

VERORDNUNG (EG) Nr. 625/2003 DER KOMMISSION
vom 2. April 2003

zur Änderung der Verordnung (EG) Nr. 1623/2000 mit Durchführungsbestimmungen zur Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 des Rates über die gemeinsame Marktorganisation für Wein bezüglich der Marktmechanismen

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Gemeinschaft,

gestützt auf die Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 des Rates vom 17. Mai 1999 über die gemeinsame Marktorganisation für Wein ⁽¹⁾, zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 2585/2001 ⁽²⁾, insbesondere auf die Artikel 26, 33, und 36,

in Erwägung nachstehender Gründe:

- (1) Mit Titel I Kapitel I der Verordnung (EG) Nr. 1623/2000 der Kommission ⁽³⁾, zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 1795/2002 ⁽⁴⁾, sind die Einzelheiten der Beihilferegelung für die Verwendung von Trauben, Traubenmost, konzentriertem Traubenmost oder rektifiziertem Traubenmostkonzentrat festgelegt worden. Aufgrund der gemachten Erfahrungen sind die nicht unter diese Regelung fallenden genießbaren Erzeugnisse genauer anzugeben, der Verwaltungsaufwand für die Verwender und Verarbeiter des Saftes zu verringern und angemessene Maßnahmen zur Kontrolle der Verwendung des Saftes einzuführen. Der Prozentsatz der Mengen genießbarer Erzeugnisse, die den Kontrollmaßnahmen unterzogen werden müssen, muss höher sein als in den anderen Bereichen, weil die Verwendung des Erzeugnisses oft in einem anderen Mitgliedstaat stattfindet als demjenigen, in dem die Beihilfen gezahlt werden.
- (2) Im Rahmen der Beihilfe für die Verwendung von Traubenmost zur Erhöhung des Alkoholgehalts der Weinbauerzeugnisse ist die Bezugnahme auf das Verfahren zur Bestimmung des Alkoholgehaltes zu berichtigen. Um die Aufgaben der Mitgliedstaaten zu erleichtern, ist ihnen die Verwaltung der Beihilfeanträge zu übertragen. Um eine eingehende und wirksame Kontrolle durchführen zu können, sind auch die Einzelheiten dieser Kontrolle festzulegen.
- (3) Um eine vergleichbare Behandlung in Streitfällen zu gewährleisten, müssen die Bestimmungen über die Zahlung der Beihilfen im Rahmen der verschiedenen unter die Verordnung (EG) Nr. 1623/2000 fallenden Beihilferegelungen harmonisiert werden.
- (4) Um eine eingehende und wirksame Kontrolle der Beihilfen für die private Lagerhaltung von Wein durchführen zu können, sind die Kontrollmodalitäten festzulegen und die zulässigen Toleranzmargen bei der Überprüfung des Alkoholgehalts von Traubenmost, konzentriertem Traubenmost und rektifiziertem Traubenmostkonzentrat klarzustellen. Um die Zahlung von Vorschüssen im Rahmen dieser Maßnahme zu erleichtern, ist das Verwaltungsverfahren zu ändern.

- (5) Bei der Regelung zur Destillation der Nebenerzeugnisse der Weinbereitung ist es angebracht, die Höhe der Beihilfen und Preise nach Maßgabe der Art der Nebenerzeugnisse zu differenzieren und somit die Pauschalbeihilfe und den Pauschalpreis abzuschaffen. Außerdem ist den betreffenden Mitgliedstaaten zu erlauben, die Ausnahme von der Lieferung der Nebenerzeugnisse der Weinbereitung auf bestimmte Erzeugerkategorien auszuweiten, um den strukturellen Änderungen des Sektors zu begegnen.
- (6) Beschließt ein Mitgliedstaat, den Preis für den Ankauf des Weins beim Erzeuger nach Maßgabe des Ertrags im Rahmen der Destillation gemäß Artikel 28 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 zu differenzieren, so muss eine Verlängerung der Frist für die Zahlung der Beihilfe an den Brenner möglich sein.
- (7) Um die ordnungsgemäße Abwicklung der finanziellen Operationen im Rahmen einer Dringlichkeitsdestillation gemäß Artikel 30 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 zu gewährleisten, ist zu bestätigen, dass der dem Brenner gewährte Vorschuss auf den ihm von der Interventionsstelle zu zahlenden Preis den für die anderen Destillationen vorgesehenen Beihilfen gleichgestellt wird.
- (8) Bei allen Destillationsmaßnahmen ist die Bestimmung zu streichen, dass die Verwendung eines Teils des kontrollierten Weins für allen zur Destillation gelieferten Wein repräsentativ sein muss. Außerdem sind die für die Dringlichkeitsdestillation gezahlten und den Beihilfen gleichgestellten Vorschüsse in die Sanktionsregelung aufzunehmen und ist für alle Destillationen derselbe Mechanismus vorzusehen, der es ermöglicht, dem Erzeuger den Mindestankaufspreis für den Wein zu garantieren, wenn der Brenner seiner Verpflichtung nicht nachkommt.
- (9) Aufgrund der gemachten Erfahrungen empfiehlt es sich, die Modalitäten für den Absatz des aus den verschiedenen Destillationen gewonnenen und im Besitz der Interventionsstellen befindlichen Alkohols anzupassen. Somit erweist es sich als erforderlich, die Fristen für die Übernahme des Alkohols bei umfangreichen Mengen je nach Fall festzusetzen. Um die Absatzmöglichkeiten auszuweiten, müssen die derzeitigen geografischen Beschränkungen für den Alkoholverkauf aufgehoben werden. Außerdem sind die Bedingungen für die Kontrolle der Bestimmung des im Kraftstoffsektor verwendeten Alkohols genauer zu fassen.
- (10) Da die Verwaltung der Interventionsmaßnahmen die Übermittlung zahlreicher Informationen durch die Mitgliedstaaten an die Kommission erfordert, sind diese Mitteilungen genau zu regeln.
- (11) Die Verordnung (EG) Nr. 1623/2000 ist entsprechend zu ändern.

⁽¹⁾ ABl. L 179 vom 14.7.1999, S. 1.

⁽²⁾ ABl. L 345 vom 29.12.2001, S. 10.

⁽³⁾ ABl. L 194 vom 31.7.2000, S. 45.

⁽⁴⁾ ABl. L 272 vom 10.10.2002, S. 15.

- (12) Bestimmte Änderungen haben die Klarstellung der bestehenden Bestimmungen bzw. die Aufnahme bestimmter Einzelheiten zum Ziel und sind von Vorteil für die Marktteilnehmer. Sie müssen daher rückwirkend gelten.
- (13) Andere Änderungen haben die Verbesserung der Bedingungen für Einzelaktionen zum Absatz von Alkohol zum Ziel. Sie müssen daher ab der Veröffentlichung dieser Verordnung gelten.
- (14) Der Großteil der Änderungen besteht in technischen Änderungen bei den Marktverwaltungsmaßnahmen. Um den Ablauf des derzeitigen Wirtschaftsjahres nicht zu stören, müssen diese Änderungen ab Beginn des nächsten Weinwirtschaftsjahres gelten.
- (15) Die in dieser Verordnung vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Verwaltungsausschusses für Wein —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

Artikel 1

Die Verordnung (EG) Nr. 1623/2000 wird wie folgt geändert:

1. Titel I Kapitel I erhält folgende Fassung:

„KAPITEL I

HERSTELLUNG VON TRAUBENSAFT

Artikel 3

Gegenstand der Beihilfe

Die Beihilfe gemäß Artikel 35 Absatz 1 Buchstabe a) der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 wird Verarbeitern gewährt,

- a) die selbst Erzeuger oder Mitglied einer Erzeugergemeinschaft sind und die aus ihrer eigenen Ernte stammenden Trauben sowie den Traubenmost und den konzentrierten Traubenmost, die ausschließlich aus Trauben ihrer eigenen Ernte gewonnen worden sind, zu Traubensaft verarbeiten oder verarbeiten lassen, oder
- b) die direkt oder indirekt von den Erzeugern oder den Mitgliedern einer Erzeugergemeinschaft die in der Gemeinschaft erzeugten Trauben sowie den Traubenmost und den konzentrierten Traubenmost zur Herstellung von Traubensaft ankaufen.

Der verwendete Traubenmost und konzentrierte Traubenmost muss aus in der Gemeinschaft erzeugten Weintrauben stammen.

Artikel 4

Herstellung anderer, aus Traubensaft gewonnener genießbarer Erzeugnisse

Der gewonnene Traubensaft bzw. konzentrierte Traubensaft kann zu jedem anderen genießbaren Erzeugnis als den Erzeugnissen der Weinbereitung gemäß Anhang I der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 und den Erzeugnissen gemäß Artikel 35 Absatz 1 Buchstaben b) und c) derselben Verordnung verarbeitet werden.

Artikel 5

Technische Anforderungen an die Erzeugnisse

(1) Die in Artikel 3 dieser Verordnung genannten Grundstoffe für die Herstellung von Traubensaft müssen von einwandfreier, handelsüblicher Qualität und für die Verarbeitung zu Traubensaft geeignet sein.

(2) Der verwendete Traubenmost und der aus den verwendeten Trauben gewonnene Most müssen bei 20 °C eine Dichte zwischen 1,055 und 1,100 Gramm je Kubikzentimeter aufweisen.

(3) Bei der Verwendung zur Herstellung genießbarer Erzeugnisse muss der Traubensaft der Richtlinie 2001/112/EG des Rates (*) entsprechen.

Artikel 6

Für die Verarbeiter im Hinblick auf die Kontrolle geltende Verwaltungsvorschriften

(1) Der Verarbeiter, der während des gesamten Wirtschaftsjahres Traubensaft herstellt, legt der zuständigen Stelle des Mitgliedstaats vor Beginn jedes Wirtschaftsjahres ein Programm für die Verarbeitung zu Traubensaft vor. Beginnt der Verarbeiter mit der Herstellung des Traubensaftes, nachdem das Wirtschaftsjahr bereits begonnen hat, so muss das Programm vor Beginn dieser Herstellung ausgearbeitet werden.

Das Verarbeitungsprogramm enthält folgende Angaben:

- a) die Art der zur Verarbeitung bestimmten Grundstoffe (Trauben, Traubenmost oder konzentrierter Traubenmost);
- b) den Lagerort der für die Verarbeitung bestimmten Traubenmoste und konzentrierten Traubenmoste;
- c) den Verarbeitungsort.

(2) Der Verarbeiter, der nur zu bestimmten Zeitpunkten Traubensaft herstellt, legt der zuständigen Stelle des Mitgliedstaats spätestens drei Arbeitstage vor Beginn dieser Herstellung eine Verarbeitungserklärung vor.

Die Verarbeitungserklärung enthält folgende Angaben:

- a) die Angaben gemäß Absatz 1 Unterabsatz 2;
- b) die zur Verarbeitung vorgesehene Menge Weintrauben oder Traubenmost bzw. konzentrierten Traubenmost;
- c) die Dichte des Traubenmostes und des konzentrierten Traubenmostes;
- d) den Zeitpunkt des Beginns der Verarbeitungsvorgänge und ihre voraussichtliche Dauer.

Die Erklärung muss folgende Mindestmengen betreffen:

- a) 1,3 Tonnen für Weintrauben,
- b) 10 Hektoliter für Traubenmost,
- c) 3 Hektoliter für konzentrierten Traubenmost.

(3) Zusätzlich zu den Angaben gemäß den Absätzen 1 und 2 können die Mitgliedstaaten von den Verarbeitern ergänzende Angaben verlangen.

(4) Die zuständige Behörde des Mitgliedstaats versieht die in den Absätzen 1 und 2 genannten Programme und Erklärungen mit einem Sichtvermerk und sendet eine Kopie an den Verarbeiter zurück.

(5) Abweichend von den Absätzen 1, 2 und 3 können die Mitgliedstaaten für Verarbeiter, die je Wirtschaftsjahr nur eine Höchstmenge von 5 Tonnen Trauben, 40 Hektolitern Traubenmost bzw. 12 Hektolitern konzentrierten Traubenmost verwenden, vereinfachte Verfahren vorsehen.

(6) Der Verarbeiter führt Bestandsbücher. Darin werden insbesondere folgende aus den Begleitdokumenten oder Büchern gemäß Artikel 70 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 stammende Angaben vermerkt:

- a) die Menge und Dichte der Grundstoffe, die täglich in seinem Betrieb eintreffen, und gegebenenfalls Name und Anschrift des Verkäufers;
- b) die Menge und Dichte der täglich verarbeiteten Grundstoffe;
- c) die täglich hergestellte Traubensaftmenge;
- d) die Traubensaftmengen, die täglich seinen Betrieb verlassen, sowie Name und Anschrift des Empfängers oder die täglich von ihm selbst verwendeten Traubensaftmengen.

Die Belege für die Bestandsbuchführung werden den Kontrollinstanzen bei jeder Überprüfung vorgelegt.

Artikel 7

Für die Verwender im Hinblick auf die Kontrolle geltende Verwaltungsvorschriften

(1) Im Sinne dieses Kapitels ist der ‚Verwender‘ jeder Marktteilnehmer, der einen der folgenden Arbeitsgänge durchführt: Abfüllung, Verpackung oder Aufmachung des Traubensaftes oder konzentrierten Traubensaftes, Lagerhaltung zum Verkauf an einen oder mehrere Betriebe, die mit den vorgenannten oder im Folgenden genannten Arbeitsgängen beauftragt sind, oder Zubereitung anderer genießbaren Erzeugnisse aus diesem Saft.

Diese Arbeitsgänge können auch von dem in Artikel 3 genannten Verarbeiter vorgenommen werden.

(2) Der Verwender legt der zuständigen Behörde des Entladeorts eine schriftliche Verpflichtung vor, den Traubensaft nicht zu den Erzeugnissen der Weinbereitung gemäß Anhang I der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 oder den Erzeugnissen gemäß Artikel 35 Absatz 1 Buchstaben b) und c) derselben Verordnung zu verarbeiten.

Die Mitgliedstaaten legen die Bedingungen für die Vorlage dieser Verpflichtung fest. Die Verpflichtung muss jedoch vor der Verwendung des Traubensaftes oder konzentrierten Traubensaftes und spätestens vier Monate nach Einreichung des Beihilfeantrags gemäß Artikel 8 dieser Verordnung vorgelegt werden.

Die Ausfuhr gilt als eine mit dieser Verpflichtung vereinbare Verwendung.

(3) Wird der Traubensaft von einem Verarbeiter innerhalb der Gemeinschaft an einen Verwender versandt, so

- a) gibt der Verarbeiter auf dem Begleitdokument gemäß Artikel 70 Absatz 1 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 an, ob er für die Herstellung des Traubensaftes

bereits einen Beihilfeantrag gemäß diesem Kapitel gestellt hat oder stellen will, und gibt den tatsächlichen bzw. vorhergesehenen Zeitpunkt der Einreichung dieses Antrags an;

- b) übersendet der Verwender dieses Begleitdokument spätestens 15 Tage nach Erhalt des Erzeugnisses an die zuständige Behörde des Entladeorts;
- c) überzeugt sich ein Verwender, der den von ihm erhaltenen Traubensaft an einen anderen Marktteilnehmer in der Gemeinschaft weiterversendet, von der Unterzeichnung der schriftlichen Verpflichtung durch diesen anderen Marktteilnehmer und legt der zuständigen Behörde diese Verpflichtung innerhalb der Frist gemäß Absatz 2 Unterabsatz 2 vor;
- d) versieht die zuständige Behörde, nachdem sie diese schriftliche Verpflichtung erhalten hat, das Begleitdokument mit ihrem Sichtvermerk und sendet die Kopie des mit dem Sichtvermerk versehenen Begleitdokuments spätestens dreißig Tage nach Erhalt der Verpflichtung an den Verarbeiter des betreffenden Traubensaftes zurück.

(4) In Anwendung von Artikel 2 der Verordnung (EG) Nr. 2729/2000 der Kommission(**) führen die zuständigen Behörden auf der Grundlage einer Risikoanalyse Stichprobenkontrollen während des Wirtschaftsjahres durch, um sich zu vergewissern, dass die Verpflichtung gemäß Absatz 2 dieses Artikels eingehalten wird. Diese Kontrollen erstrecken sich auf mindestens 10 % Mengen, auf die sich die Sichtvermerksanträge gemäß Absatz 3 Buchstabe d) dieses Artikels betreffend die im vergangenen Wirtschaftsjahr eingegangenen Begleitdokumente beziehen.

Artikel 8

Beihilfeantrag

(1) Der Verarbeiter gemäß Artikel 6 Absatz 1 stellt spätestens sechs Monate nach Ablauf des Wirtschaftsjahres bei der zuständigen Behörde des Mitgliedstaats einen Beihilfeantrag, dem folgende Unterlagen beigefügt sind:

- a) eine Kopie des betreffenden Verarbeitungsprogramms;
- b) eine Kopie der Buchführungsunterlagen gemäß Artikel 6 Absatz 6 oder eine zusammenfassende Übersicht dieser Unterlagen. Die Mitgliedstaaten können verlangen, dass diese Kopie oder diese zusammenfassende Übersicht mit dem Sichtvermerk einer Kontrollinstanz versehen wird.

Die Mitgliedstaaten können zusätzliche Unterlagen verlangen.

(2) Der Verarbeiter gemäß Artikel 6 Absatz 2 stellt spätestens sechs Monate nach Ablauf des Wirtschaftsjahres bei der zuständigen Behörde des Mitgliedstaats einen Beihilfeantrag, dem folgende Unterlagen beigefügt sind:

- a) eine Kopie der betreffenden Verarbeitungserklärung;
- b) eine Kopie der Buchführungsunterlagen gemäß Artikel 6 Absatz 6 oder eine zusammenfassende Übersicht dieser Unterlagen. Die Mitgliedstaaten können verlangen, dass diese Kopie oder diese zusammenfassende Übersicht mit dem Sichtvermerk einer Kontrollinstanz versehen wird.

In dem Beihilfeantrag sind die Menge der tatsächlich verarbeiteten Grundstoffe sowie der Tag anzugeben, an dem die Verarbeitungsvorgänge abgeschlossen worden sind.

(3) Der betreffende Verarbeiter legt der zuständigen Behörde des Mitgliedstaats spätestens sechs Monate nach Stellung des Beihilfeantrags folgende Unterlagen vor:

- a) die Kopie des von der zuständigen Behörde mit einem Sichtvermerk versehenen Begleitdokuments gemäß Artikel 7 Absatz 3 Buchstabe d);
- b) die Kopie des Begleitdokuments mit dem die Ausfuhr bestätigenden Stempel der Zollbehörde.

(4) Abweichend von den Absätzen 1 und 2 können die Mitgliedstaaten für Verarbeiter, die je Wirtschaftsjahr nur eine Höchstmenge von 5 Tonnen Trauben, 40 Hektolitern Traubenmost bzw. 12 Hektolitern konzentrierten Traubenmost verwenden, vereinfachte Verfahren vorsehen. Diese Verfahren müssen spätestens sechs Monate nach Ende des Wirtschaftsjahres abgeschlossen sein.

Artikel 9

Beträge und Modalitäten der Beihilfe

(1) Die Beihilfen für die Verwendung von Trauben, Traubenmost und konzentriertem Traubenmost werden je Mengeneinheit des tatsächlich verwendeten Grundstoffs in folgender Höhe festgesetzt:

- a) Trauben: 4,952 EUR je 100 kg;
- b) Traubenmost: 6,193 EUR je Hektoliter;
- c) konzentrierter Traubenmost: 21,655 EUR je Hektoliter.

(2) Außer in Fällen höherer Gewalt wird keine Beihilfe für die Grundstoffmengen gezahlt, die folgende Verhältnisse zwischen dem Grundstoff und dem gewonnenen Traubensaft überschreiten:

- a) 1,3 für 100 kg Weintrauben auf einen Hektoliter Traubensaft;
- b) 1,05 für einen Hektoliter Traubenmost auf einen Hektoliter Traubensaft;
- c) 0,30 für einen Hektoliter konzentrierten Traubenmost auf einen Hektoliter Traubensaft.

Bei der Herstellung von konzentriertem Traubensaft werden diese Koeffizienten mit 5 multipliziert.

Artikel 10

Zahlung der Beihilfe

Die zuständige Stelle zahlt die Beihilfe innerhalb von drei Monaten nach Eingang aller in Artikel 8 genannten erforderlichen Unterlagen.

Artikel 11

Gewährung eines Vorschusses

(1) Sofern der Verarbeiter eine Sicherheit zugunsten der zuständigen Behörde geleistet hat, kann er einen Vorschuss in Höhe der Beihilfe gemäß Artikel 9 beantragen, berechnet nach den Grundstoffen, für die er den Nachweis erbringt, dass sie in seinen Verarbeitungsanlagen eingetroffen sind. Die Sicherheit beläuft sich auf 120 % des genannten Betrages.

(2) Der Vorschuss wird von der zuständigen Behörde innerhalb von drei Monaten nach Vorlage des Nachweises für die Hinterlegung der Sicherheit gezahlt. Die Vorauszahlung erfolgt jedoch nicht vor dem 1. Januar des betreffenden Wirtschaftsjahres.

(3) Nach Überprüfung aller in Artikel 8 genannten erforderlichen Unterlagen durch die zuständige Behörde wird die in Absatz 1 dieses Artikels genannte Sicherheit je nach Fall ganz oder teilweise nach dem Verfahren des Artikels 19 der Verordnung (EWG) Nr. 2220/85 freigegeben.

Artikel 11a

Sanktionen und Fälle höherer Gewalt

(1) Legt der Verarbeiter die in Artikel 8 genannten erforderlichen Unterlagen mit Verspätung, aber innerhalb von sechs Monaten nach Ablauf der in demselben Artikel genannten Frist vor, so verringert sich die Beihilfe um 30 %.

Legt der Verarbeiter die Unterlagen mit einer Verspätung von mehr als sechs Monaten nach Ablauf der Frist vor, so wird keine Beihilfe gezahlt.

(2) Wird bei einer Kontrolle festgestellt, dass der Verarbeiter die in Artikel 7 Absätze 2 und 3 genannten Verpflichtungen nicht eingehalten hat, so wird die Beihilfe beim Verarbeiter wiedereingezogen. Hat der Verarbeiter seinen Sitz in einem anderen Mitgliedstaat als der Verarbeiter, so teilt der betreffende Mitgliedstaat die Nichteinhaltung unverzüglich dem Mitgliedstaat mit, in dem der Verarbeiter seinen Sitz hat.

(3) Wird festgestellt, dass die dem Verarbeiter nach diesem Kapitel obliegenden Verpflichtungen außer der Verpflichtung, die im Beihilfeantrag aufgeführten Grundstoffe zu Traubensaft zu verarbeiten, nicht eingehalten worden sind, so wird — außer im Fall höherer Gewalt — die Beihilfe gekürzt. Der betreffende Mitgliedstaat setzt die Höhe der Kürzung fest.

(4) Liegt die Menge der wirklich verarbeiteten Grundstoffe zwischen 95 und 99,9 % der Menge, für die der Vorschuss gezahlt wurde, so verfällt die in Artikel 11 genannte Sicherheit für den Teil, der im Laufe des Wirtschaftsjahres nicht verarbeitet worden ist.

Liegt die Menge der wirklich verarbeiteten Grundstoffe unter 95 % der Menge, für die der Vorschuss gezahlt wurde, so verfällt — außer im Fall höherer Gewalt — die gesamte Sicherheit.

(5) Im Fall höherer Gewalt gemäß diesem Kapitel legt die zuständige Behörde des Mitgliedstaats die Maßnahmen fest, die sie nach Maßgabe der angeführten Gründe für angemessen erachtet. Sie unterrichtet die Kommission davon.

(*) ABl. L 10 vom 12.1.2002, S. 58.

(**) ABl. L 316 vom 15.12.2000, S. 16.“

2. Artikel 13 Absatz 2 erhält folgende Fassung:

„(2) Der potenzielle Alkoholgehalt der in Absatz 1 genannten Erzeugnisse wird bestimmt, indem die Angaben aus der Umrechnungstabelle in Anhang I dieser Verordnung auf die durch die Refraktometer-Methode gemäß dem Anhang der Verordnung (EWG) Nr. 558/93 der Kommission (*) bei 20 °C ermittelten Zahlenwerte angewandt werden.“

Bei den Kontrollen durch die zuständigen Behörden ist ein Toleranzwert von 0,2 zulässig.

(*) ABl. L 58 vom 11.3.1993, S. 50.“

3. Dem Artikel 14 wird folgender Absatz 3 angefügt:

„Die Mitgliedstaaten können jedoch die Möglichkeit vorsehen, mehrerer Beihilfeanträge zu stellen, die sich jeweils auf einen Teil der Maßnahmen zur Erhöhung des Alkoholgehalts beziehen.“

4. Folgender Artikel 14a wird eingefügt:

„Artikel 14a

Kontrollen

(1) Die zuständigen Behörden der Mitgliedstaaten treffen alle erforderlichen Maßnahmen, um die notwendigen Kontrollen zu gewährleisten und insbesondere die Nämlichkeit und Menge des Erzeugnisses, das zur Erhöhung des Alkoholgehalts verwendet wird, sowie die Einhaltung der Bestimmungen von Anhang V Abschnitte C und D der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 zu überprüfen.

(2) Die Erzeuger müssen die Kontrolle gemäß Absatz 1 jederzeit zulassen.“

5. Artikel 16 erhält folgende Fassung:

„Artikel 16

Zahlung der Beihilfe

Die zuständige Behörde zahlt die Beihilfe spätestens am 31. August, der auf das Ende des laufenden Wirtschaftsjahres folgt.“

6. Artikel 29 Absatz 1 Buchstabe c) erhält folgende Fassung:

„c) den bei 20 °C durch die Refraktometer-Methode gemäß dem Anhang der Verordnung (EWG) Nr. 558/93 ermittelten Wert. Folgende Toleranzwerte sind zulässig: 0,5 für Traubenmost und 1 für konzentrierten Traubenmost und rektifiziertes Traubenmostkonzentrat.“

7. Artikel 34 Absatz 2 erhält folgende Fassung:

„(2) Unbeschadet von Absatz 6 dürfen die Erzeugnisse, die Gegenstand des Vertrags sind, nur den für ihre einwandfreie Konservierung erforderlichen Behandlungen

oder önologischen Verfahren unterzogen werden. Eine Veränderung des im Vertrag festgesetzten Volumens ist zulässig. Diese Veränderung beläuft sich auf höchstens 2 % bei Wein und 3 % bei Traubenmost, konzentriertem Traubenmost und rektifiziertem Traubenmostkonzentrat. Falls die Erzeugnisse in andere Behältnisse umgefüllt werden, beträgt die zulässige Veränderung des Volumens 3 % beziehungsweise 4 %.“

8. Folgender Artikel 35a wird eingefügt:

„Artikel 35a

Kontrollen

(1) Die zuständigen Behörden der Mitgliedstaaten treffen alle erforderlichen Maßnahmen, um die notwendigen Kontrollen zu gewährleisten und insbesondere die Nämlichkeit und Menge des Erzeugnisses, das Gegenstand des Vertrags ist, sowie die Einhaltung der Bestimmungen von Artikel 34 zu überprüfen.

(2) Die Erzeuger müssen die Kontrolle gemäß Absatz 1 jederzeit zulassen.“

9. Artikel 37 erhält folgende Fassung:

„Artikel 37

Zahlung der Beihilfe

(1) Die zuständige Behörde zahlt die Beihilfe innerhalb von drei Monaten nach dem Tag des Vertragsablaufs.

(2) Bei Beendigung des Vertrages gemäß Artikel 33 oder 35 besteht ein Beihilfeanspruch anteilmäßig für die tatsächliche Vertragsdauer. Die zuständige Behörde zahlt die Beihilfe innerhalb von drei Monaten nach dem Tag der Vertragsbeendigung.“

10. Artikel 38 erhält folgende Fassung:

„Artikel 38

Gewährung eines Vorschusses

(1) Erzeuger erhalten auf Antrag einen Vorschuss, sofern sie bei der Interventionsstelle eine Sicherheit von 120 % des Vorschussbetrags geleistet haben. Unbeschadet von Artikel 32 wird der Vorschussbetrag auf der Grundlage der in Artikel 25 genannten Beihilfe für das betreffende Erzeugnis berechnet.

(2) Der Vorschuss wird von der zuständigen Behörde spätestens drei Monate nach dem Nachweis der Sicherheitsleistung gezahlt.

(3) Unmittelbar nach Zahlung der Beihilfe durch die zuständige Behörde wird die in Absatz 1 genannte Sicherheit freigegeben.

Wird die Beihilfe gemäß Artikel 36 Absatz 1 Buchstabe a) nicht fällig, so verfällt die Sicherheit in voller Höhe.

Führt die Anwendung von Artikel 36 Absatz 1 Buchstabe b) zur Festsetzung eines Beihilfebetrags, der unter dem bereits ausgezahlten Betrag liegt, so wird der Sicherheitsbetrag um 120 % des zuviel bezahlten Beihilfebetrags gekürzt. Die so gekürzte Sicherheit wird spätestens drei Monate nach dem Tag des Vertragsablaufs freigegeben.

Im Fall der Anwendung der Klausel von Artikel 29 Absatz 5 Buchstabe i) nehmen die Mitgliedstaaten die erforderlichen Anpassungen vor.“

11. Artikel 43 Unterabsatz 3 erhält folgende Fassung:

„Die Mitgliedstaaten treffen im Rahmen der Durchführung der Destillationen gemäß diesem Titel die erforderlichen Maßnahmen, um die Einhaltung der in Absatz 2 genannten Verpflichtung zu gewährleisten.“

12. Artikel 45 wird wie folgt geändert:

a) Dem Absatz 1 wird folgender Unterabsatz 2 angefügt:

„Die Mitgliedstaaten können vorsehen, dass diese Lieferung vor dem in Unterabsatz 1 genannten Termin erfolgen muss.“

b) Absatz 2 wird gestrichen.

13. Artikel 46 Absatz 3 Buchstabe a) Ziffer ii) erhält folgende Fassung:

„ii) in der Weinbauzone C: 2 Liter reiner Alkohol (vorhanden oder potenziell)/100 kg, wenn sie aus Sorten gewonnen worden sind, die in der Rebsortenklassifizierung für die betreffende Verwaltungseinheit als andere als Keltertraubensorten eingetragen sind; 2,8 Liter reiner Alkohol (vorhanden oder potenziell)/100 kg, wenn sie aus Sorten gewonnen worden sind, die in der Klassifizierung für die betreffende Verwaltungseinheit lediglich als Keltertraubensorten eingetragen sind;“.

14. Artikel 48 erhält folgende Fassung:

„Artikel 48

Beihilfe für den Brenner

(1) Der Betrag der Beihilfe gemäß Artikel 27 Absatz 11 Buchstabe a) der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 wird je Volumenprozent Alkohol und je Hektoliter des aus der Destillation gewonnenen Erzeugnisses folgendermaßen festgesetzt:

a) neutraler Alkohol:

— Beihilfe für Traubentrester: 0,8453 EUR,

— Beihilfe für Wein und Weinrüb: 0,4106 EUR;

b) Branntwein aus Traubentrester und Destillat oder Rohalkohol aus Traubentrester mit einem Alkoholgehalt von mindestens 52 % vol: 0,3985 EUR;

c) Branntwein aus Wein und Rohalkohol aus Wein und Weinrüb: 0,2777 EUR.

Erbringt der Brenner den Nachweis, dass das Destillat oder der Rohalkohol, das bzw. den er durch die Destillation von Traubentrester erhalten hat, nicht zur Herstellung von Branntwein aus Traubentrester verwendet wurde, so wird ihm ein zusätzlicher Betrag in Höhe von 0,3139 EUR/% vol/hl gezahlt.

(2) Für die zur Destillation gelieferten Weinmengen, die um mehr als 2 % über die Verpflichtung des Erzeugers gemäß Artikel 45 hinausgehen, wird keine Beihilfe gezahlt.“

15. Artikel 49 wird wie folgt geändert:

a) Absatz 2 erhält folgende Fassung:

„(2) Die Erzeuger, die im Laufe des betreffenden Weinwirtschaftsjahres selber in ihren eigenen Anlagen nicht mehr als 25 Hektoliter Wein oder Traubenmost gewinnen, brauchen ihre Erzeugung nicht abzuliefern.“

b) Folgender Absatz 4 wird angefügt:

„(4) In Anwendung von Artikel 27 Absatz 8 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 können die Mitgliedstaaten für die Gesamtheit oder einen Teil ihres Gebiets vorsehen, dass die Erzeuger, die eine noch festzusetzende Erzeugnismenge nicht überschreiten, die sie selber in ihren eigenen Anlagen gewonnen haben, die Verpflichtung zur Lieferung der in den Absätzen 3 und 6 desselben Artikels genannten Nebenerzeugnisse durch die Rücknahme dieser Erzeugnisse unter Kontrolle erfüllen. Diese Erzeugnismenge darf jedoch 80 Hektoliter Wein oder Traubenmost nicht überschreiten.“

16. Artikel 58 Absatz 1 erhält folgende Fassung:

„Die einer der Destillationsverpflichtungen gemäß den Artikeln 45 und 54 unterliegenden Erzeuger, die spätestens am 15. Juli des laufenden Wirtschaftsjahres mindestens 90 % der ihrer Verpflichtung entsprechenden Menge geliefert haben, können diese Verpflichtung dadurch erfüllen, dass sie die Restmenge vor einem von der zuständigen Behörde des Mitgliedstaats festzusetzenden Zeitpunkt liefern, der nicht nach dem 31. Juli des folgenden Wirtschaftsjahres liegen darf.“

17. Artikel 60 wird wie folgt geändert:

a) Dem Absatz 5 wird folgender Unterabsatz 2 angefügt:

„Für die Destillation gemäß Artikel 28 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 beträgt die in Unterabsatz 1 genannte Frist für den Fall, dass der Mitgliedstaat den Ankaufspreis gemäß Artikel 55 Absatz 2 der genannten Verordnung nach Maßgabe des Hektarertrags unterschiedlich festsetzt, sieben Monate.“

b) Absatz 6 wird gestrichen.

18. Artikel 62 wird wie folgt geändert:

a) Absatz 2 erhält folgende Fassung:

„(2) Der von der zuständigen Behörde für das gelieferte Erzeugnis zu zahlende Preis wird je Volumenprozent Alkohol und je Hektoliter folgendermaßen festgesetzt:

a) Destillation gemäß Artikel 27 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999:

— für Rohalkohol aus Traubentrester: 1,872 EUR,

— für Rohalkohol aus Wein und Weinrüb: 1,437 EUR;

b) Destillation gemäß Artikel 28 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999:

— für Rohalkohol aus Wein: 1,799 EUR.

Wird der Alkohol in den Räumlichkeiten gelagert, in denen er gewonnen wurde, so werden diese Preise um 0,5 EUR/hl Erzeugnis gekürzt.“

b) Absatz 3 wird gestrichen.

19. Dem Artikel 67 Absatz 1 wird folgender Unterabsatz 3 angefügt:

„Der Vorschuss, der dem Erzeuger im Rahmen der Anwendung der Destillation gemäß Artikel 30 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 auf den ihm von der Interventionsstelle zu zahlenden Preis gewährt werden kann, wird den in Unterabsatz 2 genannten Beihilfen gleichgestellt.“

20. Artikel 73 Absatz 2 wird gestrichen.

21. Artikel 74 wird wie folgt geändert:

a) Absatz 4 erhält folgende Fassung:

„(4) Die Interventionsstelle zieht beim Erzeuger einen Betrag in Höhe eines Teils oder der Gesamtheit der dem Brenner gezahlten Beihilfe bzw. des dem Brenner zu zahlenden Vorschusses ein, wenn der Erzeuger die in den Gemeinschaftsbestimmungen für die betreffende Destillation vorgesehenen Bedingungen aus einem der folgenden Gründe nicht erfüllt:

- a) Der Erzeuger hat die Ernte-, Erzeugungs- oder Bestandsmeldung nicht fristgerecht vorgelegt.
- b) Der Erzeuger hat eine Ernte-, Erzeugungs- oder Bestandsmeldung vorgelegt, die von der zuständigen Behörde des Mitgliedstaats als unvollständig oder unrichtig beurteilt wurde, wobei die Kenntnis der fehlenden oder fehlerhaften Angaben für die ordnungsgemäße Anwendung der betreffenden Maßnahme wesentlich ist.
- c) Der Erzeuger ist den Verpflichtungen gemäß Artikel 37 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 nicht nachgekommen, und der Verstoß ist erst festgestellt oder dem Brenner mitgeteilt worden, nachdem die Zahlung des Mindestpreises aufgrund von früheren Meldungen bereits erfolgt war.

In dem Fall gemäß Unterabsatz 1 Buchstabe a) wird der einzubehaltende Betrag gemäß den Bestimmungen von Artikel 12 der Verordnung (EG) Nr. 1282/2001 der Kommission (*) festgesetzt.

In dem Fall gemäß Unterabsatz 1 Buchstabe b) wird der einzubehaltende Betrag gemäß den Bestimmungen von Artikel 13 der Verordnung (EG) Nr. 1282/2001 festgesetzt.

In dem Fall gemäß Unterabsatz 1 Buchstabe c) besteht der einzubehaltende Betrag in der gesamten dem Brenner gezahlten Beihilfe bzw. dem gesamten dem Brenner gezahlten Vorschuss.

(*) ABl. L 176 vom 29.6.2001, S. 14.“

b) Folgender Absatz 5 wird angefügt:

„(5) Wird festgestellt, dass der Brenner den Ankaufspreis dem Erzeuger nicht innerhalb der Frist von Artikel 65 Absatz 7 gezahlt hat, so zahlt die Interventionsstelle dem Erzeuger vor dem 1. Juni, der auf das betreffende Wirtschaftsjahr folgt, gegebenenfalls über die Interventionsstelle des Mitgliedstaats des Erzeugers einen Betrag in Höhe der Beihilfe bzw. des Vorschusses. In diesem Fall erhält der Brenner keine Beihilfe bzw. keinen Vorschuss.“

22. Artikel 86 erhält folgende Fassung:

„Artikel 86

Eröffnung der Ausschreibung

Jedes Vierteljahr kann die Kommission nach dem Verfahren des Artikels 75 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 eine oder mehrere Ausschreibungen für die Ausfuhr nach bestimmten Drittländern zur ausschließlichen Endverwendung als Kraftstoff eröffnen. Dieser Alkohol muss in ein Drittland eingeführt und dort einem Wasserentzug unterzogen und darf nur als Kraftstoff in einem Drittland verwendet werden.“

23. Artikel 91 wird wie folgt geändert:

a) Absatz 7 Unterabsatz 3 erhält folgende Fassung:

„In dem Übernahmeschein ist der Termin angegeben, bis zu dem die materielle Übernahme des Alkohols aus dem Lager der betreffenden Interventionsstelle erfolgen muss. Die Übernahmefrist darf jedoch acht Tage ab der Ausstellung des Übernahmescheins nicht überschreiten. Gilt der Übernahmeschein jedoch für mehr als 25 000 hl, so kann diese Frist acht Tage, darf aber nicht 15 Tage überschreiten.“

b) Absatz 10 erhält folgende Fassung:

„(10) Die materielle Übernahme des Alkohols aus dem Lager der betreffenden Interventionsstelle muss innerhalb einer Frist abgeschlossen sein, die nach dem Verfahren des Artikels 75 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 bei der Eröffnung einer Ausschreibung festzusetzen ist.“

24. Artikel 93 Absatz 6 erhält folgende Fassung:

„(6) Die materielle Übernahme des Alkohols aus dem Lager der betreffenden Interventionsstelle muss innerhalb einer Frist abgeschlossen sein, die nach dem Verfahren des Artikels 75 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 bei der Eröffnung einer öffentlichen Versteigerung festzusetzen ist.“

25. Artikel 95 Absatz 3 wird gestrichen.

26. Dem Artikel 101 wird folgender Absatz 4 angefügt:

„(4) Unbeschadet von Absatz 1 gilt Folgendes: Wird der Alkohol zur ausschließlichen Verwendung im Kraftstoffsektor in Drittländern abgesetzt, so werden die Kontrollen seiner tatsächlichen Verwendung bis zu dem Zeitpunkt vorgenommen, an dem dieser Alkohol im Bestimmungsland mit einem Denaturierungsmittel vermischt wird.

Beim Absatz des Alkohols im Hinblick auf eine Verwendung als Bioethanol in der Gemeinschaft werden diese Kontrollen bis zu dem Zeitpunkt vorgenommen, an dem dieser Alkohol von einem das Bioethanol verwendenden Mineralölunternehmen oder einem in Artikel 92 genannten zugelassenen Unternehmen in Empfang genommen wird, sofern die Überwachung gemäß Unterabsatz 3 ab Eingang des Weinalkohols in dem zugelassenen Unternehmen gewährleistet ist.

In den Fällen gemäß den Unterabsätzen 1 und 2 muss der betreffende Alkohol unter der Überwachung einer amtlichen Stelle verbleiben, die seine Verwendung im Kraftstoffsektor gewährleistet, da eine besondere Steuerregelung gilt, die diese Endbestimmung vorschreibt.“

27. In Titel IV wird folgender Artikel 102a eingefügt:

„Artikel 102a

Abweichung von den Zahlungsfristen

Abweichend von den Bestimmungen für die Fristen der Zahlungen durch die zuständigen Behörden der Mitgliedstaaten gemäß dieser Verordnung nehmen diese Behörden, falls sie begründete Zweifel am Beihilfeanspruch haben, die erforderlichen Kontrollen vor und erfolgt die Zahlung erst nach Anerkennung dieses Anspruchs.“

28. Artikel 103 erhält folgende Fassung:

„Artikel 103

Mitteilungen an die Kommission

(1) Bezüglich der Beihilfen für die private Lagerhaltung von Wein und Traubenmost gemäß Titel III Kapitel I der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 teilen die Mitgliedstaaten Folgendes mit:

- a) spätestens am 31. Dezember des Wirtschaftsjahres, das auf den Vertragsabschluss folgt, die während der Laufzeit des Vertrages zu konzentriertem Traubenmost oder rektifiziertem Traubenmostkonzentrat verarbeiteten Traubenmostmengen sowie die gewonnenen Mengen;
- b) spätestens am 5. März des laufenden Wirtschaftsjahres die Erzeugnismengen, die am 16. Februar unter Vertrag eingelagert waren.

(2) Bezüglich der Destillationen gemäß den Artikeln 27, 28 und 30 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 teilen die Mitgliedstaaten am Ende der Monate Oktober, Dezember, Februar, April, Juni und August Folgendes mit:

- a) die in den beiden Vormonaten destillierten Mengen Wein, Weintrub und Brennwein;
- b) die Alkoholmengen, aufgeschlüsselt nach neutralem Alkohol, Rohalkohol und Branntwein,
 - die im Vorzeitraum erzeugt wurden,
 - die von den Interventionsstellen im Vorzeitraum übernommen wurden,
 - die von den Interventionsstellen im Vorzeitraum abgesetzt wurden, sowie der ausgeführte Anteil dieser Mengen und die angewendeten Verkaufspreise,
 - die sich am Ende des Vorzeitraums im Besitz der Interventionsstellen befanden.

(3) Bezüglich des Absatzes des von den Interventionsstellen übernommenen Alkohols gemäß Artikel 31 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 teilen die Mitgliedstaaten am Ende jedes Monats Folgendes mit:

- a) die im Vormonat aufgrund einer Ausschreibung materiell übernommenen Alkoholmengen;
- b) die im Vormonat aufgrund einer öffentlichen Versteigerung materiell übernommenen Alkoholmengen.

(4) Bezüglich der Destillation gemäß Artikel 29 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 teilen die Mitgliedstaaten am Ende jedes Monats Folgendes mit:

- a) die im Vormonat destillierten Weinmengen;
- b) die Alkoholmengen, die im Vormonat Gegenstand der sekundären Beihilfe waren.

(5) Bezüglich der Beihilfen für zur Anreicherung verwendeten konzentrierten Traubenmost bzw. verwendetes rektifiziertes Traubenmostkonzentrat gemäß Artikel 34 der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 teilen die Mitgliedstaaten spätestens am 31. Dezember des Wirtschaftsjahres, das auf das laufende Wirtschaftsjahr folgt, Folgendes mit:

- a) die Anzahl der Erzeuger, die die Beihilfe erhalten haben;
- b) die Weinmengen, die einer Anreicherung unterzogen wurden;
- c) die Mengen des hierfür verwendeten konzentrierten Traubenmostes und rektifizierten Traubenmostkonzentrats, ausgedrückt in % vol potenzieller Alkoholgehalt und Hektoliter und aufgeschlüsselt nach den Weinbauzonen, aus denen sie stammen.

(6) Bezüglich der Beihilfen für die Herstellung von Traubensaft und anderen, aus diesem Traubensaft gewonnenen genießbaren Erzeugnissen gemäß Artikel 35 Absatz 1 Buchstabe a) der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 teilen die Mitgliedstaaten spätestens am 30. April für das vorhergehende Wirtschaftsjahr Folgendes mit:

- a) die Grundstoffmengen, für die eine Beihilfe beantragt worden ist, wobei diese nach ihrer Art aufzuschlüsseln sind;
- b) die Grundstoffmengen, für die eine Beihilfe gewährt worden ist, wobei diese nach ihrer Art aufzuschlüsseln sind.

(7) Bezüglich der Beihilfen für die Herstellung bestimmter Erzeugnisse im Vereinigten Königreich und in Irland gemäß Artikel 35 Absatz 1 Buchstaben b) und c) der Verordnung (EG) Nr. 1493/1999 teilen die Mitgliedstaaten spätestens am 30. April für das vorhergehende Wirtschaftsjahr Folgendes mit:

- a) die Mengen von Traubenmost und konzentriertem Traubenmost, für die eine Beihilfe beantragt wurde, aufgeschlüsselt nach Weinbauzonen, aus denen sie stammen;
- b) die Mengen von Traubenmost und konzentriertem Traubenmost, für die eine Beihilfe gewährt wurde, aufgeschlüsselt nach Weinbauzonen, aus denen sie stammen;
- c) die von den Verarbeitern und Marktteilnehmern gezahlten Preise für Traubenmost und konzentrierten Traubenmost.

(8) Die Mitgliedstaaten teilen Folgendes mit:

- a) spätestens am 30. April für das vorhergehende Wirtschaftsjahr die Fälle, in denen Brenner oder Brennweinersteller ihren Verpflichtungen nicht nachgekommen sind sowie die daraufhin ergriffenen Maßnahmen;
- b) zehn Tage vor Ablauf eines jeden Quartals die Entscheidungen bei Anträgen auf Berücksichtigung von Fällen höherer Gewalt und die diesbezüglich von den zuständigen Stellen getroffenen Maßnahmen in den Fällen gemäß dieser Verordnung.“

29. Der Titel von Anhang I erhält folgende Fassung:

„Umrechnungstabelle für den potenziellen Alkoholgehalt und den bei 20 °C durch die Refraktometer-Methode gemäß dem Anhang der Verordnung (EWG) Nr. 558/93 ermittelten Zahlenwert.“

30. Anhang IV wird durch den Text in Anhang der vorliegenden Verordnung ersetzt.

Artikel 2

Diese Verordnung tritt am Tag ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Union* in Kraft.

Die Nummern 7, 16, 19, 20, 21 und 29 des Artikels 1 gelten mit Wirkung vom 1. August 2000.

Die Nummern 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 17, 18, 27 und 28 des Artikels 1 gelten ab dem 1. August 2003.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 2. April 2003

Für die Kommission
Franz FISCHLER
Mitglied der Kommission

ANHANG

„ANHANG IV

GEMEINSCHAFTLICHE ANALYSEMETHODE FÜR NEUTRALEN ALKOHOL

I. ALLGEMEINES

Im Sinne dieses Anhangs sind:

- a) Wiederholgrenze: derjenige Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die unter denselben Bedingungen (derselbe Prüfer, dasselbe Gerät, dasselbe Labor, kurze Zeitspanne) erzielt werden, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit erwarten darf;
- b) Vergleichgrenze: derjenige Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die unter verschiedenen Bedingungen (verschiedene Prüfer, verschiedene Geräte und/oder verschiedene Labors und/oder verschiedene Zeiträume) erzielt werden, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit erwarten darf.

Unter einem ‚einzelnen Prüfergebnis‘ versteht man denjenigen Wert, den man erhalten hat, indem man ein genormtes Prüfverfahren zur Gänze auf eine einzelne Probe angewandt hat. Wenn nichts anderes angegeben ist, so ist die Wahrscheinlichkeit 95 %.

II. VERFAHREN

Einleitung

1. VORBEREITUNG DER PROBEN ZUR UNTERSUCHUNG

1.1. Allgemeines

Die Menge der Untersuchungsprobe beträgt in der Regel 1,5 Liter, wenn nicht für spezielle Bestimmungen eine größere Menge erforderlich ist.

1.2. Probenvorbereitung

Die Probe muss vor der Untersuchung durchgemischt werden (Durchschnittsprobe).

1.3. Aufbewahrung der Proben

Die vorbereitete Probe ist stets in einem luft- und wasserdichten Behältnis aufzubewahren und so zu lagern, dass keine Beeinträchtigung möglich ist; vor allem dürfen Verschlüsse aus Kork, Gummi oder Kunststoffen nicht unmittelbar mit dem Alkohol in Berührung kommen; die Verwendung von Siegelack ist ausdrücklich untersagt.

2. REAGENZIEN

2.1. Wasser

2.1.1. In allen Fällen, in denen Wasser für Lösungen, Verdünnungen oder zur Spülung benötigt wird, ist destilliertes oder demineralisiertes Wasser von mindestens gleicher Reinheit zu verwenden.

2.1.2. Wenn von einer ‚Lösung‘ oder ‚Verdünnung‘ ohne Angabe weiterer Hinweise gesprochen wird, ist eine wässrige Lösung gemeint.

2.2. Chemikalien

Alle Chemikalien müssen die Reinheit p. A. haben, ausgenommen dort, wo sie anders spezifiziert werden.

3. AUSRÜSTUNG

3.1. Geräteverzeichnis

Das Geräteverzeichnis enthält nur solche Geräte, die für einen speziellen Gebrauch oder für besondere Anforderungen benötigt werden.

3.2. Analysenwaagen

Analysenwaagen sind Waagen mit einer Empfindlichkeit von mindestens 0,1 mg.

4. ANGABE DER ERGEBNISSE

4.1. Ergebnisse

Das Ergebnis, das im Analysenzeugnis angegeben wird, ist der Mittelwert aus mindestens zwei Bestimmungen, deren Wiederholbarkeit (r-Faktor) ausreichend ist.

4.2. Berechnung der Ergebnisse

Mit Ausnahme der Fälle, in denen etwas anderes bestimmt ist, werden die Ergebnisse in g/hl reinem Alkohol (r. A.) ausgedrückt.

4.3. Anzahl der signifikanten Stellen

Das Ergebnis soll nicht mehr Stellen enthalten, als der Genauigkeit der verwendeten Methode entsprechen.

Methode Nr. 1: Bestimmung des Alkoholgehalts

Der Alkoholgehalt in % vol wird nach den bestehenden einzelstaatlichen Vorschriften oder in Streitfällen mit Hilfe der Alkoholometer oder Aräometer bestimmt, die der Richtlinie 76/765/EWG des Rates vom 27. Juli 1976 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über Alkoholometer und Aräometer für Alkohol⁽¹⁾ entsprechen.

Die Angabe des Alkoholgehalts in % vol erfolgt nach der Richtlinie 76/766/EWG des Rates vom 27. Juli 1976 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über Alkoholtafeln⁽²⁾.

Methode Nr. 2: Bestimmung der Farbe und der Klarheit

1. ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode werden die Farbe und die Klarheit von Neutralalkohol bestimmt.

2. DEFINITION

Farbe und Klarheit der Probe, wie diese nach der angegebenen Methode bestimmt werden.

3. PRINZIP

Die Farbe und die Klarheit werden visuell durch Vergleich mit Wasser gegen eine weiße Unterlage und gegen eine schwarze Unterlage festgestellt.

4. GERÄTE

Glaszylinder, farblos, mindestens 40 cm hoch.

5. ARBEITSGANG

Man stellt zwei Glaszylinder (4) auf die weiße bzw. schwarze Unterlage und füllt einen Zylinder mit der Probe bis zu ca. 40 cm Höhe und den anderen mit destilliertem Wasser bis zur gleichen Höhe.

Die Probe wird von oben — d. h. in der Längsachse des Zylinders — beobachtet und mit dem Inhalt im Vergleichszylinder verglichen.

⁽¹⁾ ABl. L 262 vom 27.9.1976, S. 143.

⁽²⁾ ABl. L 262 vom 27.9.1976, S. 149.

6. AUSWERTUNG

Angabe von Farbe und Klarheit der Probe gemäß Methode Nr. 5.

Methode Nr. 3: Bestimmung der Permanganat-Entfärbungszeit

1. ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode wird die Permanganat-Entfärbungszeit von Neutralalkohol bestimmt.

2. DEFINITION

Die Permanganat-Entfärbungszeit ist die nach der angegebenen Methode ermittelte Anzahl der Minuten, die vergeht, bis die Farbe der Probe, der zuvor 1 ml einer 1 mmol/l Kaliumpermanganatlösung zugegeben worden ist, der Standardfarbe entspricht.

3. PRINZIP

Die Zeit bis zur Farbgleichheit einer Probe, der KMnO_4 -Lösung zugegeben worden ist, mit einem Farbstandard wird bestimmt und ist definiert als Permanganat-Entfärbungszeit.

4. REAGENZIEN

4.1. Kaliumpermanganat-Lösung 1 mmol/l, Bereitung unmittelbar vor der Anwendung.

4.2. Farblösung A (rot)

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

— Mischung aus 25 ml Salzsäure (Dichte 20 °C = 1,19 g/ml) und 975 ml Wasser herstellen

— abgewogene Menge Kobaltchlorid mit einem Teil der HCl-Wasser-Mischung in 1 000-ml-Messkolben überspülen und bei 20 °C mit dem Rest der Mischung bis zur Marke auffüllen.

4.3. Farblösung B (gelb)

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

— Mischung aus 25 ml Salzsäure (Dichte 20 °C = 1,19 g/ml) und 975 ml Wasser herstellen und mit der abgewogenen Menge Eisenchlorid weiter wie bei Farblösung A verfahren.

4.4. Standardfarblösung

13 ml Farblösung A und 5,5 ml Farblösung B werden in einen 100-ml-Messkolben pipettiert und bei 20 °C mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

Anmerkung:

Die Farblösungen A und B sind bei Aufbewahrung im Dunkeln bei 4 °C über mehrere Monate haltbar, der Farbstandard sollte von Zeit zu Zeit neu angesetzt werden.

5. GERÄTE

5.1. Neßler-Zylinder, 100 ml, farbloses transparentes Glas, graduiert bei 50 ml, mit Norm-Schliffstopfen oder Reagenzgläser farblos, ca. 20 mm Durchmesser.

5.2. Pipetten 1, 2, 5, 10 und 50 ml.

5.3. Thermometer, bis 50 °C, unterteilt in 0,1 oder 0,2 °C.

5.4. Analysenwaage

5.5. Wasserbad, thermostatisch geregelt auf 20 °C ± 0,5 °C.

5.6. Messkolben, 1 000 ml und 100 ml, mit Norm-Schliffstopfen.

6. ARBEITSGANG
 - 6.1. — 10 ml Probe in ein Reagenzglas oder 50 ml Probe in einen Neßler-Zylinder pipettieren
 - im Wasserbad auf 20 °C einstellen
 - 1 ml oder 5 ml, je nach der verwendeten Probemenge, 1/mmol/l KMnO_4 -Lösung zugeben, mischen und im Wasserbad bei 20 °C belassen
 - Startzeit notieren
 - 10 ml Farbstandard in ein Reagenzglas von gleichem Durchmesser oder 50 ml Farbstandard in einen Neßler-Zylinder pipettieren
 - Farbänderung der Probe beobachten und von Zeit zu Zeit mit Farbstandard gegen eine weiße Unterlage vergleichen
 - bei Farbgleichheit der Probe mit dem Farbstandard abgelaufene Zeit feststellen.

Anmerkung:

Die Probelösung darf während des Tests nicht der direkten Sonnenbestrahlung ausgesetzt werden.

7. ANGABE DER ERGEBNISSE

- 7.1. Auswertung

Die Permanganat-Entfärbungszeit ist die Zeit, die verstreicht, bis sich die Farbe des Probenzylinders der des Standardzylinders angeglichen hat. Bei neutralem Alkohol dauert dies bei einer Temperatur von 20 °C mindestens 18 Minuten.

- 7.2. Wiederholbarkeit

Der Zeitunterschied bei zwei entweder gleichzeitig oder kurz nacheinander von derselben Person mit derselben Probe und unter den gleichen Bedingungen durchgeführten Versuchen darf nicht mehr als 2 Minuten betragen.

8. ANMERKUNGEN

- 8.1. Spuren von Mangandioxid haben katalysierende Wirkung auf die Reaktion; es ist darauf zu achten, dass Pipetten und Neßler-Zylinder oder Reagenzgläser benutzt werden, die sorgfältig gereinigt worden sind und nur diesem Bestimmungszweck dienen. Man reinigt sie mit Salzsäure und spült gründlich mit Wasser nach; auf den Glasgeräten darf keine braune Färbung zu sehen sein.
- 8.2. Die Qualität des Wassers, das für die Bereitung der verdünnten Permanganatlösung (4.1) verwendet wird, ist sorgfältig zu kontrollieren; es darf in keinem Falle Permanganat verbrauchen. Sollte die erforderliche Qualität nicht verfügbar sein, so ist destilliertes Wasser zum Kochen zu bringen und eine geringe Menge Permanganat hinzuzufügen, um eine schwach lachsfarbige Tönung zu erreichen. Danach abkühlen lassen und zur Verdünnung verwenden.
- 8.3. Bei manchen Proben kann sich die Entfärbung entwickeln, ohne über die genaue Tönung der Vergleichslösung zu verlaufen.
- 8.4. Der Permanganattest kann verzerrt werden, wenn die zu analysierende Alkoholprobe nicht in einem einwandfrei sauberen Glaskolben aufbewahrt wurde, der mit einem in Alkohol gespülten Glasstopfen oder einem anderen, von Aluminium oder Zinn umhüllten Stopfen verschlossen war.

Methode Nr. 4: Bestimmung der Aldehyde

1. ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode werden die Aldehyde (ausgedrückt als Acetaldehyd) in Neutralalkohol bestimmt.

2. DEFINITION

Der Aldehyd-Gehalt ist der Gehalt (ausgedrückt als Acetaldehyd), wie er nach der angegebenen Methode bestimmt wird.

3. PRINZIP

Die nach der Reaktion mit Schiffs-Reagenz erhaltene Farbe wird mit den Farben von Standardlösungen verglichen, die einen bekannten Acetaldehydgehalt haben.

4. REAGENZIEN

p-Rosanilin (basisches Fuchsin).

Natriumsulfit oder Natriummetadisulfit, wasserfrei.

Salzsäure, Dichte (20 °C) 1,19 g/ml.

Aktivkohle, gepulvert.

Stärkelösung, hergestellt aus 1 g löslicher Stärke und 5 mg HgI₂ (Konservierung), die in wenig kaltem Wasser aufgeschlämmt werden, mit 500 ml kochendem Wasser versetzt, 5 Minuten lang gekocht und nach dem Erkalten filtriert wird.

Jodlösung, 0,05 mol/l.

1-Amino-Äthanol CH₃CH(NH₂)OH (MG 61.08).

Herstellung des Schiffs-Reagenz

- 5,0 g pulverisiertes p-Rosanilin mit ca. 1 000 ml heißem Wasser in einem 2 000-ml-Messkolben lösen
- gegebenenfalls bis zur vollständigen Lösung auf dem Wasserbad stehen lassen
- 30 g Natriumsulfit (oder äquivalente Menge Natriummetadisulfit) wasserfrei, in ca. 200 ml Wasser lösen und zu der erkalteten p-Rosanilin-Lösung geben
- ca. 10 Minuten stehen lassen
- 60 ml Salzsäure (Dichte 20 °C = 1,19 g/ml) hinzufügen
- nach Entfärben der Lösung — eine geringe Braunfärbung kann dabei unberücksichtigt bleiben — mit Wasser bis zur Marke auffüllen
- wenn nötig mit wenig Aktivkohle über Faltenfilter filtrieren, so dass die Lösung farblos wird.

Anmerkungen

1. Das Schiffs-Reagenz soll mindestens 14 Tage vor der Verwendung hergestellt werden.
2. Der Gehalt an freiem SO₂ im Reagenz soll zwischen 2,8 und 6,0 mmol/100 ml, der pH-Wert muss bei 1 liegen.

Bestimmung des Gehalts an freiem SO₂

- 10 ml Schiffs-Reagenz in 250 ml Erlenmeyerkolben pipettieren
- 200 ml Wasser dazufügen
- 5 ml Stärkelösung hinzufügen
- mit 0,05 mol/l Jodlösung bis Stärkeendpunkt titrieren

liegt der Gehalt an freiem SO₂ außerhalb der angegebenen Grenzen, so ist er

- entweder mit einer berechneten Menge Natriumsulfit (oder Natriummetadisulfit) anzuheben (0,126 g Na₂SO₃/100 ml Reagenz je fehlendes mol SO₂)
- oder durch Einblasen von Luft zu senken.

Berechnung des freien SO₂ im Reagenz:

mmol freies SO₂/100 ml Reagenz

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

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

Wichtiger Hinweis:

Falls das Schiffs-Reagenz nach einem anderen Verfahren zubereitet worden ist, ist es angebracht, seine Reaktionsempfindlichkeit vor Beginn des Versuchs zu testen:

- es darf keine Färbung auftreten bei Zugabe zur Aldehyd-freien Alkoholvergleichsprobe;
- eine rosa-Färbung muss erkennbar sein bei einem Acetaldehydgehalt der Probe von 0,1 g je hl reinem Alkohol (r. A.).

3. Reinigung von handelsüblichem 1-Amino-Äthanol

- 5 g 1-Amino-Äthanol in ca. 15 ml entwässertem Alkohol vollständig lösen
- ca. 50 ml trockenen Diäthyläther hinzufügen (Ausfällung des 1-Amino-Äthanol)
- für mehrere Stunden in Kühlschrank stellen
- Kristalle abfiltrieren und mit trockenem Diäthyläther waschen
- im Exsikkator unter leichtem Vakuum über Schwefelsäure 3-4 Stunden lang trocknen.

Anmerkung:

Das gereinigte 1-Amino-Äthanol muss weiß sein, anderenfalls ist die Umkristallisation zu wiederholen.

5. GERÄTE

- 5.1. Spezialzylinder mit je einem Mattglasstopfen, Kapazität 20 ml.
- 5.2. Pipetten zu 1, 2, 3, 4, 5 und 10 ml.
- 5.3. Wasserbad, thermostatisch eingestellt auf $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$.
- 5.4. Spektralphotometer mit Küvetten von 50 mm Schichtdicke.

6. ARBEITSGANG

6.1. Vorbemerkung

Bei der Ermittlung des Aldehydgehalts nach dieser Methode ist darauf zu achten, dass der Alkoholgehalt der Probe mindestens 90,0 % vol beträgt. Andernfalls ist der Alkoholgehalt durch entsprechende Zugabe von aldehydfreiem Äthanol anzuheben.

6.2. Eichkurve

- 1,3860 g gereinigtes, trockenes 1-Amino-Äthanol genau auf Analysenwaage abwiegen (= 1,0000 g Acetaldehyd)
- mit aldehydfreiem Alkohol in 1 000-ml-Messkolben überspülen und bei 20 °C bis zur Marke auffüllen; die Lösung enthält 1 g Acetaldehyd per Liter
- Verdünnungsreihe in zwei Stufen herstellen, so dass 10 Eichlösungen mit einem Gehalt von 0,1 bis 1,0 mg Acetaldehyd je 100 ml Lösung entstehen
- von diesen Eichlösungen gemäß 6.3 Absorptionswerte ermitteln und Diagramm anfertigen.

6.3. Bestimmung des Aldehydgehalts

- 5 ml Probe in Spezialzylinder pipettieren
- 5 ml Wasser hinzumischen und auf 20 °C temperieren
- parallel hierzu Blindwert mit 5 ml aldehydfreiem Äthanol von 96 % vol ansetzen, 5 ml Wasser hinzumischen und ebenfalls auf 20 °C temperieren
- anschließend je 5 ml Schiffs-Reagenz in die Zylinder hinzugeben, mit Schliffstopfen verschließen und gut durchschütteln
- 20 Minuten bei 20 °C im Wasserbad temperieren
- Inhalte in Küvetten füllen
- Absorption bei 546 nm bestimmen.

Anmerkungen:

- 1. Für die Ermittlung der Aldehyd-Werte ist es erforderlich, bei jeder Untersuchung die Gültigkeit der Eichkurve durch Vergleich mit Testlösungen zu überprüfen, andernfalls ist die Eichkurve neu anzufertigen.
- 2. Es ist darauf zu achten, dass der Blindwert in jedem Fall farblos ist.

7. AUSWERTUNG DER ERGEBNISSE

7.1. Formel und Methode der Berechnung

In einer grafischen Darstellung ist die optische Dichte der Acetaldehydkonzentration gegenüberzustellen und hieraus die Konzentration der Probe zu bestimmen.

Der Gehalt der Probe an Aldehyden (ausgedrückt als Acetaldehyd) in g/hl r. A. ist gegeben als

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

A = der Gehalt an Acetaldehyd in g pro hl in der Probelösung, wie durch Vergleich mit der Standardkurve bestimmt.

T = die nach Methode Nr. 1 bestimmte Volumenkonzentration des Alkohols.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen aus zwei entweder gleichzeitig oder kurz nacheinander von derselben Person mit derselben Probe und unter den gleichen Bedingungen durchgeführten Bestimmungen darf nicht mehr als 0,1 g Aldehyd pro hl r. A. betragen.

Methode Nr. 5: Bestimmung der höheren Alkohole

1. ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode werden höhere Alkohole (ausgedrückt als 2-Methylpropanol-1) in Neutralalkohol bestimmt.

2. DEFINITION

Der Gehalt an höheren Alkoholen (ausgedrückt als 2-Methylpropanol-1) ist der Gehalt, wie er nach der angegebenen Methode bestimmt wird.

3. PRINZIP

Die Absorbierungen der farbigen Produkte, die aus der Reaktion von höheren Alkoholen mit einem aromatischen Aldehyd in heißer Schwefelsäure hervorgehen (Komarowsky-Reaktion), werden bei 560 nm — berichtigt um den möglichen Gehalt an Aldehyd in der Probe — bestimmt und mit denen aus der Reaktion von 2-Methylpropanol-1 unter den gleichen Bedingungen verglichen.

4. REAGENZIEN

4.1. Salicylaldehyd-Lösung, 1 % mas. Diese wird bereitet, in dem man 1 g Salicylaldehyd zu 99 g Äthanol von 96 % vol hinzugibt (das kein Fuselöl enthält).

4.2. Konzentrierte Schwefelsäure (Dichte 1,34 g/ml) mit Plastikstopfen.

4.3. 2-Methylpropanol-1.

4.4. 2-Methylpropanol-1-Standardlösungen:

Man verdünnt 2-Methylpropanol-1 (4.3) mit Äthanol von 96 % vol, um eine Serie von Standards zu erhalten, die 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 und 1,0 g 2-Methylpropanol-1 je hl Lösung enthalten.

4.5. Acetaldehyd-Standardlösungen.

Man bereitet die Acetaldehyd-Standardlösungen wie unter 6.2 der Methode Nr. 4 beschrieben.

4.6. Äthanol, 96 % vol, frei von höheren Alkoholen und Aldehyden.

5. GERÄTE

- 5.1. UV-VIS-Spektralphotometer. Zur Messung der Absorption von Lösungen bei 560 nm.
- 5.2. Küvetten mit 10, 20 und 50 mm Schichtdicke.
- 5.3. Wasserbad, thermostatisch eingestellt auf $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$.
- 5.4. Spezialzylinder aus starkwandigem Glas (PYREX oder ähnliches Glas) mit Schliffstopfen, ca. 50 ml Inhalt.

6. ARBEITSGANG

6.1. Gehalt an Aldehyden

Man bestimmt den Gehalt an Aldehyden (ausgedrückt als Acetaldehyd) in der Probe durch Anwendung der Methode Nr. 4.

6.2. Eichkurve: 2-Methylpropanol-1

Man pipettiert in die Spezialzylinder 10 ml von jeder der 2-Methylpropanol-1-Standardlösungen (4.4), 1 ml der Salicylaldehyd-Lösung (4.1) und danach 20 ml Schwefelsäure (4.2). Der Inhalt wird durch mehrmaliges vorsichtiges Kippen der Zylinder gut durchgemischt (Achtung! Stopfen lüften), 10 Minuten bei Zimmertemperatur belassen und darauf in ein thermostatisch auf $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ eingestelltes Wasserbad (5.3) gestellt. Nach 20 Minuten wird der Inhalt in eine Reihe von Spektralphotometer-Küvetten gebracht.

Genau 30 Minuten nach Zusatz der Schwefelsäure wird die Absorption der Lösung bei 560 nm unter Verwendung von Wasser in der Vergleichsküvette bestimmt.

Die Absorption wird in einer Eichkurve gegen die 2-Methylpropanol-1-Konzentration aufgetragen.

6.3. Eichkurve: Aldehyde

Man wiederholt den Vorgang nach 6.2, ersetzt jedoch die 10 ml von jeder der 2-Methylpropanol-1-Standardlösungen durch 10 ml von jeder der Acetaldehyd-Standardlösungen.

Die Absorption wird in einer Eichkurve bei 560 nm gegen die Acetaldehydkonzentration aufgetragen.

6.4. Bestimmung der Probe

Man wiederholt den Vorgang nach 6.2, ersetzt jedoch die 10 ml der 2-Methylpropanol-1-Standardlösungen durch 10 ml der Probe.

Man bestimmt die Absorption der Probe.

7. ANGABE DER ERGEBNISSE

7.1. Formeln und Methoden der Berechnung

- 7.1.1. Man berichtigt die Absorption der Probe durch Abzug des Absorptionswertes, der mit der Aldehydkonzentration in der Probe übereinstimmt (erhalten durch die gemäß 6.3 angefertigte Eichkurve).
- 7.1.2. Man bestimmt die Konzentration an höheren Alkoholen (ausgedrückt als 2-Methylpropanol-1) in der Probe aus der nach 6.2 angefertigten Eichkurve, jedoch unter Verwendung der berichtigten Absorption (7.1.1).
- 7.1.3. Der Gehalt der Probe an höheren Alkoholen (ausgedrückt als 2-Methylpropanol-1) in g/hl reinen Alkohols ist gegeben durch

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

A = die nach 7.1.2 berechnete Konzentration in der Probe.

T = die nach Methode 1 bestimmte Volumenkonzentration des Alkohols.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen aus zwei gleichzeitig oder kurz nacheinander von derselben Person mit derselben Probe und unter den gleichen Bedingungen aufgeführten Bestimmungen darf nicht mehr als 0,2 g pro hl, bezogen auf reinen Alkohol, betragen.

Methode Nr. 6: Bestimmung der Gesamtsäure

1. ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode wird die Gesamtsäure (ausgedrückt als Essigsäure) in Neutralalkohol bestimmt.

2. DEFINITION

Der Gehalt an Gesamtsäure (ausgedrückt als Essigsäure) ist der Gehalt, wie er nach der angegebenen Methode bestimmt wird.

3. PRINZIP

Die Probe wird nach Entgasung gegen eine Standard-Natriumhydroxidlösung titriert und die Gesamtsäure als Essigsäure berechnet.

4. REAGENZIEN

4.1. Natriumhydroxidlösung 0,01 mol/l und 0,1 mol/l so aufbewahrt, dass der Kontakt mit der Luft auf ein Minimum beschränkt wird.

4.2. Indigokarmin-Lösung (A)

— 0,2 g Indigokarmin abwiegen

— in 40 ml Wasser lösen und mit Äthanol zu 100 g aufwiegen

— 0,2 g Phenolrot abwiegen

— in 6 ml Natronlauge 0,1 mol/l lösen und mit Wasser im 100 ml Messkolben bis zur Marke auffüllen.

5. GERÄTE

5.1. Bürette oder Titrierautomat.

5.2. Pipette 100 ml.

5.3. Rundkolben 250 ml mit Schliff.

5.4. Rückflusskühler mit Schliff.

6. ARBEITSGANG

— 100 ml Probe in 250-ml-Rundkolben pipettieren

— Siedesteinchen zusetzen und am Rückflusskühler kurz bis zum Sieden erhitzen

— in die heiße Lösung je einen Tropfen der Indikator-Lösungen A und B zugeben

— anschließend mit Natronlauge 0,01 mol/l bis zum ersten Umschlag von grünlich-gelb nach violett titrieren.

7. AUSWERTUNG DER ERGEBNISSE

7.1. Formeln und Methoden zur Berechnung

Der Gehalt der Probe an Gesamtsäure, berechnet als Essigsäure, in g/hl r. A. ist gegeben durch

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

V = die Zahl der ml von 0,01 mol/l Natriumhydroxid, das zur Neutralisierung benötigt wird.

T = die nach Methode 1 bestimmte Volumenkonzentration des Alkohols.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen aus zwei gleichzeitig oder kurz nacheinander von derselben Person mit derselben Probe und unter den gleichen Bedingungen ausgeführten Bestimmungen darf nicht mehr als 0,1 g/hl, bezogen auf reinen Alkohol, betragen.

Methode Nr. 7: Bestimmung der Ester

1. ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode werden Ester (ausgedrückt als Äthylacetat) in neutralem Alkohol bestimmt.

2. DEFINITION

Der Gehalt an Estern (ausgedrückt als Äthylacetat) ist der Gehalt, wie er nach der angegebenen Methode bestimmt wird.

3. PRINZIP

Ester reagieren quantitativ mit Hydroxylamin-Hydrochlorid in alkalischer Lösung unter Bildung von Hydroxamin-Säuren. Diese bilden mit Eisen-(III)-chlorid in saurer Lösung gefärbte Komplexe. Die Absorption dieser Komplexe wird bei 525 nm gemessen.

4. REAGENZIEN

4.1. Salzsäure, 4 mol/l.

4.2. Eisen-(III)-Chlorid-Lösung, 0,37 mol/l in 1 mol/l Salzsäure.

4.3. Hydroxylamin-Hydrochlorid-Lösung, 2 mol/l, Aufbewahrung im Kühlschrank.

4.4. Natriumhydroxyd-Lösung, 3,5 mol/l.

4.5. Standardlösungen von Äthylacetat mit 0,0, 0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 und 1,0 g Äthylacetat pro hl in esterfreiem Äthanol von 96 % vol.

5. GERÄTE

5.1. Spektralphotometer zur Messung der Absorption von Lösungen mit Küvetten von 50 mm Schichtdicke.

6. ARBEITSGANG

6.1. Eichkurve

- 1,0 g Äthylacetat genau auf Analysenwaage abwiegen
- mit esterfreiem Alkohol in 1 000-ml-Messkolben überspülen und bei 20 °C bis zur Marke auffüllen
- Verdünnungsreihe in zwei Stufen herstellen, so dass 20 Eichlösungen mit einem Gehalt von 0,1 bis 2,0 mg Äthylacetat je 100 ml Lösung entstehen
- von dieser Eichlösung gemäß 6.2. Extinktionswerte ermitteln und Diagramm anfertigen.

6.2. Bestimmung des Estergehalts

- 10 ml Probe in Zylinder mit Schliffstopfen pipettieren
- 2 ml Hydroxylaminhydrochlorid-Lösung dazugeben
- parallel hierzu Blindwert mit 10 ml esterfreiem 96%igem Äthanol und 2 ml Hydroxylaminhydrochlorid-Lösung ansetzen
- anschließend je 2 ml Natronlauge hinzugeben, Zylinder mit Schliffstopfen verschließen und gut durchschütteln
- 15 min bei 20 °C im Wasserbad temperieren
- jedem Zylinder 2 ml Salzsäure hinzufügen, kurz umschütteln
- 2 ml Eisen-(III)-Chlorid-Lösung zugeben, gut durchmischen
- Inhalte in Küvetten füllen
- Bestimmung der Absorption bei 525 nm.

7. ANGABE DER RESULTATE

7.1. Formeln und Berechnungsmethode

Die Absorptionswerte der Standardlösungen werden gegen deren Konzentration aufgetragen.

Der der Absorption entsprechende Gehalt an Estern (ausgedrückt als Äthylacetat = A) wird aus dem Diagramm abgelesen und nach der Formel

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

errechnet und in g/hl reinem Alkohol angegeben.

T = Alkoholgehalt der Probe in % vol, bestimmt nach der Methode A.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen aus zwei gleichzeitig oder kurz nacheinander von derselben Person mit derselben Probe und unter den gleichen Bedingungen ausgeführten Bestimmungen darf nicht mehr als 0,1 g Ester (Äthylacetat) pro hl, bezogen auf reinen Alkohol, betragen.

Methode Nr. 8: Bestimmung der flüchtigen Basen

1. ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode wird der Gehalt an flüchtigen Basen ausgedrückt als Stickstoff in Neutralalkohol bestimmt.

2. DEFINITION

Der Gehalt an flüchtigen Basen, ausgedrückt als Stickstoff, ist der Gehalt, wie er nach dieser Methode festgelegt wird.

3. PRINZIP

Die mit Schwefelsäure versetzte Probe wird bis zu einer geringen Menge eingedampft und dann der Ammoniakgehalt nach der Conway-Mikrodiffusionstechnik bestimmt.

4. REAGENZIEN

4.1. Schwefelsäure, 1 mol/l.

4.2. Borsäureindikatorlösung. Es werden 10 g Borsäure, 8 mg Bromkresolgrün und 4 mg Methylrot in Propanol-2 von 30 % vol aufgelöst und bis zu 1 000 ml mit Propanol-2 von 30 % vol aufgefüllt.

4.3. Kaliumhydroxid-Lösung, 500 g/l, frei von Kohlendioxid.

4.4. Salzsäure, 0,02 mol/l.

5. GERÄTE

5.1. Abdampfschale, die für 50 ml der Probe ausreicht.

5.2. Wasserbad.

5.3. Conway-Reaktionsgefäß mit dicht schließendem Deckel; Beschreibung und vorgeschlagene Abmessungen siehe Abbildung 1.

5.4. Bang-Bürette (Mikrobürette für 2-5 ml, unterteilt in 0,01 ml).

6. ARBEITSGANG

6.1. Man pipettiert 50 ml der Probe — oder 200 ml bei einem zu erwartenden Stickstoffgehalt von weniger als 0,2 g per hl der Probe — in eine Glasschale und fügt 1 ml einer 1 mol/l Schwefelsäure (4.1) hinzu; die Schale (5.1) wird dann auf ein Wasserbad (5.2) gesetzt und der Inhalt bis auf etwa 1 ml eingedampft.

- 6.2. In die innere Kammer des Conway-Gefäßes (5.3) wird 1 ml Borsäureindikatorlösung (4.2) gegeben, und in die äußere Kammer wird der Rückstand des eingedampften Alkohols (6.1) überspült. Das Conway-Gefäß wird leicht gekippt, und man gibt ca. 1 ml der Kaliumhydroxid-Lösung (4.3) in die äußere Kammer, und zwar so schnell wie möglich und so weit wie möglich von der Hauptmenge der Flüssigkeit in der äußeren Kammer entfernt. Das Conway-Gefäß wird dann sogleich mit dem Deckel, der eingefettet ist, dicht verschlossen.
- 6.3. Man vermischt die beiden Lösungen in der äußeren Kammer; es ist jedoch darauf zu achten, dass keine Flüssigkeit von der einen Kammer in die andere gelangt. Danach zwei Stunden lang stehen lassen.
- 6.4. Man titriert das Ammoniak aus einer Bang-Bürette (5.4) mit 0,02 mol/Salzsäure (4.4) bis zur Neutralisierung. Die angewandte Säuremenge sollte zwischen 0,2 und 0,9 ml liegen; die verbrauchte Säuremenge sei V_1 ml.
- 6.5. Man führt eine Leer-Titration unter Wiederholung der in den Nummern 6.1 bis 6.4 genannten Vorgänge und Bedingungen aus, ersetzt dabei jedoch die 50 ml der Probe nach 6.1 durch die gleiche Menge an Wasser. Das verbrauchte Volumen an Salzsäure sei V_2 ml.

7. ANGABE DER ERGEBNISSE

7.1. Formel und Berechnungsmethode

Der Gehalt der Probe an flüchtigen Basen in g/hl r. A., berechnet und ausgedrückt als Stickstoff, ist gegeben durch:

$$\frac{(V_1 - V_0) \cdot 2\,800}{E \cdot T}$$

wobei

V_1 = die Menge der zur Neutralisierung der Probe verbrauchten Salzsäure in ml,

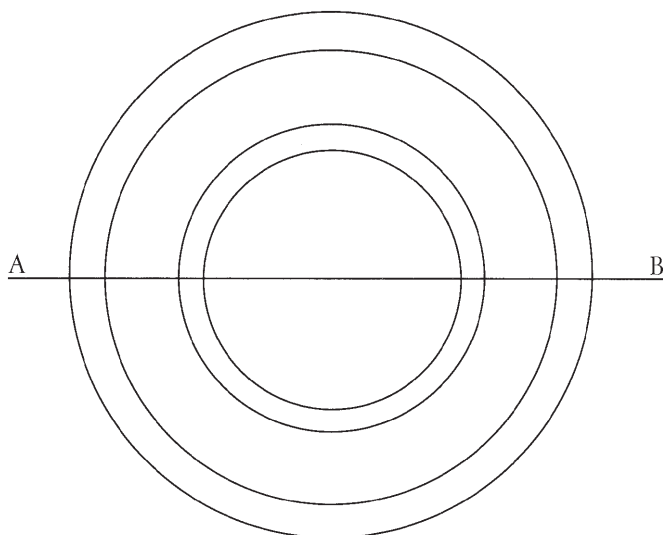
V_0 = die Menge der im Leertest verbrauchten Salzsäure in ml,

T = die nach Methode Nr. 1 bestimmte Volumenkonzentration des Alkohols und

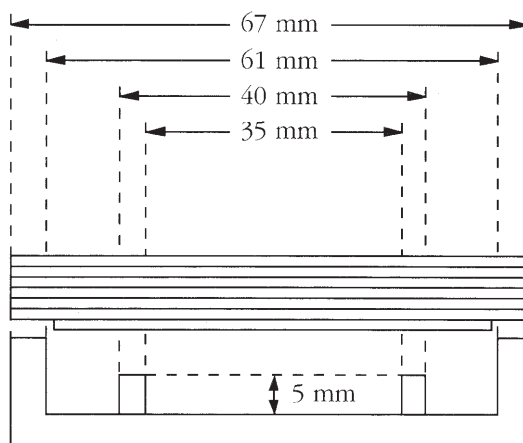
E = die eingesetzte Probenmenge in ml ist.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen aus zwei gleichzeitig oder kurz nacheinander von derselben Person mit derselben Probe und unter den gleichen Bedingungen ausgeführten Bestimmungen darf, nicht mehr als 0,05 g pro hl, bezogen auf reinen Alkohol, betragen.



Aufsicht des Gefäßes



Querschnitt auf der Achse A – B

Übliche Abmessungen

Abbildung 1: Reaktionsgefäß nach Conway

Methode Nr. 9: Bestimmung des Methanols**1. ANWENDUNGSBEREICH**

Nach dieser Methode wird der Methanolgehalt in Neutralalkohol bestimmt.

2. DEFINITION

Der Methanolgehalt ist der Gehalt, wie er nach der angegebenen Methode bestimmt wird.

3. PRINZIP

Die Methanolkonzentration wird bestimmt durch direkte Einspritzung der Probe in ein GC-Gerät.

4. ARBEITSGANG

Jede GC-Methode ist geeignet, sofern mit der gaschromatographischen Säule und den eingehaltenen Bedingungen eine klare Trennung zwischen Methanol, Acetaldehyd, Äthanol und Äthylacetat erreicht werden kann. Die Erfassungsgrenze für Methanol in Äthanol muss unter 2 g/hl liegen.

5. WIEDERHOLBARKEIT

Die Differenz zwischen den Ergebnissen aus zwei entweder gleichzeitig oder kurz nacheinander von derselben Person mit derselben Probe und unter den gleichen Bedingungen durchgeführten Bestimmungen darf nicht mehr als 2 g Methanol pro hl, bezogen auf reinen Alkohol, betragen.

Methode Nr. 10: Bestimmung des Abdampfrückstandes

1. ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode wird der Gehalt an Abdampfrückstand in Neutralalkohol bestimmt.

2. DEFINITION

Der Abdampfrückstand ist der Rückstand, wie er nach der angegebenen Methode bestimmt wird.

3. PRINZIP

Eine genau gewogene Menge der Probe wird bei 103 °C getrocknet und der Rückstand gewichtsmäßig ermittelt.

4. GERÄTE

- 4.1. Wasserbad (zum Sieden).
- 4.2. Abdampfschale mit ausreichendem Fassungsvermögen.
- 4.3. Exsikkator, mit frischaktiviertem Silicagel (oder einem gleichwertigen Trockenmittel) und Indikator zur Feuchtigkeitsanzeige.
- 4.4. Analysenwaage.
- 4.5. Trockenofen, der thermostatisch auf 103 °C ± 2 °C eingestellt ist.

5. ARBEITSGANG

Eine saubere trockene Abdampfschale (4.2) wird auf 0,1 mg genau gewogen (M_0), dann eine angemessene passende Menge (ca. 100-250 ml) (V_0 ml) eventuell schrittweise einpipettieren. Auf das Wasserbad stellen (4.1) und abdampfen; danach 30 Minuten lang in den Trockenofen (4.5) bei 103 °C ± 2 °C und anschließend in Exsikkator stellen (4.3) und 30 Minuten abkühlen lassen; danach die Schale mit Rückstand auf 0,1 mg genau wiegen (M_1).

6. ANGABE DES ERGEBNISSES

6.1. Formel und Berechnungsmethode

Der Gehalt an Abdampfrückstand in g/hl reinem Alkohol beträgt

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

M_0 = Masse in g der Abdampfschale;

M_1 = Masse in g der Schale und Rückstand nach Trocknen;

V_0 = Volumen der Probe vor dem Eindampfen;

T = Volumenkonzentration des Alkohols in % vol bestimmt nach Methode Nr. 1.

6.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen aus zwei entweder gleichzeitig oder kurz nacheinander von derselben Person mit derselben Probe und unter den gleichen Bedingungen durchgeführten Bestimmungen darf nicht mehr als 0,5 g/hl, bezogen auf reinen Alkohol, betragen.

Methode Nr. 11: Bestimmung von Furfural

1. ANWENDUNGSBEREICH
Nach dieser Methode wird Furfural in Neutralalkohol bestimmt.
2. DEFINITION
Die Grenzwertkonzentration von Furfural ist das Ergebnis des Grenzwerttests, wie es nach der angegebenen Methode bestimmt wird.
3. PRINZIP
Die Alkoholprobe wird mit Anilin und Eisessig gemischt. Eine lachsfarbene Tönung innerhalb von 20 Minuten nach dem Mischen weist auf das Vorhandensein von Furfural hin.
4. REAGENZIEN
 - 4.1. Anilin, frisch destilliert.
 - 4.2. Eisessig.
5. GERÄTE
Röhrchen mit Norm-Schliffstopfen.
6. ARBEITSGANG
Man pipettiert 10 ml der Probe in ein Röhrchen (5); fügt 0,5 ml Anilin und 2 ml Eisessig hinzu. Das Röhrchen wird zum Mischen geschüttelt.
7. ANGABE DER ERGEBNISSE
 - 7.1. Auswertung des Grenzwerttests
Tritt in weniger als 20 Minuten eine lachsfarbene Tönung im Röhrchen auf, so ist der Test positiv und enthält die Probe Furfural.
 - 7.2. Anmerkungen
Die Ergebnisse aus zwei gleichzeitig oder kurz nacheinander von derselben Person mit derselben Probe und unter den gleichen Bedingungen ausgeführten Bestimmungen müssen identisch sein.

Methode Nr 12: Absorptionstest im ultravioletten Licht

1. ANWENDUNGSBEREICH
Nach dieser Methode wird die optische Durchlässigkeit von Neutralalkohol bestimmt.
2. PRINZIP
Die optische Durchlässigkeit der Probe im Wellenlängenbereich von 270 bis 220 nm wird gegen eine definierte Vergleichssubstanz hoher optischer Durchlässigkeit gemessen.
3. GERÄTE
 - 3.1. UV-VIS-Spektralphotometer zur Messung der Absorption von Lösungen.
 - 3.2. Quarzküvetten, 10 mm Schichtdicke, gleicher spektraler Durchlässigkeit.
4. REAGENZIEN
n-Hexan für Spektroskopie.
5. ARBEITSGANG
 - saubere Küvette mit Probenlösung vorspülen und Probe einfüllen, Küvette außen trocknen
 - Vergleichsküvette(n) mit n-Hexan in gleicher Weise behandeln und füllen
 - Absorptionswerte bestimmen und Diagramm anfertigen.

6. AUSWERTUNG UND ERGEBNIS

Die bei 270, 240, 230 und 220 nm festgestellten Absorptionswerte dürfen folgende Werte nicht übersteigen: 0,02, 0,08, 0,18 und 0,3.

Die Absorptionskurve muss einen glatten und gleichmäßigen Verlauf nehmen.

Methode Nr. 13: Bestimmung des ¹⁴C-Gehalts in Äthanol

1. VERFAHREN ZUR ERMITTLUNG DER ALKOHOLART

Die Ermittlung des ¹⁴C-Gehalts in Äthanol ermöglicht die Unterscheidung von Alkohol aus fossilen Rohstoffen (sogenanntem Synthesealkohol) und Alkohol aus rezenten Rohstoffen (sogenanntem Gärungsalkohol).

2. BEGRIFF

Unter dem ¹⁴C-Gehalt von Äthanol wird der nach dem hier beschriebenen Verfahren ermittelte ¹⁴C-Gehalt verstanden.

Der natürliche ¹⁴C-Gehalt der Atmosphäre (Referenzwert), der über die Assimilation von den lebenden Pflanzen aufgenommen wird, ist kein konstanter Wert. Der Referenzwert wird deshalb an Äthanol aus Rohstoffen der jeweils letzten Wachstumsperiode bestimmt. Dieser Referenzwert, der sogenannte Jahresreferenzwert, wird jedes Jahr durch Analysen festgestellt, die in Zusammenarbeit des Referenzbüros der Gemeinschaft mit der Gemeinsamen Forschungsstelle in Ispra erstellt werden.

3. KURZBESCHREIBUNG

In alkoholhaltigen Proben mit mindestens 85 % mas Äthanol wird der ¹⁴C-Gehalt direkt durch Flüssigszintillationszählung ermittelt.

4. REAGENZIEN

4.1. Toluolszintillator

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

0,5 g p-Bis-[4-methyl-5-phenyloxazolyl(2)]-benzol (Dimethyl-POPOP) in 1 Liter Toluol p.a.

Es können auch handelsübliche, gebrauchsfertige Toluolszintillatoren dieser Zusammensetzung verwendet werden.

4.2. ¹⁴C-Standard.

n-Hexadecan ¹⁴C mit einer Aktivität von etwa 1×10^6 dpm/g (etwa $1,67 \cdot 10^6$ cBq/g) und einer garantierten Genauigkeit der bestimmten Aktivität von ± 2 % rel.

4.3. ¹⁴C-freies Äthanol.

Synthesealkohol aus Rohstoffen fossiler Herkunft mit mindestens 85 % mas Äthanol zur Bestimmung des Nulleffekts.

4.4. Alkohol aus rezenten Rohstoffen der jeweils letzten Wachstumsperiode mit mindestens 85 % mas Äthanol als Referenzmaterial.

5. GERÄTE UND HILFSMITTEL

5.1. Mehrkanal-Flüssigszintillationsspektrometer mit Rechner und automatischer externer Standardisierung und Angabe des sogenannten Externen-Standard-Kanal-Verhältnisses (übliche Ausführung: 3 Messkanäle und 2 Externe-Standard-Kanäle).

5.2. Kaliumarme Zählfläschchen zum Gerät passend, mit dunklen Schraubkappen, die eine Polyäthyleneinlage aufweisen.

5.3. Vollpipetten 10 ml.

5.4. Automatische Dosiereinrichtung 10 ml.

5.5. 250 ml Rundkolben mit Schliff.

- 5.6. Alkoholdestillationsapparatur mit Heizhaube z. B. nach Micko.
- 5.7. Mikroliterspritze 50 µl.
- 5.8. Pyknometertrichter, Pyknometer 25 ml und 50 ml.
- 5.9. Thermostat mit einer Temperaturkonstanz von $\pm 0,01$ °C.
- 5.10. Gebrauchsalkoholtafeln nach Maßgabe der Richtlinie 76/766/EWG des Rates vom 27. Juli 1976 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über Alkoholtafeln (ABl. L 262 vom 27.9.1976, S. 149), herausgegeben von der Kommission der Europäischen Gemeinschaften (ISBN 92-825-0146-9).

6. VORBEREITUNG DER MESSUNG

6.1. Geräteeinstellung

Die Geräteeinstellung wird nach der Vorschrift des jeweiligen Herstellers vorgenommen. Optimale Messbedingungen liegen vor, wenn der Wert E^2/B , die sogenannte Gütezahl, ein Maximum aufweist.

E = Efficiency (Zählausbeute),

B = Background (Nulleffekt).

Es werden nur 2 Messkanäle optimiert. Der 3. Messkanal bleibt für Kontrollzwecke voll geöffnet.

6.2. Selektierung der Zählfläschchen

Eine größere Anzahl von Zählfläschchen als später benötigt, wird mit je 10 ml ^{14}C -freiem Syntheseäthanol und 10 cm³ Toluolszintillator gefüllt und jeweils mindestens 4 × 100 Minuten vermessen. Fläschchen, die im Nulleffekt um mehr als ± 1 % rel. vom Mittelwert abweichen, werden ausgesondert. Zur Selektierung werden nur fabrikneue Zählfläschchen aus ein und derselben Charge verwendet.

6.3. Ermittlung des Externen-Standard-Kanal-Verhältnisses [ESKV]

Bei der unter 6.1 vorgenommenen Kanal-Einstellung wird gleichzeitig bei der Ermittlung der Zählausbeute mit Hilfe des entsprechenden Rechenprogramms das Externe-Standard-Kanal-Verhältnis [ESKV] bestimmt. Als externer Stand ist $^{137}\text{Cäsium}$ zu verwenden, welches vom Gerätehersteller bereits fest eingebaut ist.

6.4. Vorbereitung der Probe

Zur Vermessung kommen Proben, die mindestens einen Äthanolgehalt von 85 % mas aufweisen und frei von Verunreinigungen sind, die unter 450 nm absorbieren. Der geringe Restgehalt an Aldehyden und Estern wirkt nicht störend. Nach Verwerfen einiger cm³ Vorlauf wird direkt ins Pyknometer destilliert und der Alkoholgehalt der Probe pyknometrisch bestimmt. Die zu ermittelnden Werte werden aus den Amtlichen Alkoholtafeln entnommen.

7. MESSUNG DER PROBEN MIT EXTERNEM STANDARD

- 7.1. Schwach gelöschte Proben, wie sie praktisch die unter 6.4 beschriebenen darstellen, mit einem ESKV-Wert von etwa 1,8, können über das Externe-Standard-Kanal-Verhältnis, welches ein Maß für die Zählausbeute ist, vermessen werden.

7.2. Durchführung der Messung

Je 10 ml der nach 6.4 vorbereiteten Proben werden in ein Null-Effekt kontrolliertes (selektiertes) Zählfläschchen abpipettiert und jeweils 10 cm³ Toluolszintillator mittels einer automatischen Dosiervorrichtung dazugegeben. Durch geeignete Drehbewegungen werden die Proben im Zählfläschchen homogenisiert, wobei die Flüssigkeit den Polyäthyleneinsatz des Schraubverschlusses nicht benetzen darf. Auf die gleiche Art wird zur Ermittlung des Nulleffekts ein Zählfläschchen mit ^{14}C -freiem fossilem Äthanol vorbereitet. Zur Überprüfung des jeweiligen ^{14}C -Jahreswertes wird ein Duplikat von rezentem Äthanol der letzten Wachstumsperiode angesetzt, wobei ein Zählfläschchen mit internem Standard gemäß 8. versetzt wird.

Die Kontrollproben, sowie die Nulleffektprobe werden an den Anfang der Messreihe gestellt. Die Messreihe soll nicht mehr als 10 Analysenproben umfassen. Die Gesamtmesszeit pro Probe beträgt mindestens 2 × 100 Minuten, wobei die Vermessung der einzelnen Probe in Teilschritten von jeweils 100 Minuten vorzunehmen ist, um eine eventuell vorhandene Gerätedrift oder anderweitige Störung erkennen zu können. (Ein Zyklus umfasst demnach pro Probe jeweils ein Messintervall von 100 Minuten).

Nulleffekt- und Kontrollproben sind nach 4 Wochen zu erneuern.

Dieses Messverfahren erfordert nur geringen Material- und Zeitaufwand. Es ist besonders geeignet für Routine-labors mit erhöhtem Probenanfall.

Bei schwach gelöschten Proben (ESKV-Wert etwa 1,8) wird die Zählzählbeute durch die Änderung dieses Wertes nur unwesentlich beeinflusst. Liegt diese Änderung innerhalb $\pm 5\%$ rel., kann mit gleicher Zählzählbeute gerechnet werden. Bei stärker gelöschten Proben, wie sie z. B. vergällte Alkohole darstellen, kann die Zählzählbeute über die sogenannte Löschkorrekturkurve ermittelt werden. Steht kein entsprechendes Rechenprogramm zur Verfügung, muss mit internem Standard vermessen werden, wodurch die Zählzählbeute eindeutig bestimmt ist.

8. MESSUNG DER PROBEN MIT INTERNEM STANDARD HEXADECAN ^{14}C

8.1. Durchführung der Messung

Kontroll- und Nulleffektprobe (rezenes und fossiles Äthanol) sowie das unbekannte Material werden je als Duplikat vermessen. Eine Probe des Duplikats wird in einem nicht selektierten Fläschchen angesetzt, der eine genau dosierte Menge (30 μl) Hexadecan ^{14}C als interner Standard zugesetzt wurde (zugesetzte Aktivität etwa 26 269 dpm/g C (etwa 43 782 cBq/gC)). Hinsichtlich der übrigen Probenvorbereitung und Messzeit ist wie in 7.2 beschrieben zu verfahren, wobei bei den Proben mit internem Standard die Messzeit durch die eingestellte Vorwahl von 10^5 Impulsen auf etwa 5 Minuten begrenzt wird. Pro Messreihe (10 Analysenproben) wird je ein Duplikat an Kontroll- und Nulleffektproben angesetzt und an den Anfang der Messreihe gestellt.

8.2. Handhabung des internen Standards und der Zählfläschchen

Bei Messungen mit internem Standard muss zur Vermeidung von Kontaminationen die Lagerung und Handhabung desselben räumlich streng getrennt vom Zubereiten und Vermessen der Analysenproben erfolgen. Nach der Messung können die Null-Effekt kontrollierten Fläschchen wieder verwendet werden. Die Schraubkappen und die den internen Standard enthaltenden Fläschchen werden verworfen.

9. AUSWERTUNG

9.1. Die Einheit der Aktivität einer radioaktiven Substanz ist das Becquerel, $1 \text{ Bq} = 1 \text{ Zerfall}_{/\text{sec}}$

Die Angabe der spezifischen Radioaktivität erfolgt in Becquerel bezogen auf 1 Gramm Kohlenstoff = Bq/gC

Um praxisnähere Werte zu erhalten, ist es vorteilhaft, das Ergebnis in Zenti-Becquerel = cBq/g C anzugeben.

Die bisher in der Literatur angegebenen Bezeichnungen und Berechnungsformeln, die auf dpm-Angaben beruhen, können vorerst beibehalten werden. Um den entsprechenden Wert in Zenti-Becquerel zu erhalten, braucht lediglich das gefundene dpm-Ergebnis mit dem Faktor 100/60 multipliziert zu werden.

9.2. Auswertung mit externem 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. Auswertung mit internem 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. Es bedeutet

cpm_{pr} = die über die gesamte Messzeit gemittelte Probenzählrate

cpm_{NE} = die ebenso gemittelte Impulsrate des Nulleffektes

cpm_{IS} = die Zählrate der mit internem Standard versehenen Probe

dpm_{IS} = die Menge an zugesetztem internem Standard (Eichradioaktivität dpm)

V = das Volumen der eingesetzten Proben in cm^3

F = der Gehalt an Gramm Reinalkohol je cm^3 entsprechend seiner Konzentration

Z = die Zählzählbeute entsprechend dem ESKV-Wert

1,918 = Gramm Alkohol/1 g Kohlenstoff.

10. ZUVERLÄSSIGKEIT DER METHODE

10.1. Wiederholbarkeit (r)

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

10.2. Vergleichbarkeit (R)

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