidig eller umiddelbart efter hinanden af samme person med samme prøve og under samme betingelser, må ikke overskride 0,1 g ester (ethylacetat) pr. hl ethanol (100 % vol.).

Metode 8: Bestemmelse af flygtige kvælstofbaser

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Ved denne metode bestemmes flygtige kvælstofbaser, udtrykt som kvælstof, i neutral alkohol.

2. DEFINITION

Indholdet af flygtige kvælstofbaser, udtrykt som kvælstof, er indholdet som bestemt ved den angivne metode.

3. PRINCIP

Prøven inddampes til lille volumen ved tilstedeværelse af svovlsyre, og ammoniakindholdet bestemmes så ved anvendelse af Conway mikrodifusionsmetoden.

4. REAGENSER

4.1. Svovlsyre: 1 mol/l.

4.2. Borsyreindikatoropløsning. Der opløses 10 g borsyre, 8 mg bromkresolgrønt og 4 mg methylrødt i 30 % vol. 2-propanol, og der fyldes op til 1 000 ml med 30 % vol. 2-propanol.

4.3. Kaliumhydroxidopløsning: 500 g/l, kuldioxidfri.

4.4. Saltsyre: 0,02 mol/l.

5. APPARATUR

5.1. Inddampningsskål, der har tilstrækkelig kapacitet til at rumme 50 ml prøve.

5.2. Vandbad.

5.3. Conway-skål med tætsluttende låg; se figur 1 for så vidt angår beskrivelse og foreslåede mål.

5.4. Mikroburette, 2-5 ml, inddelt i 0,01 ml.

6. FREMGANGSMÅDE

6.1. Der afpipetteres 50 ml prøve (med et forventet kvælstofindhold på mindre end 0,2 g pr. hl prøve tages 200 ml prøve) i en glasskål og tilsættes 1 ml 1 mol/l svovlsyre (4.1); skålen (5.1) sættes i vandbad (5.2), og man lader væsken fordampe, indtil der ca. 1 ml tilbage.

- 6.2. 1 ml borsyreindikatoropløsning (4.2) afpipetteres i Conway-skålens indre kammer (5.3), og restvæsken fra fordampningsprocessen (6.1) overføres til det ydre kammer. Conway-skålen stilles svagt hældende, og der tilsættes ca. 1 ml kaliumhydroxidopløsning (4.3) til det ydre kammer så hurtigt som muligt, men så fjernt som muligt fra væsken i det ydre kammer. Conway-skålen lukkes straks med det tætsluttende låg, der er smurt ind i fedt.
- 6.3. De to opløsninger i det ydre kammer blandes, idet man sørger omhyggeligt for, at der ikke løber væske fra det ene kammer over i det andet. Henstilles i to timer.
- 6.4. Ved hjælp af mikroburetten (5.4) titreres ammoniakken til neutral med 0,02 mol/l saltsyre (4.4). Der skal anvendes mellem 0,2 og 0,9 ml syre; den anvendte syremængde sættes til V_1 ml.
- 6.5. Der foretages en kontroltitrering, idet man gentager 6.1 til 6.4, men erstatter de 50 ml prøve i 6.1 med den samme mængde vand. Saltsyremængden sættes til V_2 ml.

7. ANGIVELSE AF RESULTATER

7.1. Formel og beregningsmetode

Indholdet af flygtige baser, i g pr. hl ethanol (100 % vol.), beregnet og udtrykt som kvælstof, angives som:

$$\frac{(V_1 - V_2) \cdot 2\,800}{E \cdot T}$$

hvor

V_1 = er den mængde saltsyre i ml, der er anvendt til at neutralisere prøven.

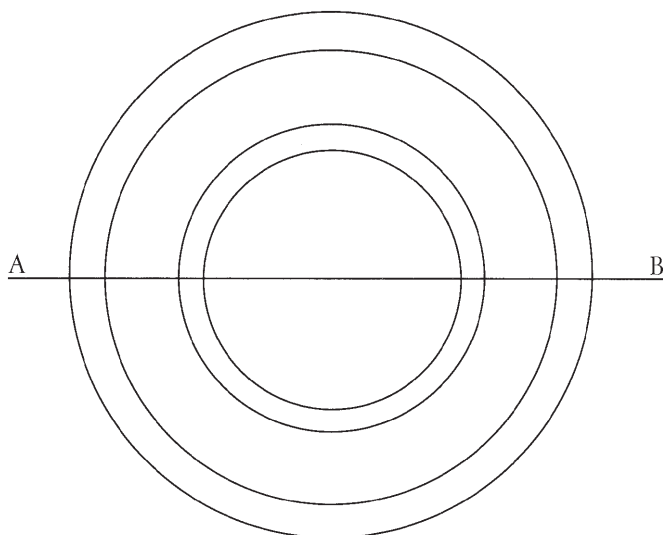
V_2 = er den mængde saltsyre i ml, der er anvendt til blindprøven.

T = er prøvens alkoholindhold udtrykt i % vol. som bestemt ved metode 1.

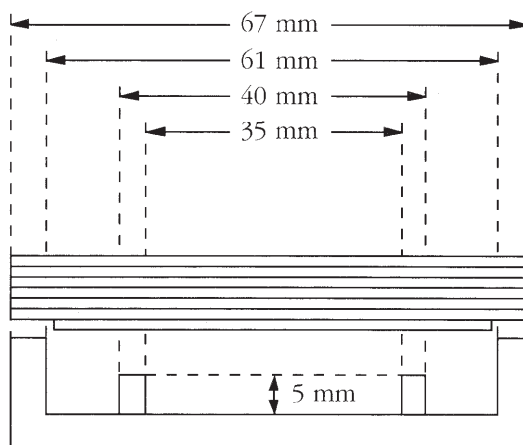
E = er den anvendte prøvemængde i ml.

7.2. Repeterbarhed

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser, der udføres samtidigt eller umiddelbart efter hinanden af samme person på samme prøve og under de samme betingelser, må ikke overstige 0,05 g pr. hl ethanol (100 % vol.).



Skålen set fra oven.



Lodret snit A-B.

Der er opgivet nogle typiske mål.

Figur 1: Conway-skål

Metode 9: Bestemmelser af methanol

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Ved denne metode bestemmes methanol i neutral alkohol.

2. DEFINITION

Methanolindhold: indholdet af methanol som bestemt ved den angivne metode.

3. PRINCIP

Methanolkoncentrationen bestemmes ved direkte injektion af prøven i en gaskromatograf (GLC).

4. FREMGANGSMÅDE

Enhver GLC-metode kan anvendes, såfremt den anvendte gaskromatografiske søjle og analysebetingelserne gør det muligt at skelne skarpt mellem methanol, acetaldehyd, ethanol og ethylacetat. Grænsen for påvisning af methanol i ethanol skal være mindre end 2 g/hl.

5. REPETERBARHED

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser, der udføres samtidig eller umiddelbart efter hinanden af samme person på samme prøve og under samme betingelser, må ikke overskride 2 g methanol pr. hl ethanol (100 % vol.).

Metode 10: Bestemmelse af tørstof

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Ved denne metode bestemmes tørstofindholdet i neutral alkohol.

2. DEFINITION

Tørstofindhold: tørstofindholdet som bestemt ved den angivne metode.

3. PRINCIP

En aliquot af prøven tørres ved 103 °C, og resten bestemmes gravimetrisk.

4. APPARATUR

4.1. Vandbad, kogende.

4.2. Inddampningsskål med passende kapacitet.

4.3. En eksikkator, der indeholder frisk aktiveret kiselgel (eller tilsvarende tørrende middel) med indikator for fugtindhold.

4.4. Analysevægt.

4.5. Ovn indstillet til 103 ± 2 °C.

5. FREMGANGSMÅDE

En ren, tør skål (4.2) (M_0) vejes med en nøjagtighed på 0,1 mg. En passende mængde prøve afpipetteres, om nødvendigt i flere omgange, i skålen (100-250 ml) (V_0 ml). Skålen med prøve anbringes på kogende vandbad (4.1) og henstilles til tørring. Skålen sættes i ovnen (4.5) ved 103 ± 2 °C i 30 minutter og anbringes dernæst i en eksikkator (4.3). Skålen afkøles i 30 minutter; dernæst vejes den med restmængden (M_1) med en nøjagtighed på 0,1 mg.

6. ANGIVELSE AF RESULTATER

6.1. Formel og beregningsmetode

Indholdet af resttørstof i g pr. hl ren alkohol angives som:

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

hvor

M_0 = er massen i g af den rene, tørre skål.

M_1 = er massen i g af skålen og inddampningsrest.

V_0 = er den mængde prøve, der er udtaget til tørring.

T = er prøvens alkoholindhold udtrykt i % vol. som bestemt ved metode 1.

6.2. Repeterbarhed

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser, der udføres samtidig eller umiddelbart efter hinanden af samme person på samme prøve under de samme betingelser, må ikke overstige 0,5 g pr. hl ethanol (100 % vol.).

Metode 11: Bestemmelse af furfural

1. ANVENDELSESOMRÅDE
Ved denne metode bestemmes furfural i neutral alkohol.
2. DEFINITION
Påvisning af furfural: resultatet af grænseværditesten som bestemt ved den angivne metode.
3. PRINCIP
Alkoholprøven blandes med anilin og iseddike. Tilstedeværelse af furfural viser sig ved, at der inden for 20 minutter efter blandingen fremkommer en laksefarvning i opløsningen.
4. REAGENSER
 - 4.1. Anilin, frisk destilleret.
 - 4.2. Iseddike.
5. APPARATUR
Reagensglas med slibprop.
6. FREMGANGSMÅDE
10 ml afpipetteres i et reagensglas (5); 0,5 ml anilin og 2 ml iseddike tilsættes. Reagensglasset rystes, således at indholdet blandes.
7. ANGIVELSE AF RESULTATER
 - 7.1. Fortolkning af grænseværditesten
Hvis udviklingstiden for en laksefarvning i røret er under 20 minutter, er testen positiv, og prøven indeholder furfural.
 - 7.2. Bemærkninger
Resultaterne af to grænseværditests, der foretages samtidig eller umiddelbart efter hinanden af samme person og på samme prøve og under de samme betingelser, skal være identiske.

Metode 12: Test for absorption af ultraviolet lys

1. ANVENDELSESOMRÅDE
Ved denne metode bestemmes neutral alkohols absorbans.
2. PRINCIP
Prøvens absorbans i mellembølgeområdet 270 til 220 nm måles ved sammenligning med et defineret stof med stor absorbans.
3. APPARATUR
 - 3.1. UV-VIS-spektrofotometer.
 - 3.2. Kvartskuvetter, 10 mm lysvej, med samme spektrale absorbans.
4. REAGENSER
n-hexan til spektroskopi.
5. FREMGANGSMÅDE
 - en ren kuvette skylles først med prøveopløsning, hvorefter prøven hældes i; kuvetten tørres udvendig
 - sammenligningskuvette(r) behandles med n-hexan på samme måde og fyldes
 - ekstinktionsværdien bestemmes, og der optegnes en kurve.

6. FORTOLKNING OG RESULTAT

De ved 270, 240, 230 og 220 nm konstaterede ekstinktionsværdier må ikke overstige følgende grænser: 0,02, 0,08, 0,18 og 0,3.

Ekstinktionskurven skal have et jævnt og regelmæssigt forløb.

Metode 13: Bestemmelse af ¹⁴C-indholdet i ethanol

1. FREMGANGSMÅDE VED BESTEMMELSE AF ALKOHOLTYPE

Bestemmelsen af ¹⁴C-indholdet i ethaner gør det muligt at skelne mellem alkohol af fossile råstoffer (såkaldt syntetisk alkohol) og alkohol af fornyelige råstoffer (såkaldt gæringsalkohol).

2. DEFINITION

Ved ¹⁴C-indholdet i ethanol forstås det ¹⁴C-indhold, der er konstateret ved den her beskrevne fremgangsmåde.

Det naturlige ¹⁴C-indhold i atmosfæren (referenceværdi), som optages af levende planter ved assimilation, er ikke nogen konstant værdi. Derfor bestemmes referenceværdien altid af ethanol af råstoffer fra den seneste vækstperiode. Denne referenceværdi, der kaldes den årlige referenceværdi, fastsættes hvert år ved ringanalyse foranstaltet af Fællesskabets Referencebureau og Det Fælles Forskningscenter i Ispra.

3. PRINCIP

I alkoholholdige prøver med mindst 85 masseprocent alkohol bestemmes ¹⁴C-indholdet direkte ved hjælp af en væskescintillationstælling.

4. REAGENSER

4.1. Toluenscintillator.

5,0 g 2,5-diphenyloxazol (PPO).

0,5 g p-bis-[4-methyl-5-phenyloxazolyl(2)]-benzol (dimethyl-POPOP) i 1 l toluen p.a.

Der kan også anvendes brugsklare toluenscintillatorer med denne sammensætning, der fås i handelen.

4.2. ¹⁴C-standard

n-hexadecan ¹⁴C med en aktivitet på ca. 1×10^6 dpm/g (ca. $1,67 \cdot 10^6$ cBq/g) og en garanteret nøjagtighed af den bestemte aktivitet på ± 2 % rel.

4.3. ¹⁴C-fri ethanol

Syntetisk alkohol af fossile råstoffer med mindst 85 masseprocent ethanol til bestemmelse af baggrundsværdien.

4.4. Alkohol af fornyelige råstoffer fra seneste vækstperiode med mindst 85 masseprocent ethanol som referencemateriale.

5. APPARATUR

5.1. Flerkanalsvæskescintillationsspektrometer med datamat og automatisk ekstern standardisering og angivelse af det såkaldte ekstern-standardkanalforhold (typisk udførelse: tre målekanaler og to ekstern-standardkanaler).

5.2. Kaliumfattige målerør, der passer til apparatet, med mørke skrue-låg med polyethylenindlæg.

5.3. Fuldpipetter 10 ml.

5.4. Automatisk doseringsanordning 10 ml.

5.5. 250 ml rundbundet kolbe med slib.

- 5.6. Apparatur til destillation af alkohol med varmekappe, f.eks. Micko.
- 5.7. Mikrolitersprøjte 50 µl.
- 5.8. Pyknometertragt, pyknometre 25 ml og 50 ml.
- 5.9. Termostat med højst 0,01 °C udsving.
- 5.10. Officielle alkoholometriske tabeller, der er i overensstemmelse med Rådets direktiv 76/766/EØF af 27. juli 1976 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om alkoholometriske tabeller, der er offentliggjort af Kommissionen (ISBN 92-825-0146-9).

6. FREMGANGSMÅDE

6.1. Indstilling af apparatur

Apparaturet indstilles efter fabrikantens anvisninger. Målebetingelserne er optimale, når værdien E_2/B , kvalitetsindekset, er maksimal.

E = Efficiency (tælling).

B = Background (baggrundsværdi).

Der optimeres kun to målekanaler. Den tredje målekanal lades helt åben til kontrolformål.

6.2. Udvalgelse af måleflaskerne

Et større antal måleflasker, end der senere er brug for, fyldes med 10 ml ^{14}C -fri syntetisk ethanol og 10 ml toluenscintillator og måles i mindst 4×100 minutter. Flasker, der i baggrund afviger mere end $\pm 1\%$ rel. fra middelværdien, frasorteres. Ved udvælgelsen anvendes kun fabriksnye måleflasker fra samme produktionsserie.

6.3. Bestemmelse af ekstern-standard-kanalforholdet (ESKF)

Ved kanalindstillingen efter punkt 6.1 bestemmes ekstern-standard-kanalforholdet (ESKF) ved hjælp af det relevante edb-program samtidig med konstateringen af efficiency. Som ekstern standard benyttes $^{137}\text{cesium}$, der allerede er fast indbygget af fabrikanten.

6.4. Tilberedning af prøven

Prøver, der mindst har et ethanolindhold på 85 masseprocent og er fri for, urenheder, som absorberer ved mindre end 450 nm, kan analyseres. Det udbetydelige restindhold af aldehyder og estere virker ikke forstyrrende. Efter bortkastning af de første ml destilleres direkte i pyknometret, og prøvens alkoholindhold bestemmes pyknometrisk. De værdier, der skal konstateres, tages fra de officielle alkoholometriske tabeller.

7. MÅLING AF PRØVERNE MED EKSTERN STANDARD

- 7.1. Prøver med ringe absorbans, jf. prøverne i punkt 6.4, med en ESKF-værdi på ca. 1,8, kan måles via ekstern-standard-kanalforholdet, som er et mål for efficiency.

7.2. Fremgangsmåde

10 ml af de efter punkt 6.4 tilberedte prøver afpipetteres i en måleflaske, der er kontrolleret for baggrundsværdien (udvalgt), og der tilsættes 10 ml toluenscintillator ved hjælp af en automatisk doseringsanordning. Med roterende bevægelser homogeniseres prøverne i måleflasken, idet væsken ikke må befugte polyethylenindlægget i skruelåget. På samme måde tilberedes en måleflaske med ^{14}C -frit fossilt ethanol til bestemmelse af baggrundsværdien. Til kontrol af ^{14}C -årsværdien fremstilles en dobbeltprøve af ethanol af fornyelige råstoffer fra den seneste vækstperiode, idet en måleflaske blandes med intern standard efter punkt 8.

Kontrol- og baggrundsprøverne anbringes forrest i målerækken. Målerækken bør ikke omfatte mere end ti analyseprøver. Den samlede måletid pr. prøve er på mindst 2×100 minutter, idet målingen af den enkelte prøve foretages i faser på hver 100 minutter, for at man kan fastslå eventuelt forekommende drift eller anden forstyrrelse (En cyklus omfatter således et måleinterval på 100 minutter pr. prøve).

Baggrundsværdi- og kontrolprøver skal fornyes efter fire uger.

Denne målemetode kræver kun få materialer og ikke megen tid. Den er især egnet til laboratorier, der foretager rutineundersøgelser af mange prøver.

Når det gælder prøver med ringe absorbans (ESKF-værdi ca. 1,8), er påvirkningen af efficiency ved ændring af denne værdi kun ubetydelig. Ligger denne ændring inden for $\pm 5\%$ rel., kan der regnes med samme efficiency. Hvad angår prøver med større absorbans, som f.eks. gæringsalkohol, kan efficiency fastsættes ved hjælp af den såkaldte absorbanskorrekturkurve. Findes der ikke noget relevant edb-program, må målingen foretages med intern standard, der giver en utvetydig bestemmelse af efficiency.

8. MÅLING AF PRØVERNE MED INTERN STANDARD HEXADECAN ^{14}C

8.1. Fremgangsmåde

Kontrol- og baggrundsprøve (fossilt ethanol og ethanol af fornyelige råstoffer) og det ukendte materiale måles som dobbeltprøve. Den ene af dobbeltprøverne kommer i en ikke udvalgt flaske, som tilsættes en nøjagtigt doseret mængde (30 μl) hexadecan ^{14}C som intern standard (tilsat aktivitet ca. 26 269 dpm/g C ca. 43 782 cBq/gC). Hvad angår den øvrige prøvetilberedning og måletid går man frem som beskrevet i punkt 7.2, idet måletiden for prøverne med intern standard begrænses til ca. 5 minutter ved forvalget på 10^5 impulser. Der tilberedes en dobbeltprøve af kontrol- og baggrundsværdiprøver for hver målerække (ti analyseprøver), som anbringes forrest i målerækken.

8.2. Håndtering af den interne standard og målekolberne

Ved målinger med intern standard skal opbevaring og håndtering for at undgå kontamineringer foregå i lokaler, der er strengt adskilt fra de lokaler, hvor tilberedning og måling af analyseprøverne finder sted. Efter målingen kan de baggrundsværdikontrollerede kolber genanvendes. Skruelågene og flaskerne med intern standard bortkastes.

9. ANGIVELSE AF RESULTATERNE

9.1. Et radioaktivt stofs aktivitet udtrykkes i Becquerel, i Bq = 1 henfald/sek.

Den specifikke radioaktivitet angives i Becquerel for 1 g kulstof = cBq/gC.

For at opnå mere realistiske værdier kan det anbefales at angive resultatet i centi-Becquerel = cBq/gC.

De betegnelser og beregningsformler, der hidtil er blevet benyttet i litteraturen, og som bygger på dpm-angivelser, kan i første omgang bibeholdes. For at opnå den tilsvarende værdi i centi-Becquerel skal man blot multiplicere det opnåede dpm-resultat med faktoren 100/60.

9.2. Beregning af resultat med ekstern standard

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

9.3. Beregning af resultat med intern standard

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

9.4. Det betyder

cpm_{pr} = det for prøven konstaterede gennemsnitlige impulstal i hele måletiden

cpm_{NE} = det ligeledes konstaterede impulstal for baggrundsværdien

cpm_{IS} = det konstaterede impulstal for prøven med intern standard

dpm_{IS} = mængden af tilsat intern standard (kalibreret radioaktivitet dpm)

V = prøvevolumen i ml

F = indholdet af g ren alkohol pr. ml svarende til koncentrationen

Z = efficiency svarende til ESKF-værdien

1,918 = g alkohol/1 g kulstof.

10. METODENS PÅLIDELIGHED

10.1. Repeterbarhed (r)

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

10.2. Reproducerbarhed (R)

$$R = 0,821 \text{ cBq/gC}; S_{(R)} = \pm 0,290 \text{ cBq/gC}$$
