

**KOMISSION ASETUS (EY) N:o 625/2003,  
annettu 2 päivänä huhtikuuta 2003,**

**viinin yhteisestä markkinajärjestelystä annetun neuvoston asetuksen (EY) N:o 1493/1999 soveltamista koskevista yksityiskohtaisista säännöistä markkinamekanismien osalta annetun asetuksen (EY) N:o 1623/2000 muuttamisesta**

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon viinin yhteisestä markkinajärjestelystä 17 päivänä toukokuuta 1999 annetun neuvoston asetuksen (EY) N:o 1493/1999<sup>(1)</sup>, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 2585/2001<sup>(2)</sup>, ja erityisesti sen 26, 33 ja 36 artiklan,

sekä katsoo seuraavaa:

- (1) Komission asetuksen (EY) N:o 1623/2000<sup>(3)</sup>, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 1795/2002<sup>(4)</sup>, I osaston I luvussa vahvistetaan rypäleiden, rypäleen puristemehujen, tiivistettyjen rypäleen puristemehujen ja puhdistettujen tiivistettyjen rypäleen puristemehujen tukijärjestelmien soveltamista koskevat yksityiskohtaiset säännöt. Saatujen kokemusten perusteella on täsmennettävä tarkemmin tämän järjestelmän ulkopuolelle kuuluvat elintarvikkeet, kevennettävä käyttäjien ja mehun jalostajien hallinnollista taakkaa sekä otettava käyttöön asianmukaiset toimenpiteet mehun käytön valvomiseksi. Tarkastettavien elintarvikkeiden määrien on oltava suuremmat kuin muilla aloilla, koska tuotetta käytetään usein muussa jäsenvaltiossa kuin siinä, missä tuet maksetaan.
- (2) On tarpeen oikaista viittaus alkoholipitoisuuden määrittämenetelmään silloin kun kyseessä on tuki, joka maksetaan rypäleen puristemehun käytöstä viinituotteiden alkoholipitoisuuden lisäämiseksi. Jäsenvaltioiden tehtävien helpottamiseksi tukihakemusten hallinnointi olisi annettava niiden tehtäväksi. Yksityiskohtaisen ja tehokkaan valvonnan varmistamiseksi olisi täsmennettävä sitä koskevat yksityiskohtaiset säännöt.
- (3) On tarpeen yhdenmukaistaa asetuksen (EY) N:o 1623/2000 soveltamisalaan kuuluvissa eri tukijärjestelmissä maksettavia tukia koskevat säännökset yhdenmukaisen kohtelun varmistamiseksi riitatapauksissa.
- (4) Yksityiskohtaisen ja tehokkaan valvonnan varmistamiseksi viinien yksityiseen varastointiin myönnettävien tukien osalta olisi täsmennettävä valvontaa koskevat yksityiskohtaiset säännöt ja vahvistettava sallitut poikkeamat todennettaessa rypäleen puristemehujen, tiivistettyjen rypäleen puristemehujen ja puhdistettujen tiivistettyjen rypäleen puristemehujen alkoholipitoisuutta. Kyseiseen toimenpiteeseen liittyvien ennakoiden maksamisen helpottamiseksi on tarpeen muuttaa hallinnollista menettelyä.
- (5) Viininvalmistuksen sivutuotteiden tislauksjärjestelmän osalta on suotavaa mukauttaa tukitasot ja hinnat sivutuotteen mukaan ja poistaa kiinteä tuki ja kiinteä hinta. Lisäksi alan rakennemuutoksen vuoksi on syytä sallia, että jäsenvaltiot voivat ulottaa sen poikkeuksen soveltamisalan, joka koskee velvollisuutta toimittaa sivutuotteita tislattavaksi, tiettyihin tuottajaluokkiin.
- (6) Jos jäsenvaltio päättää mukauttaa tuottajan osalta viinin ostohintaa asetuksen (EY) N:o 1493/1999 28 artiklassa tarkoitettussa tislauksessa saatavan tuotoksen mukaan, on mahdollistettava tislajalle maksettavan tuen määräjän pidentäminen.
- (7) Taloudellisten toimien asianmukaisen toteuttamisen varmistamiseksi asetuksen (EY) N:o 1493/1999 30 artiklassa tarkoitettun erityisen tislaustoimenpiteen yhteydessä olisi vahvistettava, että interventioelimen tislajalle tuesta maksama ennako rinnastetaan muiden tislauksien osalta säädettyyn tukeen.
- (8) Tislaustoimenpiteiden osalta on poistettava säännös, joka koskee koko tislattavaksi toimitettua viinimäärää edustavan tarkastetun viinimäärän käyttöä. Seuraamusjärjestelmään olisi myös sisällytettävä erityisen tislaustoimenpiteen yhteydessä maksettavat, tukiin rinnastettavat ennakot sekä säädettävä kaikkien eri tislauksen osalta samasta mekanismista, jolla taataan viinin vähimmäisos-tohinta tuottajalle, jos tislaja ei noudata velvoitteitaan.
- (9) Saatujen kokemusten perusteella olisi vahvistettava interventioelinten hallussa olevan, eri tislauksista saadun alkoholin myyntiä koskevat yksityiskohtaiset säännöt. On tarpeen vahvistaa tapauskohtaisesti suurten alkoholimäärien fyysisen siirron määräajat. Myyntimahdollisuuksien lisäämiseksi on tarpeen luopua nykyisistä alkoholin myyntiä koskevista maantieteellisistä rajoituksista. Lisäksi olisi täsmennettävä polttoainealalla käytettävän alkoholin käyttötarkoituksen valvontaa koskevat edellytykset.
- (10) Koska interventioelimenpiteiden hallinto edellyttää, että jäsenvaltiot toimittavat komissiolle monia tietoja, on syytä vahvistaa tiedoksiantamista koskevat yksityiskohtaiset säännöt.

<sup>(1)</sup> EYVL L 179, 14.7.1999, s. 1.

<sup>(2)</sup> EYVL L 345, 29.12.2001, s. 10.

<sup>(3)</sup> EYVL L 194, 31.7.2000, s. 45.

<sup>(4)</sup> EYVL L 272, 10.10.2002, s. 15.

(11) Tämän vuoksi on syytä muuttaa asetus (EY) N:o 1623/2000.

- (12) Tietyillä muutoksilla pyritään selventämään tai täsmentämään nykyisiä säännöksiä, ja ne ovat markkinoilla toimijoille eduksi. Niitä on sovellettava takautuvasti.
- (13) Toisilla muutoksilla pyritään parantamaan yksittäisiä alkoholin myyntitoimia koskevia edellytyksiä. Niitä on sovellettava tämän asetuksen julkaisemisesta alkaen.
- (14) Suurin osa muutoksista on teknisiä muutoksia markkinoiden hallintotoimenpiteisiin. Jälkimmäisiä muutoksia olisi sovellettava ensi viinivuodesta, jotta kuluvan viinivuoden toimet eivät häiriintyisi.
- (15) Tässä asetuksessa säädetyt toimenpiteet ovat viinin hallintokomitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN ASETUKSEN:

#### 1 artikla

Muutetaan asetus (EY) N:o 1623/2000 seuraavasti:

- 1) Korvataan I osaston I luku seuraavasti:

"I LUKU

#### VIINIRYPÄLEMEHUN VALMISTUS

##### 3 artikla

#### Tuen tarkoitus

Asetuksen (EY) N:o 1493/1999 35 artiklan 1 kohdan a alakohdan mukaisesti tukea myönnetään jalostajille, jotka:

- a) ovat itse tuottajia tai mukana tuottajien yhteenliittymissä ja jalostavat tai jalostuttavat sadostaan saadut rypäleet sekä kokonaan omasta rypälesadostaan saadun rypäleen puristemehun ja tiivistetyn rypäleen puristemehun viinirypälemehuksi; tai
- b) ostavat suoraan tai välillisesti tuottajilta tai tuottajien yhteenliittymiltä yhteisössä tuotettuja rypäleitä sekä rypäleen puristemehua ja tiivistettyä rypäleen puristemehua niiden jalostamiseksi viinirypälemehuksi.

Rypäleen puristemehun ja tiivistetyn rypäleen puristemehun on oltava peräisin yhteisössä tuotetuista rypäleistä.

##### 4 artikla

#### Muiden elintarviketuotteiden valmistaminen viinirypälemehusta

Saatu viinirypälemehu tai tiivistetty viinirypälemehu voidaan jalostaa kaikiksi muiksi elintarviketuotteiksi kuin asetuksen (EY) N:o 1493/1999 liitteessä I tarkoitetuksi viiniyttämistä saaduiksi tuotteiksi ja kyseisen asetuksen 35 artiklan 1 kohdan b ja c alakohdassa tarkoitetuiksi tuotteiksi.

##### 5 artikla

#### Tuotteita koskevat tekniset vaatimukset

- Edellä 3 artiklassa tarkoitettujen, viinirypälemehun valmistuksessa käytettyjen raaka-aineiden on oltava laadultaan virheettömiä, aitoja ja myyntikelpoisia sekä viinirypälemehuksi jalostettavaksi soveltuvia.
- Valmistuksessa käytettyjen rypäleen puristemehujen ja käytetyistä rypäleistä saatujen puristemehujen tiheyden 20 celsiusasteessa on oltava 1,055—1,100 grammaa kuutiokeskimetriä kohti.
- Viinirypälemehun on siitä elintarvikkeita valmistettaessa täytettävä neuvoston direktiivin 2001/112/ETY (\*) säännökset.

##### 6 artikla

#### Jalostajiin sovellettavat hallinnolliset yksityiskohtaiset säännöt valvonnan varmistamiseksi

- Jalostajan, joka valmistaa viinirypälemehua koko viinivuoden aikana, on toimitettava viinirypälemehuksi jalostamista koskeva ohjelma jäsenvaltion toimivaltaiselle viranomaiselle ennen kunkin viinivuoden alkua. Kun jalostaja aloittaa viinirypälemehun valmistustoiminnan ensimmäistä kertaa viinivuoden alkamisen jälkeen, ohjelma on laadittava ennen kyseisen toiminnan aloittamista.

Jalostusohjelmaan kuuluvat seuraavat osat:

- jalostukseen tarkoitettujen raaka-aineiden luonne (rypäleet, rypäleen puristemehu, tiivistetty rypäleen puristemehu);
- jalostukseen tarkoitettujen rypäleen puristemehujen ja tiivistettyjen rypäleen puristemehujen varastointipaikka;
- jalostuspaikka.

- Jalostajan, joka valmistaa viinirypälemehua ainoastaan määrättyinä päivinä, on toimitettava jalostusilmoitus jäsenvaltion toimivaltaiselle viranomaiselle viimeistään kolme työpäivää ennen näiden toimintojen aloittamista.

Jalostusilmoitukseen kuuluvat seuraavat osat:

- edellä 1 kohdan toisessa alakohdassa edellytetyt tiedot;
- jalostettaviksi tarkoitettujen viinirypäleiden, rypäleen puristemehujen tai tiivistettyjen rypäleen puristemehujen määrä;
- rypäleen puristemehujen ja tiivistettyjen rypäleen puristemehujen tiheys;
- jalostustoimenpiteiden aloituspäivä ja arvioitu kesto.

Ilmoituksen on koskettava seuraavia vähimmäismääriä:

- 1,3 tonnia viinirypäleitä;
- 10 hehtolitraa rypäleen puristemehuja;
- 3 hehtolitraa tiivistettyä rypäleen puristemehuja.

- Edellä 1 ja 2 kohdassa tarkoitettujen tietojen lisäksi jäsenvaltiot voivat pyytää jalostajilta täydentäviä tietoja.

4. Jäsenvaltion toimivaltainen viranomaisena tekee 1 ja 2 kohdassa säädettyihin ohjelmiin ja ilmoituksiin hyväksymismerkinnän ja lähettää niistä jalostajalle jäljennökset.

5. Jäsenvaltiot voivat 1, 2 ja 3 kohdasta poiketen säätää yksinkertaistetuista menettelyistä, kun kyseessä on jalostaja, joka käyttää viinivuoden aikana enintään viisi tonnia rypäleitä tai 40 hehtolitraa rypäleen puristemehuja tai 12 hehtolitraa tiivistettyjä rypäleen puristemehuja.

6. Jalostajan on pidettävä varastokirjanpitoa. Siitä ilmenevät erityisesti seuraavat asetuksen (EY) N:o 1493/1999 70 artiklassa tarkoitettujen saateasiakirjojen tai rekisterien mukaiset tiedot:

- laitoksille päivittäin saapuneiden raaka-aineiden määrä ja tiheys sekä tarvittaessa myyjän nimi ja osoite;
- päivittäin käytettyjen raaka-aineiden määrä ja tiheys;
- päivittäin tuotettujen viinirypälemehujen määrä;
- päivittäin laitoksilta lähteneen viinirypälemehun määrä sekä vastaanottajan nimi ja osoite tai jalostajan itse päivittäin käyttämien viinirypälemehujen määrä.

Varastokirjanpitoon liittyvät todistusasiakirjat on annettava valvontaelinten käyttöön kaikkien tarkastusten yhteydessä.

#### 7 artikla

#### Käyttäjien sovellettavat hallinnolliset yksityiskohtaiset säännöt valvonnan varmistamiseksi

1. Tätä lukua sovellettaessa 'käyttäjällä' tarkoitetaan toimijaa, joka suorittaa jonkin seuraavista toiminnoista: viinirypälemehun tai tiivistetyn viinirypälemehun pullotus tai pakkaus, varastointi aiempia tai myöhempiä toimenpiteitä suorittavalle yhdelle tai useammalle yritykselle myyntiä varten tai muiden elintarviketuotteiden valmistus kyseisestä viinirypälemehusta.

Nämä toiminnot voi tehdä myös 3 artiklassa tarkoitettu jalostaja.

2. Käyttäjän on toimitettava purkamispaikan toimivaltaisille viranomaisille kirjallinen sitoumus olla jalostamatta viinirypälemehua asetuksen (EY) N:o 1493/1999 liitteessä I tarkoitetuksi viininvalmistuksesta peräisin oleviksi tuotteiksi tai kyseisen asetuksen 35 artiklan 1 kohdan b ja c alakohdassa tarkoitetuksi tuotteiksi.

Jäsenvaltioiden on vahvistettava kyseisen sitoumuksen esittämistä koskevat edellytykset. Sitoumus on kuitenkin toimitettava ennen viinirypälemehun tai tiivistetyn viinirypälemehun käyttöä ja joka tapauksessa neljän kuukauden kuluessa tämän asetuksen 8 artiklassa tarkoitettua tukihakemuksen jättämisestä.

Vienti katsotaan tämän sitoumuksen mukaiseksi.

3. Jos jalostaja lähettää viinirypälemehun yhteisössä jollekin käyttäjälle:

- jalostajan on merkittävä asetuksen (EY) N:o 1493/1999 70 artiklan 1 kohdassa tarkoitettuun saateasiakirjaan, onko jalostaja jo tehnyt tai aikoo se tehdä viini-

rypälemehun valmistamisesta tukihakemuksen, sekä kyseisen hakemuksen tosiasiallinen tai suunniteltu jättöpäivä;

- käyttäjän on lähetettävä kyseinen saateasiakirja purkamispaikan toimivaltaiselle viranomaiselle viidentoista päivän kuluessa tuotteen vastaanotosta;
- jos käyttäjä lähettää vastaanottamansa mehun edelleen jollekin toiselle toimijalle yhteisössä, kyseisen käyttäjän on allekirjoituttava tällä toisella toimijalla kirjallinen sitoumus ja toimitettava se toimivaltaiselle viranomaiselle 2 kohdan toisessa alakohdassa tarkoitettua määrääjassa;
- kyseisen kirjallisen sitoumuksen vastaanotettuaan toimivaltaisen viranomaisen on lähetettävä asianmukaisella hyväksymismerkinnällä varustetun saateasiakirjan jäljennös takaisin asianomaiselle viinirypälemehun jalostajalle 30 päivän kuluessa sitoumuksen vastaanotosta.

4. Komission asetuksen (EY) N:o 2729/2000 (\*\*) 2 artiklan mukaisesti toimivaltaisten viranomaisten on tehtävä riskianalyysin perusteella viinivuoden aikana pistokein tarkastuksia varmistuakseen, että tämän artiklan 2 kohdassa tarkoitettua sitoumusta noudatetaan. Tarkastusten on koskettava vähintään 10:tä prosenttia määrästä, joista on edellisen viinivuoden aikana pyydytty tekemään tämän artiklan 3 kohdan d alakohdassa säädetty hyväksymismerkintä saateasiakirjoihin.

#### 8 artikla

#### Tukihakemus

1. Edellä 6 artiklan 1 kohdassa tarkoitettua jalostajan on esitettävä tukihakemus jäsenvaltion toimivaltaiselle viranomaiselle viimeistään kuuden kuukauden kuluttua viinivuoden loppumisesta. Hakemuksen mukana on oltava seuraavat asiakirjat:

- jäljennös hyväksymismerkinnällä varustetusta jalostusohjelmasta;
- jäljennös tai yhteenveto 6 artiklan 6 kohdassa tarkoitettua kirjanpidosta. Jäsenvaltiot voivat vaatia, että valvontaelin tekee hyväksymismerkinnän kyseiseen jäljennökseen tai yhteenvetoon.

Jäsenvaltiot voivat vaatia lisäasiakirjoja.

2. Edellä 6 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua jalostajan on esitettävä tukihakemus jäsenvaltion toimivaltaiselle viranomaiselle viimeistään kuuden kuukauden kuluttua jalostustoimintojen loppumisesta. Hakemuksen mukana on oltava seuraavat asiakirjat:

- jäljennös hyväksymismerkinnällä varustetusta jalostusilmoituksesta;
- jäljennös tai yhteenveto 6 artiklan 6 kohdassa tarkoitettua kirjanpidosta. Jäsenvaltiot voivat vaatia, että valvontaelin tekee hyväksymismerkinnän kyseiseen jäljennökseen tai yhteenvetoon.

Tukihakemuksessa on ilmoitettava tosiasiallisesti jalostettu raaka-ainemäärä ja jalostustoimintojen päättymispäivämäärä.

3. Asianomaisen jalostajan on esitettävä jäsenvaltion toimivaltaiselle viranomaiselle kuuden kuukauden kuluessa tukihakemuksen jättämisestä:

a) jäljennös 7 artiklan 3 kohdan d alakohdassa säädetyistä toimivaltaisen viranomaisen hyväksymismerkinnällään varustamasta saateasiakirjasta;

b) jäljennös saateasiakirjasta, jossa tulliviranomaisen leima vahvistaa vientitapahtuman.

4. Jäsenvaltiot voivat 1 ja 2 kohdasta poiketen säätää yksinkertaistetuista menettelyistä, kun kyseessä on jalostaja, joka käyttää viinivuoden aikana enintään viisi tonnia rypäleitä tai 40 hehtolitralta rypäleen puristemehuja tai 12 hehtolitralta tiivistettyjä rypäleen puristemehuja. Kyseiset menettelyt on saatava päätökseen kuuden kuukauden kuluessa viinivuoden päättymisestä.

9 artikla

#### Tuen määrät ja tukea koskevat yksityiskohtaiset säännöt

1. Rypäleiden, rypäleen puristemehujen ja tiivistettyjen rypäleen puristemehujen käyttöä koskevat tuet vahvistetaan tosiasiallisesti käytettyjen raaka-aineyksiköiden mukaisesti seuraavasti:

- |                                       |                              |
|---------------------------------------|------------------------------|
| a) viinirypäleet:                     | 4,952 euroa 100 kiloa kohti; |
| b) rypäleen puristemehut:             | 6,193 euroa hehtolitralta;   |
| c) tiivistetyt rypäleen puristemehut: | 21,655 euroa hehtolitralta.  |

2. Ylivoimaista estettä lukuun ottamatta tukea ei makseta lainkaan raaka-ainemäärästä, jotka ylittävät seuraavan raaka-aineen ja saadun viinirypälemehun välisen suhteen:

- |                                                                                 |
|---------------------------------------------------------------------------------|
| a) 1,3 100 kilogrammalta rypäleitä hehtolitralta kohti;                         |
| b) 1,05 hehtolitralta rypäleen puristemehuja hehtolitralla kohti;               |
| c) 0,30 hehtolitralta tiivistettyjä rypäleen puristemehuja hehtolitralta kohti. |

Tiivistettyä viinirypälemehua tuottaessa kyseiset kertoimet kerrotaan viidellä.

10 artikla

#### Tuen maksaminen

Toimivaltaisen viranomaisen on maksettava tuki kolmen kuukauden kuluessa 8 artiklassa tarkoitettujen vaadittavien asiakirjojen esittämisestä.

11 artikla

#### Ennakon myöntäminen

1. Jalostaja voi pyytää ennakkona määrää, joka vastaa 9 artiklassa tarkoitettua tukea laskettuna niiden raaka-aineiden osalta, joiden saapumisesta omiin laitoksiinsa jalostaja on toimittanut todisteet, sillä edellytyksellä, että jalostaja antaa vakuuden toimivaltaiselle viranomaiselle. Vakuuden suuruus on 120 prosenttia mainitusta määrästä.

2. Toimivaltaisen viranomaisen on maksettava ennako kolmen kuukauden kuluessa vakuuden asettamista koskevan todisteen esittämisestä. Ennakkoa ei kuitenkaan makseta ennen kyseessä olevan viinivuoden 1 päivää tammikuuta.

3. Sen jälkeen kun toimivaltainen viranomainen on tarkastanut tämän asetuksen 8 artiklassa tarkoitettavat vaadittavat asiakirjat, tämän artiklan 1 kohdassa tarkoitettu vakuus vapautetaan kokonaan tai osittain asetuksen (ETY) N:o 2220/85 19 artiklassa säädettyä menettelyä noudattaen.

11 a artikla

#### Seuraamukset ja ylivoimaiset esteet

1. Jos jalostaja esittää 8 artiklassa tarkoitettuja vaadittavia asiakirjat kuuden kuukauden kuluessa kyseisessä artiklassa tarkoitettuna määräajan päättymisestä, tukea vähennetään 30 prosenttia.

Jos jalostaja esittää nämä asiakirjat yli kuuden kuukauden kuluttua, tukea ei myönnetä lainkaan.

2. Jos tarkastuksessa havaitaan, että käyttäjä ei ole noudattanut 7 artiklan 2 ja 3 kohdassa tarkoitettuja sitoumuksia, tuki peritään takaisin jalostajalta. Jos käyttäjän kotipaikka ei ole samassa jäsenvaltiossa kuin jalostajan kotipaikka, asianomaisen jäsenvaltion on ilmoitettava sitoumusten noudattamatta jättämisestä jalostajan kotipaikkana olevalle jäsenvaltiolle.

3. Jos havaitaan, että jalostaja ei ole noudattanut sille tämän luvun nojalla kuuluvia muita velvoitteita kuin velvoitetta jalostaa tukihakemuksen kohteena olevat raaka-aineet viinirypälemehuksi, tukea vähennetään, paitsi jos kyseessä on ylivoimainen este. Kyseessä olevan jäsenvaltion on vahvistettava vähennyksen määrä.

4. Jos tosiasiallisesti käytetty raaka-ainemäärä on 95—99,9 prosenttia määrästä, jolle ennakkoa on maksettu, 11 artiklassa tarkoitettu vakuus menetetään viinivuonna jalostamatta jääneeltä osuudelta.

Ylivoimaista estettä lukuun ottamatta vakuus menetetään kokonaan, jos tosiasiallisesti käytetty raaka-ainemäärä on alle 95 prosenttia määrästä, jolle ennakkoa on maksettu.

5. Ylivoimaisten esteiden osalta jäsenvaltion toimivaltaisen viranomaisen on määriteltävä toimenpiteet, jotka se arvioi tarkoituksenmukaisiksi esitettyjen perusteiden perusteella. Sen on ilmoitettava tästä komissiolle.

(\*) EYVL L 10, 12.1.2002, s. 58.

(\*\*) EYVL L 316, 15.12.2000, s. 16.”

2) Korvataan 13 artiklan 2 kohta seuraavasti:

”2. Edellä 1 kohdassa tarkoitettujen tuotteiden potentiaalinen alkoholipitoisuus määritetään soveltamalla tämän asetuksen liitteessä I olevan vastaavuustaulukon tietoja lukuihin, jotka on saatu refraktometrillä 20 celsiusasteessa komission asetuksen (ETY) N:o 558/93 (\*) liitteessä säädettyä menetelmää käyttäen.

Toimivaltaisten viranomaisten tekemien tarkastusten yhteydessä sallitaan 0,2 prosentin poikkeama.

(\*) EYVL L 58, 11.3.1993, s. 50.”

3) Lisätään 14 artiklaan kolmas alakohta seuraavasti:

”Jäsenvaltiot voivat kuitenkin säätää mahdollisuudesta esittää useampia tukihakemuksia, kun nämä hakemukset koskevat osaa alkoholipitoisuuden lisäämistä.”

4) Lisätään 14 a artikla seuraavasti:

”14 a artikla

#### **Tarkastukset**

1. Jäsenvaltioiden toimivaltaisten viranomaisten on toteutettava kaikki tarvittavan valvonnan varmistamiseksi edellytetyt toimenpiteet, jotta erityisesti alkoholipitoisuuden lisäämiseen tähtäävissä toiminnoissa käytettävän tuotteen tunnistetiedot ja määrä sekä asetuksen (EY) N:o 1493/1999 liitteessä V olevan C ja D kohdan säännösten noudattaminen voidaan todentaa.

2. Tuottajien on sallittava milloin tahansa 1 kohdassa tarkoitettu valvonta.”

5) Korvataan 16 artikla seuraavasti:

”16 artikla

#### **Tuen maksaminen**

Toimivaltaisen viranomaisen on maksettava tuki kuluvan viinivuoden päättymisen jälkeen viimeistään 31 päivänä elokuuta.”

6) Korvataan 29 artiklan 1 kohdan c alakohta seuraavasti:

”c) luku, joka on saatu asetuksen (ETY) N:o 558/93 liitteessä tarkoitettujen menetelmien mukaisesti käytetyillä refraktometrillä 20 celsiusasteen lämpötilassa. Sovelletaan sallittua poikkeamaa. Sallittu poikkeama on 0,5 rypäleen puristemehujen ja 1 tiivistettyjen rypäleen puristemehujen ja puhdistettujen tiivistettyjen rypäleen puristemehujen osalta.”

7) Korvataan 34 artiklan 2 kohta seuraavasti:

”2. Sopimuksen kohteena oleville tuotteille voidaan tehdä ainoastaan niiden säilyvyyden kannalta välttämättömät viinivalmistusmenetelmät ja -käsittelyt,

sanotun kuitenkaan rajoittamatta 6 kohdan soveltamista. Sopimukseen merkittyjen määrien vaihtelu sallitaan. Sallittu poikkeama on kaksi prosenttia viinin ja kolme prosenttia rypäleen puristemehujen, tiivistettyjen rypäleen puristemehujen ja puhdistettujen tiivistettyjen rypäleen puristemehujen osalta. Jos sammioita vaihdetaan, edellä mainittuja sallittuja poikkeamia korotetaan vastaavasti kolmeen ja neljään prosenttiin.”

8) Lisätään 35 a artikla seuraavasti:

”35 a artikla

#### **Tarkastukset**

1. Jäsenvaltioiden toimivaltaisten viranomaisten on toteutettava kaikki tarvittavan valvonnan varmistamiseksi edellytetyt toimenpiteet, jotta erityisesti sopimuksen kohteena olevan tuotteen tunnistetiedot ja määrä sekä 34 artiklan säännösten noudattaminen voidaan todentaa.

2. Tuottajien on sallittava milloin tahansa 1 kohdassa tarkoitettu valvonta.”

9) Korvataan 37 artikla seuraavasti:

”37 artikla

#### **Tuen maksaminen**

1. Toimivaltaisen viranomaisen on maksettava tuki kolmen kuukauden kuluessa varastointisopimuksen päättymisestä.

2. Jos sopimus irtisanotaan 33 tai 35 artiklan mukaisesti, tuki maksetaan suhteessa sopimuksen tosiasialliseen keston. Toimivaltaisen viranomaisen on maksettava tuki kolmen kuukauden kuluessa sopimuksen irtisanomisesta.”

10) Korvataan 38 artikla seuraavasti:

”38 artikla

#### **Ennakon myöntäminen**

1. Tuottaja voi pyytää ennakkoa, jos hän on asettanut toimivaltaiselle viranomaiselle 120 prosenttia ennakosta olevan vakuuden. Ennakon määrä lasketaan kyseessä olevalle tuotteelle 25 artiklassa tarkoitettujen tuen määrän perusteella, sanotun kuitenkaan rajoittamatta 32 artiklan soveltamista.

2. Toimivaltaisen viranomaisen on maksettava ennakko kolmen kuukauden kuluessa vakuuden asettamista koskevan todisteen esittämisestä.

3. Edellä 1 kohdassa tarkoitettu ennakko vapautetaan, kun toimivaltainen viranomainen on maksanut tuen.

Jos tuki on perusteeton 36 artiklan 1 kohdan a alakohdan mukaisesti, ennakko pidätetään kokonaisuudessaan.

Jos 36 artiklan 1 kohdan b alakohta sovellettaessa vahvistetun tuen määrä on pienempi kuin jo maksettu ennakko, vakuudesta vähennetään 120 prosenttia siitä maksetusta määrästä, joka ylittää maksettavan tuen. Näin pienennetty vakuus vapautetaan kolmen kuukauden kuluessa sopimuksen päättymisestä.

Jäsenvaltioiden on tehtävä tarvittavat mukautukset, jos 29 artiklan 5 kohdan i alakohdassa tarkoitettua lauseketta sovelletaan.”

11) Korvataan 43 artiklan kolmas kohta seuraavasti:

”Jäsenvaltioiden on tässä osastossa tarkoitettujen tislaustoimien soveltamisen yhteydessä toteutettava tarvittavat toimenpiteet toisessa kohdassa säädettyjen velvoitteiden noudattamisen varmistamiseksi.”

12) Muutetaan 45 artikla seuraavasti:

a) Lisätään 1 kohtaan toinen alakohta seuraavasti:

”Jäsenvaltiot voivat säätää, että kyseinen toimitus on toteutettava ennen ensimmäisessä alakohdassa tarkoitettua määräpäivää.”

b) Poistetaan 2 kohta.

13) Korvataan 46 artiklan 3 kohdan a alakohdan ii alakohta seuraavasti:

”ii) C-viininviljelyvyöhyke: 2 litraa puhdasta alkoholia todellisen tai potentiaalisen alkoholipitoisuuden mukaan 100 kilogrammaa kohden silloin kun puristejäännös saadaan sellaisen lajikkeen rypäleistä, jonka kyseinen hallintoyksikkö on luokitellut kuuluvaksi muuhun kuin viinivalmistukseen käytettävien rypäleiden lajikkeisiin; 2,8 litraa puhdasta alkoholia todellisen tai potentiaalisen alkoholipitoisuuden mukaan 100 kilogrammaa kohden silloin kun puristejäännös saadaan sellaisen lajikkeen rypäleistä, jonka kyseinen hallintoyksikkö on luokitellut kuuluvaksi yksinomaan viinivalmistukseen käytettävien rypäleiden lajikkeisiin;”

14) Korvataan 48 artikla seuraavasti:

”48 artikla

**Tislaajalle maksettava tuki**

1. Asetuksen (EY) N:o 1493/1999 27 artiklan 11 kohdan a alakohdassa tarkoitettujen tuen määrä vahvistetaan tilavuusprosentteina ilmoitetun alkoholipitoisuuden mukaan hehtolitralla tislattua tuotetta:

a) neutraali alkoholi:

- puristejäännöksestä valmistettu: 0,8453 euroa;
- viinistä ja viinisakasta valmistettu: 0,4106 euroa;

b) puristejäännöksestä valmistettu alkoholijuoma, tisle ja puristejäännöksestä valmistettu raaka alkoholi, jonka alkoholipitoisuus on vähintään 52 tilavuusprosenttia: 0,3985 euroa;

c) viinistä valmistettu alkoholijuoma sekä viinistä ja viinisakasta valmistettu raaka alkoholi: 0,2777 euroa.

Jos tislaaja esittää todisteet siitä, että tisle tai raaka alkoholi, jonka on valmistettu puristejäännöstä tislaamalla, on käytetty muutoin kuin rypäleen puristejäännöksestä tislattuna alkoholijuomana, tälle voidaan maksaa lisämäärä, joka on 0,3139 euroa hehtolitralla tilavuusprosentteina ilmoitettua alkoholia.

2. Tukea ei makseta lainkaan niistä tislattavaksi toimitetuista viinimääristä, jotka ylittävät yli kahdella prosentilla 45 artiklan tarkoitettua tuottajan velvoitteen.”

15) Muutetaan 49 artikla seuraavasti:

a) Korvataan 2 kohta seuraavasti:

”2. Tuottajat, joiden omista laitoksista saatu tuotanto kuluvana viinivuonna on enintään 25 hehtolitraa, eivät voi toteuttaa toimitusta.”

b) Lisätään 4 kohta seuraavasti:

”4. Asetuksen (EY) N:o 1493/1999 27 artiklan 8 kohdan mukaisesti jäsenvaltiot voivat säätää koko alueensa tai jonkin alueensa osan osalta, että tuottajat, jotka eivät ylitä määriteltävää tuotantotasoa omista laitoksistaan itse saamansa tuotannon osalta, voivat täyttää velvoitteen toimittaa tämän saman artiklan 3 ja 6 kohdassa tarkoitettuja sivutuotteita poistamalla kyseiset tuotteet valvonnan alaisena. Kyseinen tuotantotaso ei voi kuitenkaan olla suurempi kuin 80 hehtolitraa viiniä tai rypäleen puristemehua.”

16) Korvataan 58 artiklan ensimmäinen kohta seuraavasti:

”Tuottajat, joita koskee jokin 45 ja 54 artiklassa tarkoitettu toimitusvelvoite ja jotka ovat viimeistään asianomaisen viinivuoden 15 päivänä heinäkuuta toimittaneet vähintään 90 prosenttia heidän velvoitteitaan vastaavasta tuotemäärästä, voivat täyttää velvoitteensa toimittamalla loppumäärän ennen jäsenvaltion toimivaltaisen viranomaisen vahvistamaa päivämäärää. Kyseinen päivämäärä ei voi olla myöhäisempi kuin seuraavan viinivuoden 31 päivä heinäkuuta.”

17) Muutetaan 60 artikla seuraavasti:

a) Lisätään 5 kohtaan toinen alakohta seuraavasti:

”Ensimmäisessä alakohdassa tarkoitettu määräaika on seitsemän kuukautta silloin kun kyseessä on asetuksen (EY) N:o 1493/1999 28 artiklassa tarkoitettu tislauksen ja silloin kun jäsenvaltio soveltaa 55 artiklan 2 kohdassa säädettyä ostohinnan erittelyä hehtaariuotoksen mukaan.”

b) Poistetaan 6 kohta.

18) Muutetaan 62 artikla seuraavasti:

a) Korvataan 2 kohta seuraavasti:

”2. Hinta, jonka toimivaltainen viranomainen maksaa toimitetusta tuotteesta tislaajalle, vahvistetaan tilavuusprosentteina ilmoitetun alkoholipitoisuuden mukaan hehtolitralla seuraavasti:

a) asetuksen (EY) N:o 1493/1999 27 artiklassa säädetty tislauksen:

- puristejäännöksestä valmistetun raa'an alkoholin hinta: 1,872 euroa,
- viinistä ja viinisakasta valmistetun raa'an alkoholin hinta: 1,437 euroa.

b) asetuksen (EY) N:o 1493/1999 28 artiklassa säädetty tislauksen:

- viinistä valmistetun raa'an alkoholin hinta: 1,799 euroa.

Kun alkoholi varastoidaan laitokseen, jossa se on saatu, kyseisistä hinnoista vähennetään 0,5 euroa tuotteen hehtolitralta kohti.”

b) Poistetaan 3 kohta.

- 19) Lisätään 67 artiklan 1 kohtaan kolmas alakohta seuraavasti:

”Tislaajalle siitä hinnasta maksettava ennakko, joka interventioelimen on tälle maksettava ja josta voidaan säätää asetuksen (EY) N:o 1493/1999 30 artiklassa tarkoitettun tislauksen yhteydessä, rinnastetaan toisessa alakohdassa tarkoitettuun tukeen.”

- 20) Poistetaan 73 artiklan 2 kohta.

- 21) Muutetaan 74 artikla seuraavasti:

- a) Korvataan 4 kohta seuraavasti:

”4. Interventioelin perii takaisin tuottajalta tislaajalle maksettua tukea tai ennakkoa vastaavan määrän kokonaan tai osittain, jos tuottaja ei täytä kyseisen tislauksen osalta yhteisön säännöksissä säädettyjä edellytyksiä jostain seuraavista syistä:

- a) Kyseinen tuottaja ei ole toimittanut sato-, tuotanto- tai varastoilmoitusta vahvistetussa määräajassa.
- b) Tuottaja on toimittanut jäsenvaltion toimivaltaiselle viranomaiselle puutteellisen tai virheellisen sato-, tuotanto- tai varastoilmoituksen, ja puuttuvat tai virheelliset tiedot ovat olennaisia kyseessä olevan toimenpiteen soveltamiseksi.
- c) Tuottaja ei ole täyttänyt asetuksen (EY) N:o 1493/1999 37 artiklassa vahvistettuja velvoitteita, ja rikkominen on todettu tai siitä on ilmoitettu tislaajalle aiempiin ilmoituksiin perustuvan vähimmäishinnan maksamisen jälkeen.

Ensimmäisen alakohdan a alakohdassa säädettyssä tapauksessa takaisin perittävä määrä määritetään komission asetuksen (EY) N:o 1282/200 (\*) 12 artiklan sääntöjen mukaisesti.

Ensimmäisen alakohdan b alakohdassa säädettyssä tapauksessa takaisin perittävä määrä määritetään asetuksen (EY) N:o 1282/2001 13 artiklan sääntöjen mukaisesti.

Ensimmäisen alakohdan c alakohdassa säädettyssä tapauksessa takaisin perittävä määrä on tislaajalle maksettu tuki tai ennakko kokonaisuudessaan.

(\*) EYVL L 58, 11.3.1993, s. 50.”

- b) Lisätään 5 kohta seuraavasti:

”5. Jos todetaan, että tislaaja ei ole maksanut ostohintaa tuottajalle 65 artiklan 7 kohdassa tarkoitettua määräajassa, interventioelin maksaa tuottajalle ennen kyseistä viinivuotta seuraavaa 1 päivää kesäkuuta tukea tai ennakkoa vastaavan määrän tarvittaessa tuottajajäsenvaltion interventioelimen välityksellä. Tässä tapauksessa tislaajalle ei makseta lainkaan tukea tai ennakkoa.”

- 22) Korvataan 86 artikla seuraavasti:

”86 artikla

### Tarjouskilpailun avaaminen

Komissio voi avata asetuksen (EY) N:o 1493/1999 75 artiklassa säädettyä menettelyä noudattaen neljän kuukauden jaksoissa useita tarjouskilpailuja tiettyihin kolmansiin maihin yksinomaan polttoainealalla käytettäväksi suuntautuvaa vientiä varten. Kyseinen alkoholi on tuotava, siitä on poistettava vesi jossakin kolmannessa maassa, ja se on käytettävä yksinomaan polttoainealalla jossakin kolmannessa maassa.”

- 23) Muutetaan 91 artikla seuraavasti:

- a) Korvataan 7 kohdan kolmas alakohta seuraavasti:

”Siirtomääräyksessä vahvistetaan määräpäivä, johon mennessä alkoholi on siirrettävä kyseisen interventioelimen varastoista. Siirtämisen määräpäivä voi olla enintään 8 päivää siirtomääräyksessä vahvistettua määräpäivää myöhäisempi. Jos siirtomääräys kuitenkin koskee yli 25 000:ta hehtolitraa, kyseinen määräpäivä voi olla kahdeksan päivää mutta enintään viittätoista päivää myöhäisempi.”

- b) Korvataan 10 kohta seuraavasti:

”10. Alkoholi on siirrettävä fyysisesti pois interventioelimen varastoista määräajassa, josta säädetään tarjouskilpailun avaamisen yhteydessä asetuksen (EY) N:o 1493/1999 75 artiklassa säädettyä menettelyä noudattaen.”

- 24) Korvataan 93 artiklan 6 kohta seuraavasti:

”6. Alkoholi on siirrettävä fyysisesti pois interventioelimen varastoista määräajassa, josta säädetään huutokautasta ilmoittamisen yhteydessä asetuksen (EY) N:o 1493/1999 75 artiklassa säädettyä menettelyä noudattaen.”

- 25) Poistetaan 95 artiklan 3 kohta.

- 26) Lisätään 101 artiklaan 4 kohta seuraavasti:

”4. Kun alkoholia myydään yksinomaan polttoainealan käyttöön kolmansissa maissa, alkoholin tosiasiallista käyttöä on valvottava siihen saakka, kun alkoholi sekoitetaan denaturointiaineen kanssa määrämaassa, sanotun kuitenkaan rajoittamatta 1 kohdan soveltamista.

Jos alkoholia myydään bioetanolina käytettäväksi yhteisössä, tarkastuksia on tehtävä siihen saakka, kun kyseisen alkoholin ottaa vastaan bioetanolia käyttävä polttoaineenjakelu yritys tai 92 artiklassa tarkoitettu hyväksytty yritys silloin kun se takaa kolmannessa kohdassa tarkoitettun valvonnan siitä alkaen, kun se ottaa vastaan viininvalmistuksesta peräisin olevan alkoholin.

Ensimmäisessä ja toisessa alakohdassa tarkoitetuissa tapauksissa kyseisen alkoholin on jäätävä sellaisen virallisen laitoksen valvontaan, joka takaa sen käytön polttoainealalla, sillä tuote kuuluu erityiseen verojärjestelmään, jossa määrätään tästä loppukäytöstä.”

(\*) EYVL L 176, 29.6.2001, s. 14.

27) Lisätään IV osastoon 102 a artikla seuraavasti:

"102 a artikla

#### Maksumääräajoista poikkeaminen

Jäsenvaltioiden toimivaltaisille viranomaisille tässä asetuksessa vahvistettuja maksumääräaikoja koskevista säännöksistä voidaan poiketa niissä tapauksissa, joissa kyseinen viranomaisen epäilee vakavasti tuensaajan tukikelpoisuutta. Tällöin toimivaltaisen viranomaisen on tehtävä vaadittavat tarkastukset ja maksettava tuki vasta sen jälkeen, kun tukikelpoisuus on vahvistettu."

28) Korvataan 103 artikla seuraavasti:

"103 artikla

#### Tiedonannot komissiolle

1. Jäsenvaltioiden on ilmoitettava viinien ja rypäleen puristemehujen asetuksen (EY) N:o 1493/1999 III osaston I luvussa tarkoitettujen yksityisen varastoinnin tukien osalta

a) viimeistään sopimusten tekovuotta seuraavan viinivuoden 31 päivänä joulukuuta niiden rypäleen puristemehujen määrät, jotka on jalostettu tiivistetyksi rypäleen puristemehuksi tai puhdistetuksi tiivistetyksi rypäleen puristemehuksi sopimuksen voimassaoloaikana, sekä tällä tavoin saadut määrät;

b) viimeistään kuluvan viinivuoden 5 päivänä maaliskuuta tuotemäärät, jotka ovat sopimusten alaiset 16 päivänä helmikuuta.

2. Jäsenvaltioiden on ilmoitettava loka-, joului-, huhti-, kesä- ja elokuun lopussa asetuksen (EY) N:o 1493/1999 27, 28 ja 30 artiklassa tarkoitettujen tislauksen osalta

a) edeltävien kahden kuukauden aikana tislattujen viini- ja viinisakkamäärät sekä tislausta varten väkevöityjen viinien määrät;

b) neutraalin alkoholin, raa'an alkoholin ja tislattujen alkoholijuomien mukaan eriteltyinä alkoholin määrät, jotka

- on tuotettu edellisen jakson aikana,
- interventioelimet ovat ottaneet haltuunsa edellisen jakson aikana,
- interventioelimet ovat myyneet edellisen jakson aikana, sekä näistä määristä viety osuus ja sovelletut myyntihinnat,
- ovat interventioelinten hallussa edellisen jakson lopussa.

3. Jäsenvaltioiden on ilmoitettava jokaisen kuukauden lopussa asetuksen (EY) N:o 1493/1999 31 artiklassa tarkoitettujen, interventioelimen haltuunsa ottaman alkoholin myynnin osalta

a) edellisen kuukauden aikana tarjouskilpailun perusteella fyysisesti siirretyt alkoholimäärät;

b) edellisen kuukauden aikana huutokaupan perusteella fyysisesti siirretyt alkoholimäärät.

4. Jäsenvaltioiden on ilmoitettava jokaisen kuukauden lopussa asetuksen (EY) N:o 1493/1999 29 artiklassa säädetyn tislauksen osalta

a) edellisen kuukauden aikana tislattujen viinimäärät;

b) alkoholimäärät, joille maksettiin edellisessä kuussa toisistaista tukea.

5. Jäsenvaltioiden on ilmoitettava viimeistään kuluvaa viinivuotta seuraavan viinivuoden 31 päivänä joulukuuta asetuksen (EY) N:o 1493/1999 34 artiklassa tarkoitettujen, väkevöimiseen käytettäviä tiivistettyjä rypäleen puristemehuja ja puhdistettuja tiivistettyjä rypäleen puristemehuja koskevien tukien osalta

a) tukea saaneiden tuottajien lukumäärä;

b) väkevöidyt viinimäärät;

c) tässä tarkoituksessa käytettyjen tiivistettyjen rypäleen puristemehujen ja puhdistettujen tiivistettyjen rypäleen puristemehujen määrät ilmoitettuna alkoholipitoisuuden tilavuusprosentteina hehtolitralta kohden sekä eriteltyinä sen viininviljelyvyöhykkeen mukaan, jolta ne on saatu.

6. Jäsenvaltioiden on ilmoitettava viimeistään 30 päivänä huhtikuuta edelliseltä viinivuodelta asetuksen (EY) N:o 1493/1999 35 artiklan 1 kohdan a alakohdassa tarkoitettujen, viinirypälemehun tai muiden kyseisestä viinirypälemehusta saatavien elintarviketuotteiden valmistamiseksi myönnettävien tukien osalta

a) raaka-aineiden määrät, joille on haettu tukea, eriteltyinä niiden luonteen mukaan;

b) raaka-aineiden määrät, joille on myönnetty tukea, eriteltyinä niiden luonteen mukaan.

7. Jäsenvaltioiden on ilmoitettava viimeistään 30 päivänä huhtikuuta edelliseltä viinivuodelta asetuksen (EY) N:o 1493/1999 35 artiklan 1 kohdan b ja c alakohdassa tarkoitettujen, eräiden tuotteiden valmistukseen Yhdistyneessä kuningaskunnassa ja Irlannissa myönnettävien tukien osalta

a) rypäleen puristemehun ja tiivistetyn rypäleen puristemehun määrät, joille on haettu tukea, eriteltyinä sen viininviljelyvyöhykkeen mukaan, jolta ne on saatu;

b) rypäleen puristemehun ja tiivistetyn rypäleen puristemehun määrät, joille on myönnetty tukea, eriteltyinä sen viininviljelyvyöhykkeen mukaan, jolta ne on saatu;

c) jalostajien ja toimijoiden rypäleen puristemehusta ja tiivistetystä rypäleen puristemehusta maksamat hinnat.

8. Jäsenvaltioiden on annettava tiedoksi

a) viimeistään 30 päivänä huhtikuuta edelliseltä viinivuodelta tapaukset, joissa tislajaat tai tislausta varten väkevöidyn viinin valmistajat eivät ole noudattaneet velvoitteitaan, sekä tämän vuoksi toteutetut toimenpiteet;

b) 10 päivää ennen kunkin vuosineljänneksen loppua toimivaltaisten viranomaisten tekemät päätökset ylivoimaista estettä koskevaan lausekkeeseen liittyvistä hakeuksista ja niiden tässä tarkoituksessa toteuttamat toimenpiteet tässä asetuksessa tarkoitetuissa tapauksissa."



29) Korvataan liitteen I otsikko seuraavasti:

2 artikla

"Vastaavuustaulukko: potentiaalinen alkoholipitoisuus ja luku, joka on saatu asetuksen (ETY) N:o 558/93 liitteessä säädetyn menetelmän mukaisesti käytetyllä refraktometrillä 20 celsiusasteen lämpötilassa".

Tämä asetus tulee voimaan päivänä, jona se julkaistaan *Euroopan unionin virallisessa lehdessä*.

Asetuksen 1 artiklan 7, 16, 19, 20, 21 ja 29 kohtaa sovelletaan 1 päivästä elokuuta 2000.

Asetuksen 1 artiklan 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 17, 18, 27 ja 28 kohtaa sovelletaan 1 päivästä elokuuta 2003.

30) Korvataan liite IV tämän asetuksen liitteellä.

Tämä asetus on kaikilta osiltaan velvoittava, ja sitä sovelletaan sellaisenaan kaikissa jäsenvaltioissa.

Tehty Brysselissä 2 päivänä huhtikuuta 2003.

*Komission puolesta*

Franz FISCHLER

*Komission jäsen*

\_\_\_\_\_

## LIITE

## "LIITE IV

## YHTEISÖN MÄÄRITYSMENETELMÄ NEUTRAALIA ALKOHOLIA VARTEN

## I YLEISTÄ

Tätä liitettä sovellettaessa:

- a) toistettavuusraja on arvo, jota pienempi on tietyllä todennäköisyydellä kahden samoissa olosuhteissa (sama suorittaja, sama välineistö, sama laboratorio ja lyhyt aikaväli) saadun yksittäisen tuloksen välisen erotuksen itseisarvo;
- b) uusittavuusraja on arvo, jota pienempi on tietyllä todennäköisyydellä kahden erilaisissa olosuhteissa (eri suorittaja, eri välineistö ja/tai eri laboratorio ja/tai eri ajankohta) saadun yksittäisen tuloksen välisen erotuksen itseisarvo.

'Yksittäisellä tuloksella' tarkoitetaan arvoa, joka saadaan käyttämällä yhteen näytteeseen yhden kerran täydellisesti standardisoitua koemenetelmää. Jos muuta ei ilmoiteta, todennäköisyys on 95 prosenttia.

## II MENETELMÄT

## Johdanto

## 1 NÄYTTEEN ESIKÄSITTELY MÄÄRITYSTÄ VARTEN

## 1.1 Yleistä

Määritettävän laboratorionäytteen tilavuuden on yleensä oltava 1,5 l, jollei erityismäärityksessä tarvita suurempaa näytemäärää.

## 1.2 Näytteen esikäsittely

Näyte on homogenoitava ennen määrittystä.

## 1.3 Säilyttäminen

Esikäsittely näyte on aina sijoitettava ilmatiiviiseen ja kosteudelta eristettyyn säiliöön ja säilytettävä sellaisissa olosuhteissa, että sen pilaantuminen vältetään: varsinkaan korkkiaineesta, kumista ja muovista valmistetut korkit eivät saa joutua suoraan kosketukseen alkoholin kanssa, ja vahan käyttö on ehdottomasti kielletty.

## 2 REAGENSIT

## 2.1 Vesi

2.1.1 Kun liuosten valmistamisen, laimentamisen tai huuhtomisen yhteydessä mainitaan vesi, olisi käytettävä tislattua tai vähintään vastaavan puhtausasteen omaavaa demineralisoitua vettä.

2.1.2 Kun mainitaan 'liuottaminen' tai 'paimentaminen' ilman, että annetaan lisäohjeita reagenssista, on kyseessä vesiliuos.

## 2.2 Kemikaalit

Kaikkien kemikaalien on oltava puhtausasteeltaan analyttistä reagenssilaatua, jollei toisin määrätä.

## 3 VÄLINEISTÖ

## 3.1 Välineistöluettelo

Välineistöluettelossa mainitaan vain erityiseen käyttöön tarkoitetut välineet tai tiettyä erityisvaatimusta vastaavat välineet.

## 3.2 Analyysivaa'at

'Analyysivaa'alla' tarkoitetaan tarkkuusvaakaa, jonka punnitustarkkuus on vähintään 0,1 mg.

#### 4 TULOSTEN ILMOITTAMINEN

##### 4.1 Tulokset

Määrittyselosteessa mainittu tulos edustaa vähintään kahden määrittäksen keskiarvoa, jotka on voitu toteuttaa tyydyttävällä toistettavuudella (r-kerroin).

##### 4.2 Tulosten laskeminen

Tulokset on laskettava grammoina hehtolitrassa 100-tilavuusprosenttista etanolia, jollei muuta määrätä.

##### 4.3 Merkitsevien numeroiden määrä

Tuloksessa ei saa olla enempää merkitseviä numeroita kuin käytetyn määrittämenetelmän tarkkuus sallii.

### **Menetelmä N:o 1: alkoholipitoisuuden määrittäminen**

Alkoholipitoisuus tilavuusprosentteina määritetään voimassa olevien kansallisten säännösten mukaisesti tai kiistojen yhteydessä alkoholometrillä tai alkoholohydrometrillä, jotka määritetään alkoholometrejä ja alkoholohydrometrejä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 27 päivänä heinäkuuta 1976 annetussa neuvoston direktiivissä 76/765/ETY<sup>(1)</sup>.

Alkoholipitoisuus tilavuusprosentteina ilmoitetaan prosentteina tilavuudesta alkoholipitoisuustaulukoita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 27 päivänä heinäkuuta 1976 annetun neuvoston direktiivin 76/766/ETY<sup>(2)</sup> mukaisesti.

### **Menetelmä N:o 2: värin ja kirkkauden arviointi**

#### 1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA

Menetelmällä voidaan arvioida neutraalin alkoholin väri ja kirkkaus.

#### 2 MÄÄRITELMÄ

'Värillä ja kirkkaudella' tarkoitetaan määrättyllä menetelmällä määritettyä väriä ja kirkkautta.

#### 3 PERIAATE

Väri ja kirkkaus arvioidaan silmämääräisesti, vertaamalla veteen valkoista ja mustaa taustaa vasten.

#### 4 VÄLINEISTÖ

Värittömiä vähintään 40 cm:n korkuisia mittalaseja.

#### 5 SUORITUS

Asetetaan kaksi mittalasia (4 kohta) valkoista ja mustaa taustaa vasten ja kaadetaan toiseen mittalasiin noin 40 cm:n korkeutta vastaava määrä näytettä; toiseen mittalasiin kaadetaan sama määrä vettä.

Tarkastellaan näytettä ylhäältä päin, toisin sanoen mittalasin pituusakselin suuntaisesti ja verrataan sitä vertailumittalasiin.

<sup>(1)</sup> EYVL L 262, 27.9.1976, s. 143.

<sup>(2)</sup> EYVL L 262, 27.9.1976, s. 149.

## 6 TULKINTA

Arvioidaan näytteen väri ja kirkkaus tarkkailemalla näytettä 5 kohdassa kuvatulla tavalla.

**Menetelmä N:o 3: permanganaattiliuoksen kirkastumisajan määrittäminen**

## 1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA

Menetelmällä määritetään aika, joka neutraalilta alkoholilta kuluu permanganaattiliuoksen kirkastamiseen.

## 2 MÄÄRITELMÄ

Määrätyllä menetelmällä määritetty permanganaattiliuoksen kirkastumisaika on se minuutteina ilmoitettu aika, joka tarvitaan näytteen värin muuttumiseksi saman väriseksi kuin värimalli sen jälkeen, kun 10 ml:aan näytettä on lisätty 1 ml 1 mmol/l kaliumpermanganaattiliuosta.

## 3 PERIAATE

Määritetään näytteen värin muuttumiseen värimallin mukaiseksi tarvittava aika kaliumpermanganaattiliuoksen lisäämisen jälkeen ja kutsutaan tätä aikaa permanganaattiliuoksen kirkastumisajaksi.

## 4 REAGENSIT

4.1 1 mmol/l kaliumpermanganaattiliuos; liuos on valmistettava juuri ennen käyttöä.

## 4.2 Väriuos A (punainen)

- Punnitaan tarkalleen 59,50 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ,
- valmistetaan seos, jossa on 25 ml suolahappoa ( $\rho^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) ja 975 ml vettä,
- pannaan 1 000 ml:n mittapulloon punnittu määrä kobolttikloridia ja yksi osa HCl-vesiseosta ja täytetään merkkiin asti lopulla seoksella 20 °C lämpötilassa.

## 4.3 Väriuos B (keltainen)

- Punnitaan tarkalleen 45,00 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
- valmistetaan seos, jossa on 25 ml suolahappoa ( $\rho^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) ja 975 ml vettä ja tämän jälkeen lisätään rautakloridimäärä samalla tavoin kuin väriuos A tapauksessa.

## 4.4 Värimalliliuos

Pipetoidaan 13 ml väriuos A ja 5,5 ml väriuos B 100 ml:n mittapulloon ja tämän jälkeen täytetään merkkiin vedellä 20 °C lämpötilassa.

*Huomautus:*

Väriuosia A ja B voidaan säilyttää useita kuukausia valolta suojattuna 4 °C:een lämpötilassa; värimalli on ajoittain valmistettava uudelleen.

## 5 VÄLINEISTÖ

- 5.1 Värittömästä läpinäkyvästä lasista valmistettuja lasihiostulpallisia Nessler-putkia, mitta-asteikko 50 ml:aan tai värittömiä halkaisijaltaan noin 20 mm olevia koeputkia.
- 5.2 Pipettejä, 1, 2, 5, 10 ja 50 ml.
- 5.3 Lämpömittari, jolla voidaan mitata lämpötiloja 50 °C:een asti ja jonka asteikko on jaettu 0,1 tai 0,2 °C:een välein.
- 5.4 Analyysivaaka.
- 5.5 Vesihaude, säädetty  $20 \pm 0,5$  °C:een.
- 5.6 Vetoisuudeltaan 1 000 ja 100 ml olevia lasihiostulpallisia mittapulloja.

- 6 SUORITUS
- 6.1 — pipetoidaan koeputkeen 10 ml näytettä tai Nessler-putkeen 50 ml näytettä,
- asetetaan 20 °C:een vesihautteeseen,
- lisätään käytetyn näytemäärän mukaan 1 tai 5 ml  $\text{KMnO}_4$ -liuosta, 1 mmol/l, sekoitetaan ja jätetään 20 °C:een vesihautteeseen,
- otetaan muistiin aloittamisaika,
- pipetoidaan 10 ml värimalliliuosta halkaisijaltaan samanlaiseen koeputkeen tai 50 ml värimalliliuosta Nessler-putkeen,
- tarkkaillaan näytteen värin muuttumista ja verrataan sitä ajoittain värimalliin valkoista taustaa vasten,
- kun näytteen ja värimallin värit ovat samanlaiset, lasketaan kulunut aika.

*Huomautus:*

Kokeen aikana on vältettävä auringonsäteiden suoraa vaikutusta näytteeseen.

7 TULOSTEN ILMOITTAMINEN

7.1 Tulkinta

Kirkastumisaika on näytteen sisältämän putken värin muuttumiseen värimalliputken mukaiseksi tarvittava aika. Neutraalin alkoholin osalta tämän ajan on oltava vähintään 18 minuuttia 20 °C lämpötilassa.

7.2 Toistettavuus

Saman henkilön samoissa koeolosuhteissa samasta näytteestä kahden samanaikaisesti tai nopeasti peräkkäin suoritettaman kokeen kirkastumisaikojen välinen ero ei saa olla yli 2 minuuttia.

8 HUOMAUTUKSET

- 8.1 Mangaanidioksidijäämät vaikuttavat reaktioon katalysoivasti: on varmistettava, että käytetyt pipetit ja koeputket ovat huolellisesti puhdistettuja ja että niitä käytetään vain tähän tarkoitukseen. Ne on puhdistettava suolahapolla ja huuhdottava huolellisesti vedellä; lasissa ei saa esiintyä ruskeaa väriä.
- 8.2 Laimennetun permanganaattiliuoksen (4.1) valmistuksessa käytetyn veden laatua olisi valvottava huolellisesti; se ei saa kuluttaa permanganaattia. Jos vaadittua laatua ei ole saatavissa, tislattu vesi olisi kuumennettava kiehumispisteeseen ja siihen olisi lisättävä vähäinen määrä permanganaattia siten, että syntyy hieman vaaleapunertava väri. Tämän jälkeen liuos on jäähdytettävä, jotta sitä voidaan käyttää laimentamiseen.
- 8.3 Tiettyjen näytteiden kirkastuminen voi tapahtua ilman vertailuliuoksen tarkan sävyn esiintymistä.
- 8.4 Permanganaattikoe voi vääristyä, jos määritettävää alkoholinäytettä ei ole säilytetty täysin puhtaassa lasipullossa, joka on suljettu alkoholilla huuhdotulla lasihiostulpalla tai muulla korkilla, joka on päällystetty tinalla tai alumiinilla.

**Menetelmä N:o 4: aldehydipitoisuuden määrittäminen**

1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA

Menetelmällä määritetään neutraalin alkoholin aldehydipitoisuus ilmoitettuna asetaldehydinä.

2 MÄÄRITELMÄ

Aldehydipitoisuus, ilmoitettuna asetaldehydinä, on määrättyllä menetelmällä määritetty pitoisuus.

## 3 PERIAATE

Schiffin reagenssin kanssa tapahtuneessa reaktiossa syntynyttä näytteen väriä verrataan tunnetun asetaldehydi-pitoisuuden omaavien standardiliuosten väreihin.

## 4 REAGENSIT

p-rosaniliinivetykloridi (perustaksiini).

Natriumsulfiitti tai natriummetabisulfiitti, vedetön.

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

Aktiivihili, jauheena.

Tärkkelysluos, joka on valmistettu 1 g:sta liukoista tärkkelystä ja 5 mg:sta  $HgI_2$  (säilyteaine), jotka suspensoidaan pienessä määrässä kylmää vettä, sekoitetaan 500 ml:aan kiehuvaan vettä, keitetään 5 minuutin ajan ja suodatetaan jäähtymisen jälkeen.

Jodiliuos, 0,05 mol/l.

1-amino-etanoli  $CH_3CH(NH_2)OH$  ( $M = 61,08$ ).

Schiffin reagenssin valmistaminen

- liuotetaan 2 000 ml:n mittapullossa 5,0 g jauhetta p-rosaniliinia noin 1 000 ml kuumaa vettä,
- tarvittaessa jätetään vesihauteeseen täydelliseen liukenemiseen asti,
- liuotetaan 30 g vedetöntä natriumsulfiittia (tai sama määrä natriummetabisulfiittia) noin 200 ml:aan vettä ja lisätään liuos jäähtyneeseen p-rosaniliiniliuokseen,
- annetaan seistä noin 10 minuuttia,
- lisätään 60 ml suolahappoa ( $\rho^{20} = 1,19$  g/ml),
- liuoksen muututtua värittömäksi — voi esiintyä vaalea ruskea väri — täytetään merkkiin vedellä,
- tarvittaessa suodatetaan pienen aktiivihilimäärän kanssa laskostetun suodattimen läpi, jotta liuos muuttuisi värittömäksi.

*Huomautukset:*

- 1) Schiffin reagenssi on valmistettava vähintään 14 päivää ennen käyttöä.
- 2) Reagenssin vapaan  $SO_2$ -pitoisuuden on oltava välillä 2,8—6,0 mmol/100 ml, pH-arvon on oltava 1.

Vapaan  $SO_2$ -pitoisuuden määrittäminen

- pipetoidaan 10 ml Schiffin reagenssia 250 ml:n vetoiseen Erlenmeyerpulloon,
- lisätään 200 ml vettä,
- lisätään 5 ml tärkkelysluosta,
- tiirataan 0,05 mol/l jodiliuksella kunnes tärkkelyksen väri muuttuu,

jos vapaan  $SO_2$ :n pitoisuus ei ole näiden rajojen välillä, se on saatettava hyväksyttävään arvoon:

- joko korotettava lisäämällä sopiva määrä natriummetabisulfiittia (0,126 g  $Na_2SO_3$ /100 ml reagenssia/puuttuva mmol  $SO_2$ ),
- tai laskettava kuplittamalla ilmaa reagenssissa.

Reagenssin sisältämän vapaan  $SO_2$ :n laskeminen:

mmol vapaa  $SO_2$ /100 ml reagenssia

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

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

*Tärkeä huomautus:*

Jos Schiffin reagenssin valmistuksessa käytetään muita menetelmiä, reagenssin herkkyys olisi tarkistettava siten, että kokeen aikana

- aldehydivapaa vertailualkoholi ei värjäynty,
- 0,1 g asetaldehydiä/hl 100 til-% alkoholia tuottaa havaittavan vaaleanpunaisen värin.

## 3) Kaupallisen 1-amino-etanolin puhdistaminen

- liuotetaan 5 g 1-amino-etanolia täydellisesti noin 15 ml:aan absoluuttista etanolia,
- lisätään noin 50 ml kuivaa dietyylieetteriä (1-amino-etanolin saostaminen),
- jätetään kylmäkaappiin usean tunnin ajaksi,
- suodatetaan kiteet ja huuhdotaan kuivalla dietyylieetterillä,
- kuivataan rikkihapon kanssa 3—4 tuntia eksikkaattorissa vakuuissa.

*Huomautus:*

Puhdistetun 1-amino-etanolin on oltava valkoista; jos näin ei ole, kiteyttäminen olisi toistettava.

## 5 VÄLINEISTÖ

- 5.1 Vetoisuudeltaan 20 ml olevia lasiostulpallisia kolorimetriputkia.
- 5.2 Pipettejä, 1, 2, 3, 4, 5 ja 10 ml.
- 5.3 Vesihaude, säädetty  $20 \pm 0,5$  °C:een.
- 5.4 Absorptiospektrofotometri ja kyvettejä, joiden optinen väli on 50 mm.

## 6 SUORITUS

## 6.1 Alkuhuomautus

Aldehydipitoisuutta tällä menetelmällä määritettäessä olisi huolehdittava siitä, että näytteen alkoholipitoisuus on vähintään 90,0 til-%. Jos näin ei ole, nostetaan alkoholipitoisuutta lisäämällä sopiva määrä aldehydivapaata alkoholia.

## 6.2 Kalibrintikäyrä

- punnitaan analyysivaa'alla tarkalleen 1,3860 g kuivaa puhdistettua 1-amino-etanolia,
- kaadetaan aldehydivapaata alkoholia 1 000 ml:n mittapulloon ja täytetään merkkiin 20 °C lämpötilassa; liuos sisältää 1 % asetaldehydiä litrassa,
- valmistetaan laimennussarja kahdessa vaiheessa siten, että saadaan 10 vertailuliuosta, jotka sisältävät 0,1—1,0 mg asetaldehydiä/100 ml liuosta,
- määritetään näiden vertailuliuosten avulla absorbanssiarvot 6.3 kohdan mukaisesti ja laaditaan kaavio.

## 6.3 Aldehydipitoisuuden määrittäminen

- pipetoidaan kolorimetriputkeen 5 ml näytettä,
- lisätään 5 ml vettä, sekoitetaan ja pidetään tasaisessa 20 °C lämpötilassa,
- valmistetaan samanaikaisesti sokeakoe käyttäen 5 ml aldehydivapaata 96 til-% etanolia, lisätään 5 ml vettä, sekoitetaan ja pidetään tasaisessa 20 °C lämpötilassa,
- tämän jälkeen lisätään kaikkiin putkiin 5 ml Schiffin reagenssia, suljetaan lasiostulpalla ja ravistellaan hyvin,
- pidetään 20 °C:ssa vesihauteessa 20 minuuttia,
- kaadetaan sisältö kyvetteihin,
- määritetään absorptioarvo 546 nm:ssä.

*Huomautukset:*

- 1) Aldehydiarvoja määritettäessä kaikissa määrittämissä on tarpeen tarkistaa kalibrintikäyrän paikkansapitävyys vertaamalla sitä vertailuliukoisiin; jos kalibrintikäyrä ei ole oikea, se on laadittava uudelleen.
- 2) Olisi huolehdittava siitä, että nollakoe on aina väritön.

## 7 TULOSTEN ILMOITTAMINEN

## 7.1 Kaava ja laskentamenetelmä

Absorbanssin variaatioita esittävä kuvaaja laaditaan asetaldehydipitoisuuden funktiona ja tältä kuvaajalta määritetään näytteen pitoisuus.

Aldehydipitoisuus, ilmoitettuna grammoina asetaldehydiä/hl 100 til-% etanolia, saadaan seuraavalla kaavalla:

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

jossa:

A = näytteen asetaldehydipitoisuus, ilmoitettuna g/hl, arvo määritetty kalibrintikäyrältä,

T = näytteen alkoholipitoisuus tilavuusprosentteina, määritetty menetelmän N:o 1 mukaisesti.

## 7.2 Toistettavuus

Saman henkilön samoissa koeolosuhteissa samasta näytteestä kahden samanaikaisesti tai nopeasti peräkkäin suorittaman määrittämisen tulosten välinen ero ei saa olla yli 0,1 g aldehydiä/hl 100 til-% etanolia.

**Menetelmä N:o 5: korkeampien alkoholien pitoisuuden määrittäminen**

## 1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA

Menetelmällä määritetään neutraalin alkoholin sisältämien korkeampien alkoholien pitoisuus, ilmoitettuna 2-metyyli-1-propanolina.

## 2 MÄÄRITELMÄ

Korkeampien alkoholien pitoisuus, ilmoitettuna 2-metyyli-1-propanolina, on määrättyllä menetelmällä määritetty pitoisuus.

## 3 PERIAATE

Määritetään korkeampien alkoholien ja aromaattisen aldehydin kuumassa laimennetussa rikkihapossa tapahtuneessa reaktiossa (Komarowskyn reaktio) syntyneiden värjäytyneiden tuotteiden absorbanssi 560 nm:ssä ja korjataan tarvittaessa näytteen sisältämien aldehydien vaikutus. Verrataan samoissa koeolosuhteissa 2-metyyli-1-propanolireaktiossa syntyneeseen väriin.

## 4 REAGENSIT

4.1 Salisyylialdehydiliuos, 1 paino-%, valmistettu lisäämällä 1 g salisyylialdehydiä 99 g:aan 96 til-% etanolia (sikunaöljyvapaa).

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

4.3 2-metyyli-1-propanoli.

4.4 2-metyyli-1-propanoli-standardiliuokset.

Liuetetaan 2-metyyli-1-propanoli (4.3) 96 til-% etanoli-vesiliuokseen siten, että saadaan standardiliuosarja, joka sisältää 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 ja 1,0 g 2-metyyli-1-propanolia/hl liuosta.

4.5 Asetaldehydistandardiliuokset

Asetaldehydistandardiliuos valmistetaan menetelmän N:o 4 6.2 kohdassa kuvatulla tavalla.

4.6 96 til-% etanoli, vapaa korkeammista alkoholeista ja aldehydeistä.



## 5 VÄLINEISTÖ

- 5.1 UV-VTS -spektrofotometri, jolla voidaan määrittää liuosten absorbanssi 560 nm:ssä.
- 5.2 Paksuudeltaan 10, 20 ja 50 mm olevia spektrofotometrikyvettejä.
- 5.3 Vesihaude, säädetty  $20 \pm 0,5$  °C:een.
- 5.4 Hiostulpallisia paksusta lasista valmistettuja (Pyrex-lasi tai vastaava) kolorimetriputkia, vetoisuus noin 50 ml.

## 6 SUORITUS

## 6.1 Aldehydipitoisuus

Määritetään näytteen aldehydipitoisuus, ilmoitettuna asetaldehydinä, käyttäen menetelmää N:o 4.

## 6.2 Kalibroitikäyrä: 2-metyyli-1-propanoli

Pipetoidaan 10 ml kaikkia 2-metyyli-1-propanoli-standardiliuoksia (4.4) 50 ml:n lasihiostulpallisiin koeputkiin. Pipetoidaan koeputkiin 1 ml salisyylialdehydiliuosta (4.1); lisätään 20 ml rikkihappoa (4.2). Sekoitetaan putkien sisältö huolellisesti käänellen putkia edestakaisin ja avataan tulppa ajoittain. Annetaan seistä ympäristön lämpötilassa 10 minuuttia ja tämän jälkeen upotetaan  $20 \pm 0,5$  °C:een vesihauteeseen (5.3). 20 minuutin kuluttua kaadetaan putkien sisältö spektrofotometrin kyvetteihin.

Tarkalleen 30 minuuttia rikkihapon lisäämisen jälkeen määritetään liuosten absorbanssi 560 nm:ssä käyttäen vettä spektrofotometrin vertailukyvetissä.

Siirretään absorbanssiarvot kuvaajalle 2-metyyli-1-propanolikonsentraation funktiona.

## 6.3 Kalibroitikäyrä: aldehydit

Toistetaan 6.2 kohdassa kuvattu suoritus korvaamalla kaikki 10 ml:n suuruiset 2-metyyli-1-propanoli -standardiliuoserät 10 ml:lla asetaldehydistandardiliuoksia.

Siirretään 560 nm:ssä mitatut absorbanssiarvot kuvaajalle asetaldehydikonsentraation funktiona.

## 6.4 Näytteen määrittäminen

Toistetaan 6.2 kohdassa kuvattu suoritus korvaamalla 10 ml:n suuruiset 2-metyyli-1-propanoli-standardiliuoserät 10 ml:lla näytettä.

Määritetään näytteen absorbanssi.

## 7 TULOSTEN ILMOITTAMINEN

## 7.1 Kaava ja laskentamenetelmä

7.1.1 Korjataan näytteen absorbanssiarvo vähentämällä näytteen aldehydipitoisuutta vastaava absorbanssiarvo (määritetty 6.3 kohdan mukaisesti laaditulta kalibroitikäyrältä).

7.1.2 Määritetään näytteen korkeampien alkoholien pitoisuus, ilmoitettuna 2-metyyli-1-propanolina, 6.2 kohdan mukaisesti laaditulta kalibroitikäyrältä käyttäen korjattua arvoa (7.1.1).

7.1.3 Korkeampien alkoholien pitoisuus, ilmoitettuna grammoina 2-metyyli-1-propanolia/hl 100 til-% etanolia, saadaan seuraavalla kaavalla:

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

jossa:

A = näytteen korkeampien alkoholien pitoisuus, laskettu 7.1.2 kohdan mukaisesti,

T = näytteen alkoholipitoisuus tilavuusprosentteina, määritetty menetelmän N:o 1 mukaisesti.

## 7.2 Toistettavuus

Saman henkilön samoissa koeolosuhteissa samasta näytteestä kahden samanaikaisesti tai nopeasti peräkkäin suoritettaman määrittelyn tulosten välinen ero ei saa olla yli 0,2 g/hl 100 til-% etanolia.

**Menetelmä N:o 6: kokonaishappoisuuden määrittäminen**

- 1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA  
Menetelmällä voidaan määrittää neutraalin alkoholin kokonaishappoisuus, ilmoitettuna etikkahappona.
- 2 MÄÄRITELMÄ  
Kokonaishappoisuus, ilmoitettuna etikkahappona, määritetään määrättyllä menetelmällä.
- 3 PERIAATE  
Kaasunpoistamisen jälkeen näyte tiirataan natriumhydroksidistandardiliuksella ja happoisuus ilmoitetaan etikkahappona.
- 4 REAGENSIT
- 4.1 Natriumhydroksidiliuokset, 0,01 mol/l ja 0,1 mol/l, säilytetään siten, että kosketus hiilidioksidiin on mahdollisimman vähäinen.
- 4.2 Indigo-karmiiniliuos (A)  
— punnitaan 0,2 g indigo-karmiinia,  
— liuotetaan 40 ml:aan vettä ja täytetään 100 g:ksi etanolilla. Fenolipunainen-liuos (B)  
— Punnitaan 0,2 g fenolipunaista,  
— Liuotetaan 6 ml:aan 0,1 mol/l natriumhydroksidia ja täytetään 100 ml:n mittapullon merkkiin vedellä.
- 5 VÄLINEISTÖ
- 5.1 Byretti tai titrauslaite.
- 5.2 Pipetti, 100 ml.
- 5.3 Vetoisuudeltaan 250 ml oleva pyöreäpohjainen hiostulpallinen mittapullo.
- 5.4 Pystyjäähdytin.
- 6 SUORITUS  
— Pipetoidaan 100 ml näytettä 250 ml:n vetoiseen pyöreäpohjaiseen mittapulloon.  
— Lisätään kiehumakiviä ja kuumennetaan nopeasti kiehuvaaksi pystyjäähdyttäjässä.  
— Lisätään kuumaan liuokseen yksi tippa molempia indikaattoriliuoksia A ja B.  
— Tämän jälkeen titrataan 0,01 mol/l natriumhydroksidilla kunnes väri alkaa muuttua vihreänkeltaisesta violetiksi.
- 7 TULOSTEN ILMOITTAMINEN
- 7.1 Kaava ja laskentamenetelmä  
Kokonaishappoisuus, ilmoitettuna grammoina etikkahappoa/hl 100 til-% etanolia, saadaan seuraavalla kaavalla:
- $$\frac{V \cdot 60}{T}$$
- jossa:  
V = neutralointiin tarvittava 0,01 mol/l natriumhydroksidiliuoksen millilitramäärä,  
T = näytteen alkoholipitoisuus tilavuusprosentteina, määritetty menetelmän N:o 1 mukaisesti.
- 7.2 Toistettavuus  
Samantyyppisen samoissa koeolosuhteissa samasta näytteestä kahden samanaikaisesti tai nopeasti peräkkäin suorittaman määrittämisen tulosten välinen ero ei saa olla yli 0,1 g/hl 100 til-% etanolia.

**Menetelmä N:o 7: esteripitoisuuden määrittäminen****1 TARKOITUS JA SOVELTAMISSALA**

Menetelmällä määritetään neutraalin alkoholin esteripitoisuus, ilmoitettuna etyyliasetaattina.

**2 MÄÄRITELMÄ**

Esteripitoisuus on määrytyllä menetelmällä määritetty ja etyyliasetaattina ilmoitettu pitoisuus.

**3 PERIAATE**

Emäksisessä liuoksessa esterit reagoivat kvantitatiivisesti hydroksyyliammoniumkloridin kanssa ja muodostavat hydroksyyliamiinihappoja; happamassa liuoksessa nämä hapot muodostavat rautaionien kanssa värillisiä komplekseja. Näiden kompleksien absorbanssit mitataan 525 nm:ssä.

**4 REAGENSIT**

4.1 Suolahappo, 4 mol/l.

4.2 Rautakloridiliuos, 0,37 mol/l, 1 mol/l suolahapossa.

4.3 Hydroksyyliammoniumkloridiliuos, 2 mol/l, säilytetään kylmäkaapissa.

4.4 Natriumhydroksidiliuos, 3,5 mol/l.

4.5 Etyyliasetaattistandardiliuokset, jotka sisältävät 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 ja 1,0 g etyyliasetaattia/hl 96 til-% esterivapaata etanolia.

**5 VÄLINEISTÖ**

5.1 Absorptiospektrofotometri ja paksuudeltaan 50 mm olevia kyvettejä.

**6 SUORITUS****6.1 Kalibrointikäyrä**

- punnitaan analyysivaa'alla tarkalleen 1,0 g etyyliasetaattia,
- kaadetaan esterivapaata alkoholia 1 000 ml:n mittapulloon ja täytetään merkkiin 20 °C lämpötilassa,
- valmistetaan laimennussarja kahdessa vaiheessa siten, että saadaan 20 vertailuliuosta, jotka sisältävät 0,1—2,0 mg etyyliasetaattia/100 ml liuosta,
- määritetään näiden vertailuliuosten avulla absorbanssiarvot 6.2 kohdan mukaisesti ja laaditaan kaavio.

**6.2 Esteripitoisuuden määrittäminen**

- pipetoidaan hiostulpalliseen koeputkeen 10 ml näytettä,
- lisätään 2 ml hydroksyyliammoniumkloridiliuosta,
- valmistetaan samanaikaisesti sokeakoe käyttäen 10 ml esterivapaata 96 til-% etanolia ja 2 ml hydroksyyliammoniumkloridiliuosta,
- tämän jälkeen lisätään kaikkiin putkiin 2 ml natriumhydroksidia, suljetaan lasihiostulpalla ja ravistellaan hyvin,
- pidetään 20 °C:ssa vesihauteessa 15 minuuttia,
- lisätään kaikkiin putkiin 2 ml suolahappoa, ravistellaan nopeasti,
- lisätään 2 ml rautakloridiliuosta, sekoitetaan hyvin,
- kaadetaan sisältö kyvetteihin,
- määritetään absorptioarvo 525 nm:ssä.

## 7 TULOSTEN ILMOITTAMINEN

## 7.1 Kaava ja laskentamenetelmä

Laaditaan standardihuosten kuvaaja pitoisuuden funktiona.

Absorptioarvoa vastaava esteripitoisuus (ilmoitettuna etyyliasetaattina = A) luetaan kuvaajalta ja lasketaan seuraavalla kaavalla:

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

ja ilmoitetaan g/hl 100 til-% etanolia.

T = näytteen alkoholipitoisuus tilavuusprosentteina, määritetty menetelmän N:o 1 mukaisesti.

## 7.2 Toistettavuus

Saman henkilön samoissa koeolosuhteissa samasta näytteestä kahden samanaikaisesti tai nopeasti peräkkäin suorittaman määrittelyn tulosten välinen ero ei saa olla yli 0,1 g esterä/hl 100 til-% etanolia, ilmoitettuna etyyliasetaattina.

**Menetelmä N:o 8: tyypeä sisältävien haihtuvien emästen pitoisuus**

## 1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA

Menetelmällä määritetään neutraalien alkoholien tyypeä sisältävien haihtuvien emästen pitoisuus, ilmoitettuna typpenä.

## 2 MÄÄRITELMÄ

Tyypeä sisältävien haihtuvien emästen pitoisuus on määrättyllä menetelmällä määritetty ja typpenä ilmoitettu pitoisuus.

## 3 PERIAATE

Näyte haihdutetaan pieneen tilavuuteen rikkihapon kanssa ja tämän jälkeen määritetään ammoniakkipitoisuus Conwayn mikrodifфуusion menetelmällä.

## 4 REAGENSIT

## 4.1 Rikkihappo 1 mol/l.

## 4.2 Boorihappoindikaattori-liuos: liotetaan 10 g boorihappoa, 8 mg bromokresolivihreää ja 4 mg 30 til-% 2-propanolissa olevaa metyyliä ja täytetään 1 000 ml:ksi lisäämällä 30 til-% 2-propanolia.

## 4.3 Kaliumhydroksidiliuos, 500 g/l, hiilidioksidivapaa.

## 4.4 Suolahappo, 0,02 mol/l.

## 5 VÄLINEISTÖ

## 5.1 Haihdutusmalja, johon mahtuu 50 ml näytettä.

## 5.2 Vesihaude.

## 5.3 Conway-malja, jossa on tiivis kansi; katso kuvaus ja suositellut mitat kuviosta 1.

## 5.4 Mikroyretti, 2—5 ml, asteikko jaettu 0,01 ml:n välein.

## 6 SUORITUS

## 6.1 Pipetoidaan 50 ml näytettä (jos oletetaan tyyppipitoisuuden olevan alle 0,2 g/hl näytettä, pipetoidaan 200 ml näytettä) lasimaljaan, lisätään 1 ml 1 mol/l rikkihappoa (4.1), asetetaan malja (5.1) vesihauteeseen (5.2) ja haihdutetaan kunnes jäännöstä on noin 1 ml.

- 6.2 Pipetoidaan Conway-maljan keskiympyrään 1 ml boorihappoindikaattoriliuosta (4.2) ja huuhdotaan reunaympyrään haihdutuksen nestejäännös (6.1). Kallistetaan Conway-maljaa hieman ja lisätään reunaympyrään mahdollisimman nopeasti, mutta mahdollisimman pitkältä reunaympyrän sisältämästä nesteestä, noin 1 ml kaliumhydroksidiliuosta (4.3). Suljetaan Conway-malja viipymättä peittämällä se tiiviillä rasvatulla kannella.
- 6.3 Sekoitetaan reunaympyrän kaksi liuosta varoen eri ympyröiden nesteiden sekoittumista. Annetaan seistä 2 tuntia.
- 6.4 Neutraloimiseksi tiirataan keskiympyrän ammoniakki 0,02 mol/l suolahappoliuoksella (4.4) mikrobyrettiä (5.4) käyttäen. Käytetyn happotilavuuden on oltava välillä 0,2 ja 0,9 ml. Käytetty happotilavuus on  $V_1$ , ilmoitettuna millilitroina.
- 6.5 Suoritetaan sokeatitraus 6.1—6.4 kohdassa kuvatalla tavalla, mutta korvataan 6.1 kohdassa tarkoitettu 50 ml näytettä samalla tilavuudella vettä. Käytetty suolahappotilavuus on  $V_2$ , ilmoitettuna millilitroina.

## 7 TULOSTEN ILMOITTAMINEN

### 7.1 Kaava ja laskentamenetelmä

Typpeä sisältävien haihtuvien emästen pitoisuus, grammoina typpeä/hl 100 til-% etanolia, saadaan kaavalla:

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

jossa:

$V_1$  = näytteen neutralointiin tarvittava suolahappotilavuus millilitroina,

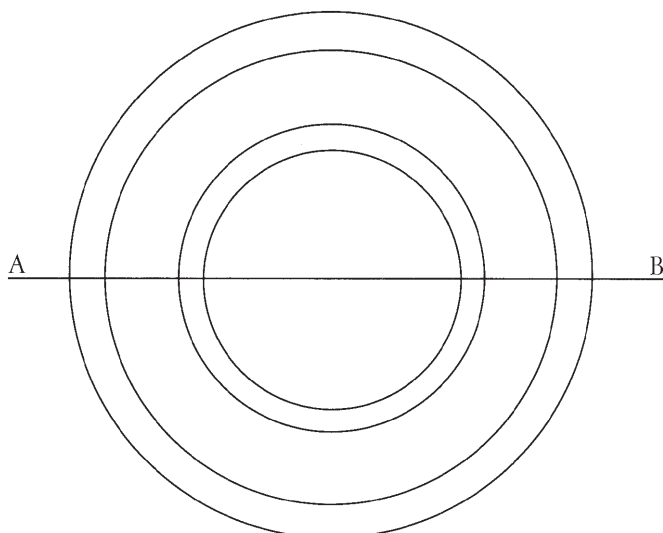
$V_2$  = sokeakokeessa käytetty suolahappotilavuus millilitroina,

T = näytteen alkoholipitoisuus tilavuusprosentteina, määritetty menetelmän N:o 1 mukaisesti,

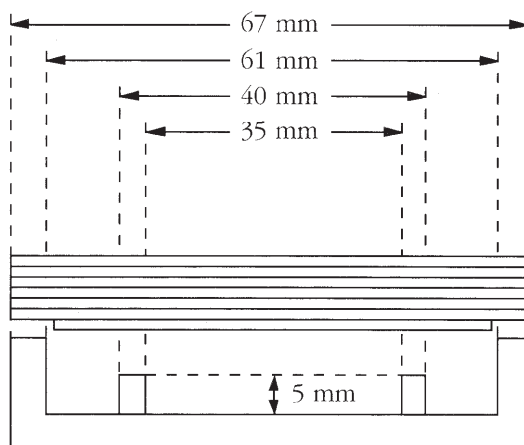
E = käytetty näytetilavuus millilitroina.

### 7.2 Toistettavuus

Samana henkilön samoissa koeolosuhteissa samasta näytteestä kahden samanaikaisesti tai nopeasti peräkkäin suorittaman määrittelyn tulosten välinen ero ei saa olla yli 0,05 g/hl 100 til-% etanolia.



Malja ylhäältä



Linjan A—B pystysuora leikkaus

Annetut mitat ovat tavallisia mittoja

**Menetelmä N:o 9: metanolipitoisuuden määrittäminen****1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA**

Menetelmällä määritetään neutraalin alkoholin metanolipitoisuus.

**2 MÄÄRITELMÄ**

Metanolipitoisuus on määrättyllä menetelmällä määritetty metanolipitoisuus.

**3 PERIAATE**

Metanolikonsentraatio määritetään injektoimalla näytettä suoraan kaasukromatografiin.

**4 SUORITUS**

Voidaan käyttää mitä tahansa kaasu-nestekromatografiamenetelmää sillä edellytyksellä, että kaasukromatografikolonnilla voidaan käytetyissä koeolosuhteissa saavuttaa eri ainesosien selvä erottuminen: metanoli, asetaldehydi, etanoli ja etyyliasetaatti. Metanolin toteamisrajan etanolissa on oltava alle 2 g/hl.

## 5 TOISTETTAVUUS

Saman henkilön samoissa koeolosuhteissa samasta näytteestä kahden samanaikaisesti tai nopeasti peräkkäin suorittaman määrittelyn tulosten välinen ero ei saa olla yli 2 g metanolia/hl 100 til-% etanolia.

**Menetelmä N:o 10: kuiva-aineen määrittäminen**

## 1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA

Menetelmällä määritetään neutraalien alkoholien kuiva-ainepitoisuus.

## 2 MÄÄRITELMÄ

Kuiva-ainepitoisuudella tarkoitetaan määrytyllä menetelmällä määritettyä kuiva-ainepitoisuutta.

## 3 PERIAATE

Kuivataan osa näytteestä 103 °C:ssa ja määritetään jäännöspitoisuus gravimetrisellä menetelmällä.

## 4 VÄLINEISTÖ

## 4.1 Kiehuvaa vesihaude.

## 4.2 Sopivan kokoinen haihdutusmalja.

## 4.3 Eksikkaattori, joka sisältää hiljattain aktivoitua silikageeliä (tai vastaava eksikkaattori) ja jossa on kosteuspitöisuusindikaattori.

## 4.4 Analyysivaaka.

## 4.5 Uuni, jonka lämpötila on säädetty 103 ± 2 °C:een.

## 5 SUORITUS

Punnitaan puhdas ja kuiva haihdutusmalja (4.2) 0,1 mg:n tarkkuudella ( $M_0$ ); pipetoidaan maljaan mahdollisesti useaan kertaan sopiva tilavuus näytettä (välillä 100 ja 250 ml) ( $V_0$  ml); asetetaan näytteen sisältävä malja kiehuvaan vesihauteeseen (4.1), annetaan haihtua; siirretään 103 ± 2 °C:een säädettyyn uuniin (4.5) 30 minuutin ajaksi ja tämän jälkeen asetetaan jäännöksen sisältävä malja eksikkaattoriin (4.3); annetaan maljan jäähtyä 30 minuuttia ja tämän jälkeen punnitaan jäännöksen sisältävä malja 0,1 mg:n tarkkuudella ( $M_1$ ).

## 6 TULOSTEN ILMOITTAMINEN

## 6.1 Kaava ja laskentamenetelmä

Kuiva-ainepitoisuus, ilmoitettuna grammoina/hl 100 til-% etanolia, saadaan kaavalla:

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

jossa:

$M_0$  = puhtaan ja kuivan maljan massa, ilmoitettuna grammoina,

$M_1$  = kuivausjäännöksen sisältävän maljan massa, ilmoitettuna grammoina,

$V_0$  = kuivattavan näytteen tilavuus,

$T$  = näytteen alkoholipitoisuus tilavuusprosentteina, määritetty menetelmän N:o 1 mukaisesti.

## 6.2 Toistettavuus

Saman henkilön samoissa koeolosuhteissa samasta näytteestä kahden samanaikaisesti tai nopeasti peräkkäin suorittaman määrittelyn tulosten välinen ero ei saa olla yli 0,5 g/hl 100 til-% etanolia.

**Menetelmä N:o 11: furfuraalin havaitsemiskoe**

- 1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA  
Menetelmällä havaitaan neutraalin alkoholin sisältämä furfuraali.
- 2 MÄÄRITELMÄ  
Havaittavissa olevan furfuraalin rajakonsentraatio on määrättyllä menetelmällä määritetty arvo.
- 3 PERIAATE  
Sekoitetaan alkoholinäyte aniliiniin ja jäätikkahappoon. Furfuraali todetaan lohenpunaisesta väristä, joka ilmestyy sekoittamista seuraavien 20 minuutin aikana.
- 4 REAGENSIT
  - 4.1 Hiljattain tislattu aniliini.
  - 4.2 Jäätikkahappo.
- 5 VÄLINEISTÖ  
Lasihioستلپallisia koeputkia.
- 6 SUORITUS  
Pipetoidaan koeputkeen (5 kohta) 10 ml näytettä, lisätään 0,5 ml aniliinia ja 2 ml jäätikkahappoa; ravistellaan koeputkea reagenssien sekoittamiseksi.
- 7 TULOSTEN ILMOITTAMINEN
  - 7.1 Kokeen tulkinta  
Jos lohenpunainen väri ilmestyy vähintään 20 minuutissa, koe katsotaan positiiviseksi ja näyte sisältää furfuraalia.
  - 7.2 Toistettavuus  
Samana henkilön samoissa koeolosuhteissa samasta näytteestä kahden samanaikaisesti tai nopeasti peräkkäin suorittaman kokeen tulosten on oltava samanlaiset.

**Menetelmä N:o 12: ultraviolettivalon absorbanssikoe**

- 1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA  
Tällä menetelmällä voidaan määrittää neutraalin alkoholin optinen läpäisevyys.
- 2 PERIAATE  
Näytteen optinen läpäisevyys aallonpituusalueella 220—270 nm mitataan suhteessa määritettyyn ja korkean optisen läpäisevyyden omaavaan vertailuaineeseen.
- 3 VÄLINEISTÖ
  - 3.1 UV-VIS -spektrofotometri.
  - 3.2 Paksuudeltaan 10 mm olevia ja saman spektritransmission omaavia kvartsikyvettejä.
- 4 REAGENSIT  
Spektroskopiaan tarkoitettu n-heksaani.
- 5 SUORITUS
  - Huuhdotaan puhtaat kyvetit näyteliuksella ja tämän jälkeen täytetään ne näytteellä, kuivataan kyvetien ulkopinta,
  - käsitellään vertailukyvetti (n) n-heksaanilla samalla tavoin ja täytetään se,
  - määritetään ekstinktioarvo ja laaditaan kuvaaja,



## 6 TULOSTEN ARVIOIMINEN

Aallonpituuksilla 270, 240, 230 ja 220 nm todetut ekstinktioarvot eivät saa ylittää seuraavia arvoja: 0,02; 0,08; 0,18 ja 0,3.

Ekstinktiokäyrän on oltava tasainen ja säännöllinen.

**Menetelmä N:o 13: etanolin <sup>14</sup>C-pitoisuuden määrittäminen**

## 1 ALKOHOLITYYPIN MÄÄRITYSMENETELMÄ

Etanolin <sup>14</sup>C-pitoisuuden määrittämisellä voidaan erottaa fossiilisista alkuaineista peräisin oleva alkoholi (synteettialkoholi) ja nykyisistä alkuaineista peräisin oleva alkoholi (käymisalkoholi).

## 2 MÄÄRITELMÄ

Etanolin <sup>14</sup>C-pitoisuudella tarkoitetaan määrättyllä menetelmällä määritettyä <sup>14</sup>C-pitoisuutta.

Elävien kasvien yhteyttämä ilmakehän luonnollinen <sup>14</sup>C-pitoisuus (vertailuarvo) ei ole vakioarvo. Tämän vuoksi vertailuarvo määritetään etanolista, joka on aina peräisin edellisten kasvukausien raaka-aineista. Tämä vuosittainen vertailuarvo määritetään joka vuosi yhteisillä määrittämisillä, jotka järjestää yhteisön vertailumittauslaitos ja Ispran yhteinen tutkimuskeskus.

## 3 PERIAATE

<sup>14</sup>C-pitoisuus määritetään alkoholinäytteistä, joiden etanolipitoisuus on vähintään 85 paino-%, suoraan neste-tuikelaskennalla.

## 4 REAGENSIT

## 4.1 Tolueenituikeaine

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

0,5 g p-bis[4-metyyli-5-fenylioksatsoli(2)]-bentseeni (dimetyyli-POPOP) litrassa analyttistä laatua olevaa tolueenia.

Voidaan käyttää myös kaupallisesti saatavaa tämän koostumuksen omaavaa käyttövalmista tolueenituikeainetta.

4.2 <sup>14</sup>C-standardi

<sup>14</sup>C n-heksadekaani, jonka aktiivisuus on noin  $1 \times 10^6$  dpm/g (noin  $1,67 \cdot 10^6$  cBq/g) ja määritetyn aktiivisuuden taattu tarkkuus  $\pm 2$  suht-%.

4.3 <sup>14</sup>C-vapaa etanoli

Taustan määrittämisessä käytettävä fossiilista alkuperää olevista raaka-aineista peräisin olevaa synteettialkoholia, jonka etanolipitoisuus on vähintään 85 paino-%.

4.4 Vertailuliuksena käytettävä aina edellisen kasvukauden raaka-aineista peräisin olevaa alkoholia, jonka etanolipitoisuus on vähintään 85 paino-%.

## 5 VÄLINEISTÖ

5.1 Monikanavainen neste-tuikespektrometri, jossa on suoritin, automaattinen ulkoinen standardointi ja ulkoinen standardi/kanava -suhteen näyttö (tavanomainen rakenne: kolme mittauskanavaa ja kaksi ulkoisen standardin kanavaa).

5.2 Laitteeseen sopivia vähän kaliumia sisältäviä laskentaputkia, joissa on tummat sisäpuolelta polyetyleenillä suojatut kierrekorkit.

5.3 Mittapipettejä, 10 ml.

5.4 Automaattinen annostelulaite, 10 ml.

5.5 Vetoisuudeltaan 250 ml oleva hioksellinen pyöreäpohjainen mittapullo.

- 5.6 Alkoholin tisluslaitteisto, jossa on lämpömantteli, esimerkiksi Micko-tyyppinen.
- 5.7 Mikroruisku, 50 µl.
- 5.8 Pyknometrisuppilo, 25 ja 50 ml:n pyknometrit.
- 5.9 Lämmönsäädin, joka säilyttää lämpötilan tasaisena  $\pm 0,01$  °C:een tarkkuudella.
- 5.10. Alkoholipitoisuustaulukoita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 27 päivänä heinäkuuta 1976 annetun neuvoston direktiivin 76/766/ETY mukaiset ja Euroopan yhteisöjen komission julkaisemat (ISBN 92-825-0146-9) alkoholipitoisuustaulukot.

## 6 SUORITUS

### 6.1 Välineistön säätäminen

Laitteisto säädetään valmistajan ohjeiden mukaisesti. Mittausolosuhteet ovat optimaaliset, kun arvo E2/B, jotka kutsutaan laatuluvuksi, on korkeimmillaan.

E = hyötysuhde (tuotto)

B = tausta (taustakohina)

Ainoastaan kaksi mittauskanavaa optimoidaan. Kolmas mittauskanava jätetään täysin avoimeksi tarkastus-

syistä.

### 6.2 Laskentaputkien valitseminen

Täytetään enemmän laskentaputkia kuin myöhemmässä vaiheessa tarvitaan 10 ml:lla <sup>14</sup>C-vapaata synteetia-

tolueenitukeyä.

### 6.3 Ulkoinen standardi/kanava -suhteen määrittäminen

Viritettäessä kanavaa 6.1 kohdan mukaisesti ulkoinen standardi/kanava -suhde määritetään samanaikaisesti käyttäen hyötysuhdekertoimen laskemisessa apuna ollutta tietokoneohjelmaa. Ulkoisena standardina olisi käytettävä 137 cesiumia, jonka valmistaja on jo yhdistänyt kiinteästi.

### 6.4 Näytteen esikäsittely

Mittauksessa käytetään näytteitä, joiden etanolipitoisuus on vähintään 85 paino-%, joissa ei esiinny epäpuh-

tauksia ja jotka absorboivat alle 450 nm:ssä. Pienet aldehydi- tai esterijäämät eivät vaikuta häiritsevästi. Kun kierre-

korin sisäpuolista polyetyleenisuojausta. Valmistetaan fossiilisesta <sup>14</sup>C-vapaasta etanolista samalla tavoin laskentaputki taustakohinan määrittämistä varten. Vuosittaisen <sup>14</sup>C-arvon tarkastamista varten valmistetaan edelliseltä kasvukaudelta peräisin olevasta etanolista kaksoiskappale sekoittamalla laskentaputki sisäiseen stand-

dardiin 8 kohdan mukaisesti.

## 7 NÄYTTEIDEN MITTAAMINEN ULKOISELLA STANDARDILLA

- 7.1 Alhaisen absorbanssin omaavat näytteet, kuten 6.4 kohdassa kuvatut näytteet, joiden ulkoinen standardi/kanava -suhteen arvo on noin 1,8, voidaan mitata ulkoinen standardi/kanava -suhteen perusteella, mikä muodostaa hyötysuhdekertoimen mittauksen.

### 7.2 Suoritus

Pipetoidaan valittuun laskentaputkeen, jonka taustakohina on tarkastettu, aina 10 ml 6.4 kohdan mukaisesti esikäsiteltyä näytettä ja tämän jälkeen lisätään automaattisella annostelulaitteella aina 10 ml tolueenitukeyä. Laskentaputkien sisältämät näytteet homogenoidaan kiertoliikkeellä huolehtien siitä, että neste ei kostuta kierrekorkin sisäpuolista polyetyleenisuojausta. Valmistetaan fossiilisesta <sup>14</sup>C-vapaasta etanolista samalla tavoin laskentaputki taustakohinan määrittämistä varten. Vuosittaisen <sup>14</sup>C-arvon tarkastamista varten valmistetaan edelliseltä kasvukaudelta peräisin olevasta etanolista kaksoiskappale sekoittamalla laskentaputki sisäiseen stand-

dardiin 8 kohdan mukaisesti.

Tarkastus- ja taustakohinanäytteet sijoitetaan mittaussarjan alkuun. Mittaussarjassa ei saa olla yli 10 määritettävää näytettä. Mittauksen kokonaisaika näytettä kohti on vähintään 2 × 100 minuuttia ja yksittäisten näyt-

teiden mittaukset suoritetaan aina 100 minuutin osajaksoissa, jotta mahdollinen poikkeama tai muu häiriö voidaan tunnistaa. (Tällä tavoin yksi jakso vastaa aina 100 minuutin mittausväliä näytettä kohti).

Taustakohina- tai tarkastusnäytteet on uusittava 4 viikon välein.

Tähän mittaukseen tarvitaan vain vähän aineita ja aikaa. Se sopii yleislaboratorioille, jotka käsittelevät suuria määriä näytteitä.

Tämän arvon muuttuminen vaikuttaa vain hieman alhaisen absorbanssin omaavien näytteiden (ulkoinen stadari/kanava -suhde noin 1,8) tuottoon. Kun muutos ei ylitä  $\pm 5$  suht-%, laskeminen voidaan suorittaa samalla tuotolla. Korkeamman absorbanssin omaavien näytteiden, kuten denaturoidut alkoholit, tuotto voidaan laskea absorbanssin korjauskäyrältä. Jos käytettävissä ei ole sopivaa laskentaohjelmaa, mittaus on suoritettava sisäisellä standardilla, jolla tuotto voidaan määrittää selvästi.

## 8 NÄYTTEIDEN MITTAAMINEN SISÄISELLÄ STANDARDILLA <sup>14</sup>C-HEKSADEKAANI

### 8.1 Suoritus

Tarkastusnäytteet ja taustakohinanäytteet (nykyinen ja fossiilinen etanoli) sekä tuntematon aine mitataan kaksoiskappaleina. Kaksoiskappaleinäyte valmistetaan valikoimattomaan laskentaputkeen, johon on lisätty tarkoin annosteltu määrä (30 µl) <sup>14</sup>C-heksadekaania sisäiseksi standardiksi (lisäaktiivisuus noin 26 269 dpm/gC — noin 43 782 cBq/gC). Muiden näytteiden esikäsittelyn ja mittausajan osalta olisi edettävä 7.2 kohdassa kuvatulla tavalla, mutta näytteiden mittausaika sisäisen standardin kanssa vähennetään noin 5 minuuttiin säätämällä laite etukäteen 10<sup>5</sup> pulssiin. Kaikille mittaussarjan (10 näytettä) tarkastus- ja taustakohinanäytteille valmistetaan kaksoiskappaleet, jotka sijoitetaan määrittämissarjan alkuun.

### 8.2 Sisäisen standardin ja laskentaputkien käyttö

Jotta vältettäisiin saastuminen suoritettaessa mittauksia sisäisen standardin kanssa, näiden standardien varastointi ja käsittely olisi hoidettava muussa paikassa kuin määritysnäytteiden esikäsittely ja mittaus. Tarkastettuja taustakohinaputkia voidaan käyttää uudelleen mittauksen jälkeen. Kierrekorkit ja sisäistä standardia sisältävät putket hävitetään.

## 9 ARVIOINTI

### 9.1 Radioaktiivisen aineen aktiivisuusyksikkö on becquerelli. 1 Bq = 1 hajoaminen/sek.

Erityinen radioaktiivisuus ilmoitetaan becquerelleinä suhteessa 1 grammaan hiiltä = Bq/gC.

Käyttökelpoisten tulosten saamiseksi on suositeltavaa ilmoittaa tulos sentti-becquerelleinä: cBq/gC.

Dpm:iin perustuvia julkaisuissa tähän asti käytettyjä kuvauksia ja kaavoja voidaan käyttää toistaiseksi. Vastaavan arvon saamiseksi sentti-becquerelleinä kerrotaan dpm-tulos kertoimella 100/60.

### 9.2 Arviointi ulkoisella standardilla

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

### 9.3 Arviointi sisäisellä standardilla

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

### 9.4 Lyhenteet

$\text{cpm}_{\text{pr}}$  = näytteiden laskentataajuuden keskiarvo, joka on laskettu mittausten kokonaisaikana

$\text{cpm}_{\text{NE}}$  = samalla tavoin laskettu taustakohinan laskentataajuuden keskiarvo

$\text{cpm}_{\text{IS}}$  = näytteiden laskentataajuus, sisäisen standardin kanssa

$\text{dpm}_{\text{IS}}$  = lisätyn sisäisen standardin määrä (kalibroitu radioaktiivisuus dpm)

V = käytettyjen näytteiden tilavuus, ml

F = puhtaan alkoholin pitoisuus grammoina/ml konsentraation mukaan

Z = hyötysuhdekerroin ulkoinen stadari/kanava -suhteen mukaan

1,918 = grammaa alkoholia/1 g hiiltä

## 10 MENETELMÄN LUOTETTAVUUS

### 10.1 Toistettavuus

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

## 10.2 Uusittavuus

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

---