

**RÈGLEMENT (CE) N° 625/2003 DE LA COMMISSION**  
**du 2 avril 2003**

**modifiant le règlement (CE) n° 1623/2000 fixant les modalités d'application du règlement (CE) n° 1493/1999 du Conseil portant organisation commune du marché vitivinicole, en ce qui concerne les mécanismes de marché**

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu le règlement (CE) n° 1493/1999 du Conseil du 17 mai 1999 portant organisation commune du marché vitivinicole <sup>(1)</sup>, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 2585/2001 <sup>(2)</sup>, et notamment ses articles 26, 33 et 36,

considérant ce qui suit:

- (1) Le chapitre I du titre I du règlement (CE) n° 1623/2000 de la Commission <sup>(3)</sup>, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 1795/2002 <sup>(4)</sup>, établit les modalités du régime d'aides en faveur de l'utilisation de raisins, de moûts de raisins, de moûts de raisins concentrés ou de moûts de raisins concentrés rectifiés. Sur la base de l'expérience acquise, il y a lieu de préciser davantage les produits comestibles non admis sous ce régime, d'alléger les charges administratives imposées aux utilisateurs et transformateurs des jus et d'introduire des mesures adéquates de contrôle de l'utilisation du jus. Le taux des quantités des produits comestibles qui doivent être soumises aux mesures de contrôle doit être plus élevé que dans d'autres domaines parce que le produit est fréquemment utilisé dans un autre État membre que celui où les aides sont payées.
- (2) Dans le cadre de l'aide à l'utilisation de moûts en vue de l'augmentation du titre alcoométrique des produits viticoles, il est nécessaire de corriger la référence relative à la méthode de détermination du titre alcoométrique. Afin de faciliter les tâches des États membres, il convient de leur confier l'administration des demandes d'aide. Il convient également, afin de pouvoir effectuer un contrôle détaillé et efficace, de préciser les modalités de ce contrôle.
- (3) Afin d'assurer un traitement comparable des cas litigieux, une harmonisation des dispositions concernant le paiement des aides prévues dans les différents régimes d'aide couverts par le règlement (CE) n° 1623/2000 s'avère nécessaire.
- (4) Afin de pouvoir effectuer un contrôle détaillé et efficace en ce qui concerne des aides au stockage privé des vins, il convient de préciser les modalités de contrôle et de préciser les marges de tolérance admises pour la vérification du degré alcoométrique des moûts de raisins, des moûts de raisins concentrés et des moûts de raisins concentrés rectifiés. Pour faciliter le paiement des avances dans le cadre de cette mesure, il est nécessaire d'en changer la procédure administrative.
- (5) En ce qui concerne le régime de distillation des sous-produits de la vinification, il est équitable de moduler le niveau des aides et des prix en fonction du type de sous-produits et de supprimer en conséquence l'aide forfaitaire et le prix forfaitaire. De plus, afin de répondre aux changements structurels du secteur, il y a lieu de permettre aux États membres concernés d'étendre la dérogation relative à l'obligation de livraison des sous-produits à la distillation à certaines catégories de producteurs.
- (6) Au cas où un État membre décide de moduler le prix d'achat du vin au producteur en fonction du rendement dans le cadre de la distillation visée à l'article 28 du règlement (CE) n° 1493/1999, une prolongation du délai de versement de l'aide au distillateur doit être possible.
- (7) Afin de garantir un déroulement correct des transactions financières dans le cadre d'une distillation de crise, visée à l'article 30 du règlement (CE) n° 1493/1999, il convient de confirmer que l'avance au distillateur sur le prix à lui payer par l'organisme d'intervention est assimilée aux aides prévues pour les autres distillations.
- (8) En ce qui concerne toutes les mesures de distillation, il y a lieu de supprimer la disposition relative à l'utilisation d'une partie du vin contrôlé comme devant être représentative de la totalité du vin livré à la distillation. Il convient également d'inclure les avances payées pour la distillation de crise et assimilées aux aides dans le système de sanctions, et de prévoir un même mécanisme pour toutes les différentes distillations permettant de garantir le prix minimal d'achat du vin au producteur en cas de défaillance du distillateur.
- (9) En vertu de l'expérience acquise, il convient d'adapter les modalités d'écoulement de l'alcool obtenu par les différentes distillations et détenu par les organismes d'intervention. Dès lors, il s'avère nécessaire de fixer cas par cas les délais d'enlèvement physique de l'alcool pour des quantités importantes. Afin d'accroître les possibilités de débouchés, il est nécessaire d'abandonner les limitations géographiques existantes pour la vente d'alcool. De plus, il convient de préciser les conditions de contrôle de la destination de l'alcool utilisé dans le secteur des carburants.
- (10) Étant donné que la gestion des mesures d'intervention nécessite la communication à la Commission de nombreuses informations par les États membres, il y a lieu d'en établir les modalités.
- (11) Il y a lieu de modifier le règlement (CE) n° 1623/2000 en conséquence.

<sup>(1)</sup> JO L 179 du 14.7.1999, p. 1.

<sup>(2)</sup> JO L 345 du 29.12.2001, p. 10.

<sup>(3)</sup> JO L 194 du 31.7.2000, p. 45.

<sup>(4)</sup> JO L 272 du 10.10.2002, p. 15.

- (12) Certaines modifications visent à clarifier les dispositions existantes ou à apporter certaines précisions et sont favorables aux opérateurs du marché. Elles doivent donc s'appliquer avec effet rétroactif.
- (13) D'autres modifications visent à améliorer les conditions régissant les actions isolées d'écoulement d'alcool. Elles doivent donc s'appliquer dès la publication de ce règlement.
- (14) La grande majorité des modifications prévoient des changements techniques relatifs aux mesures de gestion du marché. Afin de ne pas perturber le déroulement de l'actuelle campagne, ces dernières modifications doivent être applicables à partir de la prochaine campagne vitivinicole.
- (15) Les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du comité de gestion des vins,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

#### Article premier

Le règlement (CE) n° 1623/2000 est modifié comme suit:

- 1) le chapitre I du titre I est remplacé par le texte suivant:

«CHAPITRE I

#### ÉLABORATION DE JUS DE RAISIN

##### Article 3

#### Objet de l'aide

L'aide en vertu de l'article 35, paragraphe 1, point a), du règlement (CE) n° 1493/1999 est octroyée aux transformateurs:

- a) qui, étant eux-mêmes producteurs ou producteurs associés, transforment ou font transformer les raisins issus de leur récolte ainsi que le moût de raisins et le moût de raisins concentré obtenus entièrement à partir de leur récolte de raisins en jus de raisin, ou
- b) qui achètent directement ou indirectement aux producteurs ou aux producteurs associés les raisins produits dans la Communauté ainsi que le moût de raisins et le moût de raisins concentré, en vue de les transformer en jus de raisin.

Le moût de raisins et le moût de raisins concentré utilisés doivent provenir de raisins produits dans la Communauté.

##### Article 4

#### Élaboration d'autres produits comestibles à partir de jus de raisin

Le jus de raisin ou jus de raisin concentré obtenu peut être transformé en tout produit comestible autre que les produits issus de la vinification visés à l'annexe I du règlement (CE) n° 1493/1999 ou les produits visés à l'article 35, paragraphe 1, points b) et c), dudit règlement.

##### Article 5

#### Exigences techniques relatives aux produits

1. Les matières premières pour l'élaboration de jus de raisin visées à l'article 3 doivent être de qualité saine, loyale, marchande et propres à la transformation en jus de raisin.
2. Les moûts de raisins mis en œuvre ainsi que les moûts issus des raisins mis en œuvre doivent avoir une masse volumique, à 20 degrés Celsius, comprise entre 1,055 et 1,100 gramme par centimètre cube.
3. Lors de l'utilisation pour l'élaboration de produits comestibles, le jus de raisin doit être conforme à la directive 2001/112/CEE du Conseil (\*).

##### Article 6

#### Modalités administratives imposées aux transformateurs en vue de contrôle

1. Le transformateur qui procède à des opérations d'élaboration de jus de raisin tout au long de la campagne présente à l'autorité compétente de l'État membre, avant le début de chaque campagne, un programme de transformation en jus de raisin. Lorsque le transformateur entreprend pour la première fois l'activité d'élaboration de jus de raisin après le début de la campagne, le programme doit être établi avant le commencement de cette activité.

Le programme de transformation comprend les éléments suivants:

- a) la nature des matières premières destinées à la transformation (raisins, moût de raisins ou moût de raisins concentré);
- b) le lieu de stockage des moûts de raisins et des moûts de raisins concentrés destinés à la transformation;
- c) le lieu où sera effectuée la transformation.

2. Le transformateur qui ne procède à des opérations d'élaboration de jus de raisin qu'à des dates définies présente à l'autorité compétente de l'État membre, au moins trois jours ouvrables avant le début de ces opérations, une déclaration de transformation.

La déclaration de transformation comprend les éléments suivants:

- a) les informations requises au paragraphe 1, deuxième alinéa;
- b) la quantité de raisins ou de moût de raisins ou de moût de raisins concentré prévue pour la transformation;
- c) la masse volumique des moûts de raisins et des moûts de raisins concentrés;
- d) la date du début des opérations de transformation et la durée prévisible de celles-ci.

La déclaration doit porter sur une quantité minimale de:

- a) 1,3 tonne pour les raisins;
- b) 10 hectolitres pour les moûts de raisins;
- c) 3 hectolitres pour les moûts de raisins concentrés.

3. En plus des informations visées aux paragraphes 1 et 2, les États membres peuvent demander aux transformateurs des informations complémentaires.

4. L'autorité compétente de l'État membre vise les programmes ou déclarations prévus aux paragraphes 1 et 2 et en renvoie copie au transformateur.

5. Par dérogation aux paragraphes 1, 2 et 3, les États membres peuvent prévoir des procédures simplifiées en ce qui concerne le transformateur n'utilisant par campagne qu'une quantité maximale de 5 tonnes de raisins ou de 40 hectolitres de moûts de raisins ou de 12 hectolitres de moûts de raisins concentrés.

6. Le transformateur tient une comptabilité "matières". Celle-ci contient les éléments suivants tirés des documents d'accompagnement ou des registres visés à l'article 70 du règlement (CE) n° 1493/1999:

- a) la quantité et la masse volumique des matières premières entrées quotidiennement dans ses installations, et, le cas échéant, le nom et l'adresse du vendeur;
- b) la quantité et la masse volumique des matières premières mises en œuvre quotidiennement;
- c) la quantité de jus de raisin produite quotidiennement;
- d) la quantité de jus de raisin sortie quotidiennement de ses installations ainsi que le nom et l'adresse du destinataire ou la quantité de jus de raisin utilisée quotidiennement par lui-même.

Les pièces justificatives de la comptabilité "matières" sont mises à la disposition des instances de contrôle lors de toute vérification.

#### Article 7

#### Modalités administratives imposées aux utilisateurs en vue du contrôle

1. Aux fins du présent chapitre, on entend par "utilisateur" tout opérateur qui exécute une des opérations suivantes: embouteiller, emballer ou conditionner le jus de raisin ou le jus de raisin concentré, stocker en vue de la vente à une ou plusieurs entreprises chargées des opérations qui précèdent ou suivent, ou préparer à partir de ce jus d'autres produits comestibles.

Ces opérations peuvent également être exécutées par le transformateur visé à l'article 3.

2. L'utilisateur présente à l'autorité compétente du lieu de déchargement un engagement écrit de ne pas transformer le jus de raisin en produits issus de la vinification visés à l'annexe I du règlement (CE) n° 1493/1999 ou en produits visés à l'article 35, paragraphe 1, points b) et c), dudit règlement.

Les États membres établissent les conditions relatives à la soumission de cet engagement. Toutefois, l'engagement doit être présenté avant l'utilisation du jus de raisin ou du jus de raisin concentré, et au plus tard quatre mois après l'introduction de la demande d'aide visée à l'article 8 du présent règlement.

L'exportation est considérée comme compatible avec cet engagement.

3. Lorsque le jus de raisin est expédié dans la Communauté par un transformateur à un utilisateur:

- a) le transformateur indique sur le document d'accompagnement visé à l'article 70, paragraphe 1, du règlement (CE) n° 1493/1999 si l'élaboration de jus de raisin a déjà fait ou fera l'objet d'une demande d'aide de sa part, ainsi que la date effective ou prévue d'introduction de cette demande;
- b) l'utilisateur envoie ce document d'accompagnement à l'autorité compétente du lieu de déchargement, au plus tard quinze jours après la réception du produit;
- c) au cas où un utilisateur réexpédie le jus qu'il a reçu à un autre opérateur à l'intérieur de la Communauté, il s'assure de la signature de l'engagement écrit de cet autre opérateur et le présente à l'autorité compétente dans le délai visé au paragraphe 2, deuxième alinéa;
- d) après avoir reçu cet engagement écrit, l'autorité compétente appose son visa sur le document d'accompagnement et renvoie la copie du document d'accompagnement visé au transformateur du jus de raisin en cause, au plus tard trente jours après la réception de l'engagement.

4. En application de l'article 2 du règlement (CE) n° 2729/2000 de la Commission (\*\*), sur la base d'une analyse de risque, les autorités compétentes effectuent pendant la campagne des contrôles par sondages afin de s'assurer que l'engagement visé au paragraphe 2 du présent article est respecté. Les contrôles représentent au moins 10 % des quantités concernées par des demandes de visa sur les documents d'accompagnement, prévues au paragraphe 3, point d), du présent article, reçues pendant la campagne précédente.

#### Article 8

#### Demande d'aide

1. Le transformateur visé à l'article 6, paragraphe 1, introduit la demande d'aide auprès de l'autorité compétente de l'État membre au plus tard six mois après la fin de la campagne. Celle-ci est accompagnée des documents suivants:

- a) une copie du programme de transformation visé;
- b) une copie de la documentation comptable visée à l'article 6, paragraphe 6, ou un récapitulatif de celle-ci; les États membres peuvent exiger que cette copie ou ce récapitulatif soit visé par une instance de contrôle.

Les États membres peuvent exiger des documents supplémentaires.

2. Le transformateur visé à l'article 6, paragraphe 2, présente la demande d'aide à l'autorité compétente de l'État membre au plus tard six mois après la fin des opérations de transformation. Celle-ci est accompagnée des documents suivants:

- a) une copie de la déclaration de transformation visée;
- b) une copie de la documentation comptable visée à l'article 6, paragraphe 6, ou un récapitulatif de celle-ci; les États membres peuvent exiger que cette copie ou ce récapitulatif soit visé par une instance de contrôle.

La demande d'aide indique la quantité de matières premières effectivement transformée et le jour où les opérations de transformation ont pris fin.

3. Le transformateur concerné présente à l'autorité compétente de l'État membre, au plus tard six mois après l'introduction de la demande d'aide:

- a) la copie du document d'accompagnement visé par l'autorité compétente, prévu à l'article 7, paragraphe 3, point d);
- b) la copie du document d'accompagnement comportant le cachet de la douane authentifiant l'exportation.

4. Par dérogation aux paragraphes 1 et 2, les États membres peuvent prévoir des procédures simplifiées en ce qui concerne le transformateur qui n'utilise par campagne qu'une quantité maximale de 5 tonnes de raisins ou de 40 hectolitres de moûts de raisins ou de 12 hectolitres de moûts de raisins concentrés. Ces procédures doivent être terminées au plus tard six mois après la fin de la campagne.

#### Article 9

##### Montants et modalités de l'aide

1. Les aides à l'utilisation de raisins, de moût de raisins, et de moûts de raisins concentrés sont fixées par unité de quantité de la matière première effectivement utilisée comme suit:

- a) pour les raisins: 4,952 euros par 100 kilos;
- b) pour les moûts de raisins: 6,193 euros par hectolitre;
- c) pour les moûts de raisins concentrés: 21,655 euros par hectolitre.

2. Sauf en cas de force majeure, aucune aide n'est due pour les quantités de matières premières qui dépassent le rapport suivant entre la matière première et le jus de raisin obtenu:

- a) 1,3 en ce qui concerne les raisins en 100 kilos par hectolitre;
- b) 1,05 en ce qui concerne les moûts en hectolitre par hectolitre;
- c) 0,30 en ce qui concerne les moûts concentrés en hectolitre par hectolitre.

En cas d'obtention de jus de raisin concentré, ces coefficients sont multipliés par 5.

#### Article 10

##### Païement de l'aide

L'autorité compétente paie l'aide dans un délai de trois mois à compter du jour de la présentation de la documentation requise visée à l'article 8.

#### Article 11

##### Octroi d'une avance

1. Le transformateur peut demander qu'un montant égal au montant de l'aide visé à l'article 9, calculé pour les matières premières pour lesquelles il fournit la preuve qu'elles sont entrées dans ses installations, lui soit avancé à condition qu'il ait constitué une garantie en faveur de l'autorité compétente. Cette garantie est égale à 120 % dudit montant.

2. L'avance est versée par l'autorité compétente dans les trois mois qui suivent la présentation de la preuve de la constitution de la garantie. Toutefois, l'avance n'est pas versée avant le 1<sup>er</sup> janvier de la campagne en cause.

3. Après vérification par l'autorité compétente de la documentation requise visée à l'article 8 du présent règlement, la garantie visée au paragraphe 1 du présent article est libérée en tout ou en partie, suivant la procédure prévue à l'article 19 du règlement (CEE) n° 2220/85.

#### Article 11 bis

##### Sanctions et cas de force majeure

1. En cas de retard de la présentation de la documentation requise, visée à l'article 8, par le transformateur dans un délai de six mois à compter de l'expiration du délai visé audit article, l'aide est diminuée de 30 %.

En cas de retard de la présentation de ladite documentation par le transformateur dans un délai supérieur à six mois, aucune aide n'est due.

2. Si un contrôle fait ressortir un non-respect par l'utilisateur des engagements visés à l'article 7, paragraphes 2 et 3, l'aide est récupérée auprès du transformateur. Si l'utilisateur réside dans un État membre autre que celui où réside le transformateur, l'État membre concerné communique ce non-respect sans délai à l'État membre où le transformateur réside.

3. Sauf en cas de force majeure, s'il est constaté un non-respect des obligations qui incombent au transformateur en vertu du présent chapitre, autres que l'obligation de transformer en jus de raisin les matières premières faisant l'objet de la demande d'aide, l'aide est diminuée. L'État membre concerné établit le niveau de la diminution.

4. Si la quantité de la matière première réellement mise en œuvre est comprise entre 95 et 99,9 % de la quantité pour laquelle l'avance a été versée, la garantie visée à l'article 11 reste acquise pour la partie qui n'a pas été transformée au cours de la campagne.

Sauf en cas de force majeure, si la quantité de matière première réellement mise en œuvre est inférieure à 95 % de la quantité pour laquelle l'avance a été versée, la totalité de ladite garantie reste acquise.

5. En cas de force majeure, l'autorité compétente de l'État membre détermine les mesures qu'elle juge appropriées en fonction des motifs invoqués. Elle en informe la Commission.

(\*) JO L 10 du 12.1.2002, p. 58.

(\*\*) JO L 316 du 15.12.2000, p. 16.»;

2) à l'article 13, le paragraphe 2 est remplacé par le texte suivant:

«2. Le titre alcoométrique en puissance des produits visés au paragraphe 1 est déterminé en appliquant les données du tableau de correspondance figurant à l'annexe I du présent règlement aux indications chiffrées fournies à la température de 20 °C par le réfractomètre, utilisé selon la méthode visée à l'annexe du règlement (CEE) n° 558/93 de la Commission (\*).

Une tolérance de 0,2 est admise lors des contrôles par les autorités compétentes.

(\*) JO L 58 du 11.3.1993, p. 50.»;

3) à l'article 14, le troisième alinéa suivant est ajouté:

«Toutefois, les États membres peuvent prévoir la possibilité de présenter plusieurs demandes d'aides portant sur une partie des opérations d'augmentation de titre alcoométrique.»;

4) l'article 14 bis suivant est inséré:

«Article 14 bis

#### **Contrôles**

1. Les autorités compétentes des États membres prennent toutes les mesures pour assurer les contrôles nécessaires afin de vérifier notamment l'identité et le volume du produit utilisé pour l'opération d'augmentation de titre alcoométrique ainsi que le respect des dispositions de l'annexe V, points C et D, du règlement (CE) n° 1493/1999.

2. Les producteurs sont tenus de permettre à tout moment le contrôle visé au paragraphe 1.»;

5) l'article 16 est remplacé par le texte suivant:

«Article 16

#### **Paiement de l'aide**

L'autorité compétente paie l'aide au plus tard le 31 août suivant la fin de la campagne en cours.»;

6) à l'article 29, paragraphe 1, le point c) est remplacé par le texte suivant:

«c) l'indication chiffrée fournie à la température de 20 °C par le réfractomètre, utilisé selon la méthode visée à l'annexe du règlement (CEE) n° 558/93. Une tolérance est admise. Celle-ci est de 0,5 pour les moûts de raisins et de 1 pour les moûts de raisins concentrés et les moûts de raisins concentrés rectifiés.»;

7) à l'article 34, le paragraphe 2 est remplacé par le texte suivant:

«2. Sans préjudice du paragraphe 6, les produits faisant l'objet du contrat ne peuvent être soumis qu'aux traitements ou aux procédés œnologiques nécessaires à leur

bonne conservation. Une variation de volume inscrit dans le contrat est admise. Celle-ci est de 2 % pour les vins et de 3 % pour les moûts de raisins, les moûts de raisins concentrés et les moûts de raisins concentrés rectifiés. Lorsqu'il y a changement de cuves, la variation admise est portée à 3 % et 4 % respectivement.»;

8) l'article 35 bis suivant est inséré:

«Article 35 bis

#### **Contrôles**

1. Les autorités compétentes des États membres prennent toutes les mesures pour assurer les contrôles nécessaires afin de vérifier notamment l'identité et le volume du produit faisant l'objet du contrat ainsi que le respect des dispositions de l'article 34.

2. Les producteurs sont tenus de permettre à tout moment le contrôle visé au paragraphe 1.»;

9) l'article 37 est remplacé par le texte suivant:

«Article 37

#### **Paiement de l'aide**

1. L'autorité compétente paie l'aide dans un délai de trois mois à compter du jour de la date d'échéance du contrat de stockage.

2. Dans le cas où il a été mis fin au contrat conformément aux articles 33 ou 35, l'aide est due au prorata de la durée effective du contrat. L'autorité compétente paie l'aide dans un délai de trois mois à compter du jour auquel il a été mis fin au contrat.»;

10) l'article 38 est remplacé par le texte suivant:

«Article 38

#### **Octroi d'une avance**

1. Le producteur peut demander qu'une avance lui soit accordée à condition qu'il ait constitué une garantie égale à 120 % du montant de l'avance en faveur de l'autorité compétente. Sans préjudice de l'article 32, le montant de l'avance est calculé sur la base du montant de l'aide pour le produit en cause, visée à l'article 25.

2. L'avance est versée par l'autorité compétente dans les trois mois qui suivent la présentation de la preuve de la constitution de la garantie.

3. Dès que l'aide est versée par l'autorité compétente, la garantie visée au paragraphe 1 est libérée.

Dans le cas où, conformément à l'article 36, paragraphe 1, point a), l'aide n'est pas due, la garantie reste acquise en totalité.

Dans les cas où l'application de l'article 36, paragraphe 1, point b), conduit à une détermination du montant de l'aide à un niveau inférieur au montant de l'avance déjà versé, le montant de la garantie est diminué de 120 % du montant versé en dépassement de l'aide due. La garantie ainsi diminuée est libérée au plus tard trois mois après le jour de l'expiration du contrat.

Les États membres procèdent aux ajustements nécessaires, en cas d'application de la clause prévue à l'article 29, paragraphe 5, point i).»;

- 11) à l'article 43, le troisième alinéa est remplacé par le texte suivant:

«Les États membres prennent, dans le cadre de l'application des distillations visées au présent titre, les mesures nécessaires en vue d'assurer le respect de l'obligation visée au deuxième alinéa.»;

- 12) l'article 45 est modifié comme suit:

- a) au paragraphe 1, le deuxième alinéa suivant est inséré:

«Les États membres peuvent prévoir que cette livraison doit être effectuée avant la date visée au premier alinéa.»;

- b) le paragraphe 2 est supprimé;

- 13) à l'article 46, paragraphe 3, le point a) ii) est remplacé par le texte suivant:

«ii) en zone viticole C: 2 litres d'alcool pur acquis ou en puissance par 100 kilos lorsqu'ils sont issus des variétés figurant dans le classement des variétés de vignes pour l'unité administrative en cause autres qu'en tant que raisins de cuve; 2,8 litres d'alcool pur acquis ou en puissance par 100 kilos lorsqu'ils sont issus de variété figurant dans le classement pour l'unité administrative en cause, uniquement en tant que variétés à raisins de cuve;»

- 14) l'article 48 est remplacé par le texte suivant:

«Article 48

#### Aide à verser au distillateur

1. Le montant de l'aide visée à l'article 27, paragraphe 11, point a), du règlement (CE) n° 1493/1999 est fixé par % vol. d'alcool et par hectolitre de produits issu de la distillation:

- a) pour l'alcool neutre:

— obtenu des marcs: 0,8453 euro,  
— obtenu des vins et des lies: 0,4106 euro;

- b) pour l'eau-de-vie de marcs, le distillat et l'alcool brut issus des marcs ayant un titre alcoométrique d'au moins 52 % vol.: 0,3985 euro;

- c) pour l'eau-de-vie de vins et l'alcool brut obtenu des vins et des lies: 0,2777 euro.

Dans le cas où le distillateur fournit la preuve que le distillat ou l'alcool brut obtenu par distillation de marcs a été utilisé autrement qu'en tant qu'eau-de-vie de marcs, un montant supplémentaire de 0,3139 euro par % vol. d'alcool et par hectolitre lui est versé.

2. Aucune aide n'est due pour les quantités de vin livré à la distillation dépassant de plus de 2 % l'obligation du producteur visée à l'article 45.»;

- 15) l'article 49 est modifié comme suit:

- a) le paragraphe 2 est remplacé par le texte suivant:

«2. Les producteurs qui, au cours de la campagne viticole en question, ne dépassent pas un niveau de production de vin ou de moûts de 25 hectolitres, obtenu par eux-mêmes dans leurs installations individuelles peuvent ne pas livrer.»;

- b) le paragraphe 4 suivant est ajouté:

«4. En application de l'article 27, paragraphe 8, du règlement (CE) n° 1493/1999, les États membres peuvent prévoir, pour la totalité ou une partie de leur territoire, que les producteurs ne dépassant pas un niveau de production à définir et obtenu par eux-mêmes dans leurs installations individuelles peuvent s'acquitter de l'obligation de livraison des sous-produits visés aux paragraphes 3 et 6 dudit article par le retrait de ces produits sous contrôle. Toutefois, ce niveau de production ne peut pas dépasser 80 hectolitres de vin ou de moûts.»;

- 16) à l'article 58, le premier alinéa est remplacé par le texte suivant:

«Les producteurs assujettis à une des obligations de livraison visées aux articles 45 et 54 et ayant livré, au plus tard le 15 juillet de la campagne en cours, au moins 90 % de la quantité de produit correspondant à leur obligation peuvent remplir cette obligation en livrant la quantité résiduelle avant une date à fixer par l'autorité compétente de l'État membre. Celle-ci ne peut pas être postérieure au 31 juillet de la campagne suivante.»;

- 17) l'article 60 est modifié comme suit:

- a) au paragraphe 5, le deuxième alinéa suivant est ajouté:

«Pour la distillation visée à l'article 28 du règlement (CE) n° 1493/1999, et dans le cas de la mise en œuvre par l'État membre de la modulation du prix d'achat en fonction du rendement à l'hectare prévue à l'article 55, paragraphe 2, le délai visé au premier alinéa est de sept mois.»;

- b) le paragraphe 6 est supprimé;

- 18) l'article 62 est modifié comme suit:

- a) le paragraphe 2 est remplacé par le texte suivant:

«2. Le prix à payer au distillateur par l'autorité compétente pour le produit livré est fixé par % vol. d'alcool et par hectolitre de la manière suivante:

- a) en ce qui concerne la distillation visée à l'article 27 du règlement (CE) n° 1493/1999:

— prix pour l'alcool brut obtenu de marcs: 1,872 euro,

— prix pour l'alcool brut obtenu de vin et de lies: 1,437 euro;

- b) en ce qui concerne la distillation visée à l'article 28 du règlement (CE) n° 1493/1999:

— prix pour l'alcool brut obtenu des vins: 1,799 euro.

Lorsque l'alcool est stocké dans les installations où il a été obtenu, ces prix sont diminués de 0,5 euro par hectolitre du produit.»;

- b) le paragraphe 3 est supprimé;

19) à l'article 67, paragraphe 1, le troisième alinéa suivant est ajouté:

«L'avance au distillateur sur le prix à lui payer par l'organisme d'intervention, qui peut être prévue dans le cadre de l'application de la distillation visé à l'article 30 du règlement (CE) n° 1493/1999, est assimilée aux aides visées au deuxième alinéa.»;

20) à l'article 73, le paragraphe 2 est supprimé;

21) l'article 74 est modifié comme suit:

a) le paragraphe 4 est remplacé par le texte suivant:

«4. L'organisme d'intervention recouvre auprès du producteur la totalité ou une partie d'un montant égal à l'aide ou à l'avance qu'il est prévu de verser au distillateur, lorsque le producteur ne satisfait pas aux conditions prévues par les dispositions communautaires pour la distillation en question pour une des raisons suivantes:

a) le producteur n'a pas présenté la déclaration de récolte, de production ou de stock dans les délais fixés;

b) le producteur a présenté une déclaration de récolte de production ou de stock reconnue comme incomplète ou inexacte par l'autorité compétente de l'État membre et les données manquantes ou inexactes sont essentielles pour l'application de la mesure en question;

c) le producteur n'a pas satisfait aux obligations fixées à l'article 37 du règlement (CE) n° 1493/1999 et la violation a été constatée ou notifiée au distillateur après le paiement du prix minimal effectué sur la base de déclarations précédentes.

Dans le cas prévu au premier alinéa, point a), le montant à recouvrer est déterminé conformément aux règles fixées à l'article 12 du règlement (CE) n° 1282/2001 de la Commission (\*).

Dans le cas prévu au premier alinéa, point b), le montant à recouvrer est déterminé conformément aux règles fixées à l'article 13 du règlement (CE) n° 1282/2001.

Dans le cas prévu au premier alinéa, point c), le montant à recouvrer est la totalité de l'aide ou de l'avance versée au distillateur.

(\*) JO L 176 du 29.6.2001, p. 14.»

b) le paragraphe 5 suivant est ajouté:

«5. S'il est constaté que le distillateur n'a pas payé le prix d'achat au producteur dans le délai visé à l'article 65, paragraphe 7, l'organisme d'intervention verse au producteur, avant le 1<sup>er</sup> juin suivant la campagne en cause, un montant égal à l'aide ou à l'avance, le cas échéant, par l'intermédiaire de l'organisme d'intervention de l'État membre du producteur. Dans ce cas, aucune aide ou avance n'est due au distillateur.»;

22) l'article 86 est remplacé par le texte suivant:

«Article 86

### Ouverture de l'adjudication

La Commission, selon la procédure prévue à l'article 75 du règlement (CE) n° 1493/1999, peut procéder à l'ouverture,

par trimestre, d'une ou plusieurs adjudications pour exportation à destination de certains pays tiers pour usage final exclusif dans le secteur des carburants. L'alcool en question doit être importé et déshydraté dans un pays tiers et être utilisé uniquement dans le secteur des carburants dans un pays tiers.»;

23) l'article 91 est modifié comme suit:

a) au paragraphe 7, le troisième alinéa est remplacé par le texte suivant:

«Le bon d'enlèvement indique la date limite à laquelle l'enlèvement physique des alcools des entrepôts de stockage de l'organisme d'intervention concerné doit être effectué. Le délai pour l'enlèvement ne peut être supérieur à huit jours à partir de la date de délivrance du bon d'enlèvement. Toutefois, lorsque le bon d'enlèvement porte sur plus de 25 000 hectolitres, ce délai peut être supérieur à huit jours, sans pouvoir dépasser quinze jours.»

b) le paragraphe 10 est remplacé par le texte suivant:

«10. L'enlèvement physique de l'alcool des entrepôts de stockage de chaque organisme d'intervention concerné doit se faire dans un délai à fixer selon la procédure prévue à l'article 75 du règlement (CE) n° 1493/1999 lors de l'ouverture d'une adjudication.»;

24) à l'article 93, le paragraphe 6 est remplacé par le texte suivant:

«6. L'enlèvement physique de l'alcool des entrepôts de stockage de chaque organisme d'intervention concerné doit se faire dans un délai à fixer selon la procédure prévue à l'article 75 du règlement (CE) n° 1493/1999 lors de l'ouverture d'une vente publique.»;

25) à l'article 95, le paragraphe 3 est supprimé;

26) à l'article 101, le paragraphe 4 suivant est ajouté:

«4. Sans préjudice du paragraphe 1, quand l'alcool est écoulé pour usage exclusif dans le secteur des carburants dans les pays tiers, les contrôles relatifs à son utilisation effective sont réalisés jusqu'au moment du mélange de cet alcool avec un dénaturant dans le pays de destination.

Pour l'écoulement de l'alcool en vue d'une utilisation comme bio-éthanol dans la Communauté, ces contrôles sont réalisés jusqu'au moment de la réception de cet alcool par une entreprise pétrolière utilisant le bio-éthanol ou par une entreprise agréée visée à l'article 92 si la surveillance visée au troisième alinéa est assurée dès la réception de l'alcool vinique par ladite entreprise agréée.

Dans les cas prévus aux premier et deuxième alinéas, l'alcool en cause doit rester sous la surveillance d'un organisme officiel qui garantit son utilisation dans le secteur des carburants, en application d'un régime fiscal spécial qui impose cette utilisation finale.»;

27) l'article 102 bis suivant est inséré au titre IV:

«Article 102 bis

#### Dérogation aux délais de paiement

Par dérogation aux dispositions régissant les délais de paiement octroyés à l'autorité compétente des États membres en vertu du présent règlement, au cas où cette autorité a des doutes fondés concernant le droit au bénéfice de l'aide, elle effectue les contrôles nécessaires et le paiement n'intervient qu'après reconnaissance du droit à l'aide.»

28) l'article 103 est remplacé par le texte suivant:

«Article 103

#### Communications à la Commission

1. En ce qui concerne les aides au stockage privé des vins et moûts visées au chapitre I du titre III du règlement (CE) n° 1493/1999, les États membres communiquent:

- a) au plus tard le 31 décembre de la campagne suivant celle où les contrats sont conclus, les quantités de moût de raisins transformées en moûts de raisins concentrés ou en moûts de raisins concentrés rectifiés pendant la période de validité du contrat, ainsi que les quantités obtenues;
- b) au plus tard le 5 mars de la campagne en cours, les quantités de produits sous contrat le 16 février.

2. En ce qui concerne les distillations visées aux articles 27, 28 et 30 du règlement (CE) n° 1493/1999, les États membres communiquent à la fin des mois d'octobre, de décembre, de février, d'avril, de juin et d'août:

- a) les quantités de vin, de lies de vin et de vin viné distillé portant sur les deux mois précédents;
- b) les quantités d'alcool, ventilées en alcool neutre, alcool brut et eaux-de-vie:
  - produites durant la période précédente,
  - prises en charge par les organismes d'intervention durant la période précédente,
  - écoulées par les organismes d'intervention durant la période précédente, ainsi que la partie exportée de ces quantités et les prix de vente pratiqués,
  - détenues par les organismes d'intervention à la fin de la période précédente.

3. En ce qui concerne l'écoulement de l'alcool pris en charge par les organismes d'intervention visé à l'article 31 du règlement (CE) n° 1493/1999, les États membres communiquent à la fin de chaque mois:

- a) les quantités d'alcool physiquement enlevé pendant le mois précédent suite à une adjudication;
- b) les quantités d'alcool physiquement enlevé pendant le mois précédent suite à une vente publique.

4. En ce qui concerne la distillation visée à l'article 29 du règlement (CE) n° 1493/1999 les États membres communiquent à la fin de chaque mois:

- a) les quantités de vin distillées pendant le mois précédent;
- b) les quantités d'alcool ayant fait l'objet de l'aide accessoire pendant le mois précédent.

5. En ce qui concerne les aides aux moûts concentrés et moûts concentrés rectifiés utilisés pour l'enrichissement visées à l'article 34 du règlement (CE) n° 1493/1999, les États membres communiquent au plus tard le 31 décembre de la campagne suivant celle en cours:

- a) le nombre des producteurs qui ont reçu l'aide;
- b) les quantités des vins qui ont fait l'objet de l'enrichissement;
- c) les quantités de moûts de raisins concentrés et de moûts de raisins concentrés rectifiés utilisés à cette fin, exprimés en % vol. en puissance et par hectolitre et ventilées selon la zone viticole dont elles sont issues.

6. En ce qui concerne les aides pour l'élaboration de jus de raisin et d'autres produits comestibles à partir de ce jus de raisin visées à l'article 35, paragraphe 1, point a), du règlement (CE) n° 1493/1999, les États membres communiquent au plus tard le 30 avril pour la campagne précédente:

- a) les quantités de matières premières pour lesquelles une aide a été demandée, ventilées selon leur nature;
- b) les quantités de matières premières pour lesquelles une aide a été accordée, ventilées selon leur nature.

7. En ce qui concerne les aides à la fabrication de certains produits au Royaume-Uni et en Irlande visées à l'article 35, paragraphe 1, points b) et c), du règlement (CE) n° 1493/1999, les États membres communiquent au plus tard le 30 avril pour la campagne précédente:

- a) les quantités de moût de raisins et de moûts de raisins concentrés pour lesquelles une aide a été demandée, ventilées selon la zone viticole dont elles sont issues;
- b) les quantités de moût de raisins et de moûts de raisins concentrés pour lesquelles une aide a été accordée, ventilées selon la zone viticole dont elles sont issues;
- c) les prix payés pour le moût de raisins et les moûts de raisins concentrés par les élaborateurs et les opérateurs.

8. Les États membres communiquent:

- a) au plus tard le 30 avril pour la campagne précédente les cas où les distillateurs ou les élaborateurs de vin viné n'ont pas respecté leurs obligations et les mesures prises en conséquence;
- b) dix jours avant la fin de chaque trimestre les suites données aux demandes de recours à la clause de force majeure et les mesures adoptées à ce propos par les autorités compétentes, dans les cas visés au présent règlement.»



29) le titre de l'annexe I est remplacé par le texte suivant:

«Tableau de correspondance entre le titre alcoométrique en puissance et l'indication chiffrée fournie à la température de 20 °C par le réfractomètre, utilisé selon la méthode prévue à l'annexe du règlement (CEE) n° 558/93.»;

30) l'annexe IV est remplacée par le texte figurant à l'annexe du présent règlement.

*Article 2*

Le présent règlement entre en vigueur le jour de sa publication au *Journal officiel de l'Union européenne*.

L'article 1<sup>er</sup>, points 7, 16, 19, 20, 21 et 29, est applicable à partir du 1<sup>er</sup> août 2000.

L'article 1<sup>er</sup>, points 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 17, 18, 27 et 28, est applicable à partir du 1<sup>er</sup> août 2003.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 2 avril 2003.

*Par la Commission*

Franz FISCHLER

*Membre de la Commission*

---

## ANNEXE

## «ANNEXE IV

**MÉTHODE D'ANALYSE COMMUNAUTAIRE DE L'ALCOOL NEUTRE**

## I. GÉNÉRALITÉS

Pour l'application de la présente annexe:

- a) la limite de la répétabilité représente la valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité spécifiée, la valeur absolue de la différence de deux résultats individuels obtenus à partir de mesures effectuées dans les mêmes conditions (même opérateur, même appareil, même laboratoire et un court intervalle de temps);
- b) la limite de la reproductibilité représente la valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité spécifiée, la valeur absolue de la différence de deux résultats individuels obtenus dans des conditions différentes (opérateurs différents, appareillages différents, et/ou laboratoires différents, et/ou époques différentes).

Le terme "résultat individuel" est la valeur obtenue lorsque l'on applique, une fois complètement, la méthode d'essai normalisée sur un seul échantillon. En l'absence d'indication, la probabilité est de 95 %.

## II. MÉTHODES

**Introduction**

## 1. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON DESTINÉ À L'ANALYSE

## 1.1. Généralités

Le volume de l'échantillon destiné à l'analyse en laboratoire doit normalement être de 1,5 l, à moins qu'une détermination spécifique n'exige le prélèvement d'une plus grande quantité d'échantillon.

## 1.2. Préparation de l'échantillon

On veillera à homogénéiser l'échantillon avant de l'analyser.

## 1.3. Conservation

L'échantillon préparé devra toujours être placé dans un récipient étanche à l'air et à l'humidité et conservé dans des conditions permettant d'éviter toute détérioration: en particulier, les bouchons de liège, caoutchouc et plastique ne devraient pas être en contact direct avec l'alcool, et l'utilisation de cire est expressément interdite.

## 2. RÉACTIFS

## 2.1. Eau

2.1.1. Chaque fois qu'il est question d'utiliser de l'eau pour préparer une solution, pour diluer ou pour rincer, il convient d'utiliser de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée ayant une pureté au moins équivalente.

2.1.2. Chaque fois qu'il est question de "dissolution" ou de "dilution" sans indication complémentaire de réactif, il s'agit d'une solution aqueuse.

## 2.2. Produits chimiques

Sauf spécification contraire, tous les produits chimiques doivent être de la qualité requise des réactifs pour analyses.

## 3. APPAREILLAGE

## 3.1. Liste de l'appareillage

La liste de l'appareillage ne comporte que les appareils destinés à un usage spécifique et ceux répondant à une spécification particulière.

## 3.2. Balance d'analyses

On entend par balance d'analyses une balance de précision d'une sensibilité d'au moins 0,1 mg ou supérieure.

#### 4. EXPRESSION DES RÉSULTATS

##### 4.1. Résultats

Le résultat mentionné dans le rapport d'analyse représente la moyenne d'au moins deux déterminations ayant pu être réalisées avec une répétabilité (facteur r) satisfaisante.

##### 4.2. Calcul des résultats

Sauf spécification contraire, les résultats doivent être calculés en grammes par hectolitre d'éthanol à 100 % vol.

##### 4.3. Nombre de chiffres significatifs

Le résultat ne devra pas comporter plus de chiffres significatifs que ne l'autorise la précision de la méthode d'analyse utilisée.

### Méthode n° 1: détermination de la teneur en alcool

Le titre alcoométrique volumique de l'alcool est déterminé conformément aux dispositions nationales en vigueur ou, en cas de contestation, à l'aide d'alcoomètres et aéromètres définis dans la directive 76/765/CEE du Conseil du 27 juillet 1976 relative aux alcoomètres et aéromètres pour alcool <sup>(1)</sup>.

Le titre alcoométrique volumique est exprimé en pourcentage en volume conformément à la directive 76/766/CEE du Conseil du 27 juillet 1976 concernant le rapprochement des législations des États membres relatives aux tables alcoométriques <sup>(2)</sup>.

### Méthode n° 2: évaluation de la couleur et de la limpidité

#### 1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

La méthode permet d'évaluer la couleur et la limpidité de l'alcool neutre.

#### 2. DÉFINITION

On entend par couleur et limpidité, la couleur et la limpidité déterminées par la méthode spécifiée.

#### 3. PRINCIPE

La couleur et la limpidité sont évaluées visuellement, par comparaison avec de l'eau sur un fond blanc et un fond noir.

#### 4. APPAREILLAGE

Éprouvettes, incolores, d'au moins 40 cm de longueur.

#### 5. MODE OPÉRATOIRE

Placer deux éprouvettes (point 4) sur le fond blanc ou noir et introduire dans l'une des éprouvettes une quantité d'échantillon correspondant à une hauteur d'environ 40 cm; introduire de l'eau dans l'autre éprouvette jusqu'à la même hauteur.

Observer l'échantillon par le haut, c'est-à-dire selon l'axe longitudinal de l'éprouvette et le comparer au tube étalon.

<sup>(1)</sup> JO L 262 du 27.9.1976, p. 143.

<sup>(2)</sup> JO L 262 du 27.9.1976, p. 149.

## 6. INTERPRÉTATION

Évaluer la couleur et la limpidité de l'échantillon en l'observant de la manière décrite au point 5.

**Méthode n° 3: détermination du temps de décoloration d'une solution de permanganate**

## 1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

La méthode vise à déterminer le temps que met un alcool neutre pour décolorer une solution de permanganate.

## 2. DÉFINITION

Le temps de décoloration d'une solution de permanganate, déterminé par la méthode spécifiée, est le nombre de minutes nécessaires pour que la coloration de l'échantillon soit identique à celle de l'étalon après addition de 1 ml d'une solution de permanganate de potassium à 1 mmole/l à 10 ml d'échantillon.

## 3. PRINCIPE

On détermine le temps nécessaire pour que la teinte de l'échantillon, après addition d'une solution de permanganate de potassium, soit identique à celle de l'étalon, et ce temps est dit temps de décoloration d'une solution de permanganate.

## 4. RÉACTIFS

4.1. Solution de permanganate de potassium à 1 mmole/l; la solution doit être préparée extemporanément.

4.2. Solution colorante A (rouge)

— Peser avec précision 59,50 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,

— préparer un mélange composé de 25 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho^{20} = 1,19$  g/ml) et de 975 ml d'eau,

— introduire la quantité de chlorure de cobalt pesée et une partie du mélange HCl — eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml et ajouter le reste du mélange jusqu'au repère à une température de 20 °C.

4.3. Solution colorante B (jaune)

— Peser avec précision 45,00 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,

— préparer un mélange composé de 25 ml de HCl ( $\rho^{20} = 1,19$  g/ml) et de 975 ml d'eau puis procéder avec la quantité de chlorure ferreux comme pour la solution colorante A.

4.4. Étalon de coloration

Prélever à la pipette 13 ml de solution colorante A et 5,5 ml de solution colorante B et les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml puis ajouter, à une température de 20 °C, de l'eau jusqu'au repère.

*Remarque:*

À une température de 4 °C et à l'abri de la lumière, les solutions colorantes A et B peuvent être conservées plusieurs mois; l'étalon de coloration devrait être nouvellement préparé de temps en temps.

## 5. APPAREILLAGE

5.1. Tubes Nessler de 100 ml en verre transparent incolore gradués à 50 ml, avec bouchon de verre rodé ou tubes à essai, incolores, diamètre d'environ 20 mm.

5.2. Pipettes de 1, 2, 5, 10 et 50 ml.

5.3. Thermomètre pouvant aller jusqu'à 50 °C gradué en 0,1 ou 0,2 °C.

5.4. Balance pour analyses.

5.5. Bain thermostatique à  $20 \pm 0,5$  °C.

5.6. Fioles jaugées de 1 000 et de 100 ml avec bouchon de verre rodé.

## 6. MODE OPÉRATOIRE

- 6.1. — prélever à la pipette 10 ml d'échantillon dans un tube à essai ou 50 ml dans un tube Nessler,  
— placer dans un bain thermostatique à 20 °C,  
— ajouter 1 ou 5 ml, suivant la quantité d'échantillon utilisée d'une solution de  $\text{KMnO}_4$ , à 1 mmole/l mélanger et laisser dans le bain thermostatique à 20 °C,  
— noter l'heure de début,  
— mettre à l'aide d'une pipette 10 ml de solution étalon dans un tube à essai de diamètre identique ou 50 ml de solution étalon dans un tube Nessler,  
— observer le changement de teinte de l'échantillon et la comparer de temps en temps avec l'étalon de couleur contre un fond blanc,  
— lorsque la couleur de l'échantillon est identique à la solution étalon, déterminer le temps qui s'est écoulé.

### Remarque:

La solution analysée ne doit pas être exposée à l'action directe des rayons solaires pendant la durée de l'essai.

## 7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 7.1. Interprétation

Le temps de décoloration est le temps nécessaire pour que la teinte du tube contenant l'échantillon devienne identique à celle du tube contenant l'étalon. Pour un alcool neutre cette durée doit être au moins égale à 18 minutes à la température de 20 °C.

### 7.2. Répétabilité

La différence entre les temps de décoloration de deux essais pratiqués simultanément ou en succession rapide sur le même échantillon par le même analyste dans des conditions identiques ne doit pas excéder 2 minutes.

## 8. NOTES

- 8.1. Des traces de dioxyde de manganèse ont un effet catalyseur sur la réaction: s'assurer que les pipettes et les tubes à essai utilisés ont été soigneusement nettoyés et qu'ils n'ont été utilisés qu'à cet effet. Les nettoyer avec de l'acide chlorhydrique et les rincer soigneusement avec de l'eau; le verre ne doit porter aucune trace de coloration brune.
- 8.2. Il convient de contrôler soigneusement la qualité de l'eau utilisée pour préparer la solution de permanganate diluée (4.1); elle ne doit pas absorber de permanganate. S'il est impossible d'obtenir la qualité requise, il convient de faire bouillir de l'eau distillée et d'y ajouter une faible quantité de permanganate de manière à obtenir une très légère coloration rose. Cette solution doit alors être refroidie pour être utilisée pour la dilution.
- 8.3. Pour certains échantillons, la décoloration peut se produire sans passer par la nuance exacte de la solution de référence.
- 8.4. L'essai au permanganate peut être faussé si l'échantillon d'alcool à analyser n'a pas été stocké dans un flacon en verre parfaitement propre, fermé par un bouchon de verre rodé qui a été rincé à l'alcool ou par un autre bouchon enveloppé d'étain ou d'aluminium.

## Méthode n° 4: détermination de la teneur en aldéhydes

### 1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

La méthode consiste à déterminer la teneur en aldéhydes de l'alcool neutre, exprimée en acétaldéhyde.

### 2. DÉFINITION

La teneur en aldéhydes, exprimée en acétaldéhyde, est celle déterminée par la méthode spécifiée.

## 3. PRINCIPE

La couleur prise par l'échantillon après réaction avec le réactif de Schiff est comparée à la couleur de solutions étalons ayant une teneur connue en acétaldéhyde.

## 4. RÉACTIFS

Chlorhydrate de p-rosaniline (fuchsine basique).

Sulfite de sodium ou métabisulfite de sodium, anhydre.

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

Charbon actif, en poudre.

Solution d'amidon préparée à partir d'1 g d'amidon soluble et 5 mg  $\text{HgI}_2$  (conservation) qui seront mis en suspension dans un peu d'eau froide, mélangés avec 500 ml d'eau bouillante, bouillis pendant 5 minutes puis filtrés après refroidissement.

Solution d'iode à 0,05 mole/l.

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

Préparation du réactif de Schiff:

- dissoudre 5,0 g de chlorhydrate de p-rosaniline pulvérisé avec environ 1 000 ml d'eau chaude sans une fiole jaugée de 2 000 ml,
- le cas échéant, laisser reposer dans le bain jusqu'à dissolution complète,
- dissoudre 30 g de sulfite de sodium (ou poids équivalent de métabisulfite de sodium), anhydre, dans environ 200 ml d'eau et l'ajouter à la solution refroidie de p-rosaniline,
- laisser reposer environ 10 minutes,
- ajouter 60 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho^{20} = 1,19$  g/ml),
- après décoloration de la solution — une légère coloration brune peut apparaître — remplir avec de l'eau jusqu'au repère,
- si nécessaire, filtrer sur un filtre plissé avec un peu de charbon actif de manière ce que la solution devienne incolore.

Notes:

- 1) Le réactif de Schiff doit être préparé au moins 14 jours avant l'utilisation.
- 2) La teneur en  $\text{SO}_2$  libre dans le réactif doit se situer entre 2,8 et 6,0 mmole/100 ml, le pH doit être de 1.

Détermination de la teneur en  $\text{SO}_2$  libre

- Introduire à la pipette 10 ml de réactif de Schiff dans un Erlenmeyer de 250 ml,
- ajouter 200 ml d'eau,
- ajouter 5 ml de solution d'amidon,
- titrer à l'aide d'une solution d'iode de 0,05 mole/l jusqu'au virage de l'amidon,

si la teneur en  $\text{SO}_2$  libre n'est pas comprise entre les limites indiquées, elle devra:

- soit être ramenée à une valeur acceptable en l'augmentant par addition d'une quantité adéquate de métabisulfite de sodium (0,126 g  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ /100 ml) de réactif par mmole  $\text{SO}_2$  manquant,
- soit être abaissée en faisant barboter de l'air dans le réactif.

Calcul du  $\text{SO}_2$  libre dans le réactif:

mmole de  $\text{SO}_2$  libre/100 ml de réactif

$$= \frac{\text{ml de solution d'iode consommée (0,05 mol/l)} \cdot 3,2 \cdot 100}{64 \cdot 10}$$

$$= \frac{\text{ml de solution d'iode consommée (0,05 mol/l)}}{2}$$

Note importante:

Dans le cas où d'autres modalités de préparation du réactif de Schiff seraient retenues, il convient de vérifier la sensibilité du réactif qui doit être telle que, lors de l'essai:

- aucune coloration ne doit apparaître avec l'alcool témoin exempt d'aldéhydes,
- la coloration rose doit être perceptible à partir de 0,1 g d'acétaldéhyde/hl alcool à 100 % vol.

## 3) Purification de 1-amino-éthanol du commerce

- Dissoudre complètement 5 g de 1-amino-éthanol dans environ 15 ml d'éthanol absolu,
- ajouter environ 50 ml d'éther diéthylique sec (précipitation de 1-amino-éthanol),
- placer au réfrigérateur pendant plusieurs heures,
- filtrer les cristaux et rincer avec de l'éther diéthylique sec,
- sécher pendant 3 à 4 heures dans un dessiccateur à vide en présence d'acide sulfurique.

*Note*

Le 1-amino-éthanol purifié doit être blanc; si tel n'était pas le cas, il conviendrait de répéter la cristallisation.

## 5. APPAREILLAGE

- 5.1. Tubes pour colorimétrie, munis d'un bouchon en verre rodé de 20 ml.
- 5.2. Pipettes de 1, 2, 3, 4, 5 et 10 ml.
- 5.3. Bain thermostatique réglable à  $20 \pm 0,5$  °C.
- 5.4. Spectrophotomètre d'absorption équipé de cuves dont le chemin optique est de 50 mm.

## 6. MODE OPÉRATOIRE

## 6.1. Remarque préliminaire

Lorsque l'on détermine la teneur en aldéhyde selon cette méthode, il convient de veiller à ce que la teneur en alcool de l'échantillon s'élève à 90,0 % vol au minimum. Si tel n'était pas le cas, on relèvera la teneur en alcool par addition d'une quantité adéquate d'éthanol exempt d'aldéhydes.

## 6.2. Courbe d'étalonnage

- Peser avec précision sur la balance pour analyses 1,3860 g de 1-amino-éthanol sec purifié,
- introduire de l'alcool exempt d'aldéhydes dans une fiole jaugée de 1 000 ml et remplir jusqu'au repère à une température de 20 °C; la solution contient 1 % d'acétaldéhyde par litre,
- préparer la série de dilutions en deux étapes de manière à obtenir 10 solutions étalons avec une teneur de 0,1 à 1,0 mg d'acétaldéhyde par 100 ml de solution,
- à l'aide de ces solutions étalons, déterminer conformément au point 6.3 les valeurs d'absorption et établir un diagramme.

## 6.3. Détermination de la teneur en aldéhydes

- Introduire à la pipette 5 ml d'échantillon dans un tube pour colorimétrie,
- ajouter 5 ml d'eau, mélanger et maintenir à la température constante de 20 °C,
- préparer parallèlement une valeur à blanc avec 5 ml d'éthanol de 96 % vol exempt d'aldéhydes, ajouter 5 ml d'eau, mélanger et maintenir également à 20 °C,
- ajouter ensuite chaque fois 5 ml de réactif de Schiff dans les tubes, fermer avec un bouchon de verre rodé et bien secouer,
- maintenir dans un bain thermostatique à 20 °C pendant 20 minutes,
- verser le contenu dans des cuves,
- déterminer la valeur d'absorption à 546 nm.

*Notes:*

- 1) Pour déterminer les valeurs des aldéhydes, il est nécessaire de vérifier, à chaque analyse, la validité de la courbe d'étalonnage en la comparant avec des solutions de référence, sinon de repréparer la courbe d'étalonnage.
- 2) Il convient de veiller à ce que la valeur à blanc soit incolore dans chaque cas.

## 7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

## 7.1. Formule et méthode de calcul

Construire le graphe représentant les variations de la densité optique en fonction de la teneur en acétaldéhyde et déterminer sur ce graphe la teneur de l'échantillon.

La teneur en aldéhydes, exprimée en g d'acétaldéhyde par hl d'éthanol à 100 % vol, est donnée par la formule:

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

dans laquelle:

A = teneur, exprimée en g/hl, en acétaldéhyde de l'échantillon, valeur déterminée en se reportant à la courbe d'étalonnage,

T = titre alcoométrique volumique de l'échantillon déterminé selon la méthode n° 1.

## 7.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou en succession rapide par le même analyste, sur le même échantillon, dans des conditions identiques, ne doit pas excéder 0,1 g d'aldéhyde par hl d'éthanol à 100 % vol.

**Méthode n° 5: détermination de la teneur en alcools supérieurs**

## 1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

Il s'agit d'une méthode de détermination de la teneur en alcools supérieurs de l'alcool neutre, exprimée en méthyl-2-propanol-1.

## 2. DÉFINITION

La teneur en alcools supérieurs, exprimée en méthyl-2-propanol-1, est celle déterminée par la méthode spécifiée.

## 3. PRINCIPE

On détermine à 560 nm, avec une correction en cas de présence d'aldéhydes dans l'échantillon, les absorbances des complexes colorés résultant de la réaction des alcools supérieurs avec un aldéhyde aromatique dans l'acide sulfurique dilué à chaud (réaction de Komarowsky) et on les compare avec la coloration obtenue par réaction du méthyl-2-propanol-1 dans les mêmes conditions.

## 4. RÉACTIFS

4.1. Solution d'aldéhyde salicylique à 1 % en masse, préparée par adjonction d'1 g d'aldéhyde salicylique à 99 g d'éthanol à 96 % vol (exempt d'huile de fusel).

4.2. Acide sulfurique concentré ( $\rho^{20} = 1,84$  g/ml).

4.3. Méthyl-2-propanol-1.

4.4. Solutions étalons de méthyl-2-propanol-1

Diluer le méthyl-2-propanol-1 (4.3) dans une solution aqueuse d'éthanol à 96 % vol afin d'obtenir une série de solutions étalons contenant respectivement 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; et 1,0 g de méthyl-2-propanol-1 par hl de solution.

4.5. Solutions étalons d'acétaldéhyde

La solution étalon d'acétaldéhyde est préparée comme il est décrit par la méthode n° 4 au point 6.2.

4.6. Éthanol à 96 % vol, exempt d'alcools supérieurs et d'aldéhydes.



## 5. APPAREILLAGE

- 5.1. UV-VIS-spectrophotomètre permettant de déterminer l'absorbance de solutions à 560 nm.
- 5.2. Cuves de spectrophotomètre de 10, 20 et 50 mm d'épaisseur.
- 5.3. Bain thermostatique réglable à  $20 \pm 0,5$  °C.
- 5.4. Tubes pour colorimétrie (pyrex ou similaire) en verre à paroi épaisse munis d'un bouchon rodé, capacité d'environ 50 ml.

## 6. MODE OPÉRATOIRE

## 6.1. Teneur en aldéhydes

Déterminer la teneur de l'échantillon en aldéhydes, exprimée en acétaldéhyde, par la méthode n° 4.

## 6.2. Courbe d'étalonnage: méthyl-2-propanol-1

Prélever à la pipette 10 ml de chacune des solutions étalons de méthyl-2-propanol-1 (point 4.4) et les introduire dans des tubes à essais de 50 ml munis chacun d'un bouchon en verre rodé. Prélever à la pipette 1 ml de solution d'aldéhyde salicylique (point 4.1) et l'introduire dans les tubes; ajouter 20 ml d'acide sulfurique (point 4.2).

Mélanger soigneusement le contenu des tubes par retournement en prenant garde de soulever le bouchon de temps à autre. Laisser reposer à la température ambiante pendant 10 minutes, puis mettre au bain thermostatique (5.3) à  $20 \pm 0,5$  °C. Après 20 minutes, verser le contenu des tubes dans des cuves de spectrophotométrie.

Exactement 30 minutes après avoir ajouté l'acide sulfurique, déterminer l'absorbance des solutions à 560 nm en utilisant l'eau de la cuve de référence du spectrophotomètre.

## 6.3. Porter sur un graphe les valeurs de l'absorbance en fonction de la concentration en méthyl-2-propanol-1.

Courbe d'étalonnage: aldéhydes

Répéter l'opération décrite au point 6.2 en remplaçant les 10 ml de chacune des solutions de référence de méthyl-2-propanol-1 par 10 ml des solutions de référence d'acétaldéhyde.

## 6.4. Porter sur un graphe les valeurs de l'absorbance à 560 nm en fonction de la concentration en acétaldéhyde.

Détermination de l'échantillon

Répéter l'opération décrite au point 6.2 en remplaçant les 10 ml des solutions de référence de méthyl-2-propanol-1 par 10 ml de l'échantillon. Déterminer l'absorbance de l'échantillon.

## 7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

## 7.1. Formule et méthode de calcul

- 7.1.1. Corriger la valeur de l'absorbance de l'échantillon en soustrayant la valeur de l'absorbance correspondant à la teneur en aldéhydes de l'échantillon (déterminée à partir de la courbe d'étalonnage construite conformément au point 6.3).
- 7.1.2. Déterminer la teneur en alcools supérieurs, exprimée en méthyl-2-propanol-1, de l'échantillon à l'aide de la courbe d'étalonnage construite conformément au point 6.2 mais en utilisant la valeur corrigée (7.1.1).
- 7.1.3. La teneur en alcools supérieurs, exprimée en grammes de méthyl-2-propanol-1 par hl d'éthanol à 100 % vol est donnée par la formule suivante:

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

dans laquelle:

A = teneur en alcools supérieurs de l'échantillon, calculée conformément au point 7.1.2,

T = titre alcoométrique volumique de l'échantillon, déterminé selon la méthode n° 1.

## 7.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou en succession rapide par le même analyste, sur le même échantillon, dans les mêmes conditions, ne doit pas excéder 0,2 g/hl d'éthanol à 100 % vol.

**Méthode n° 6: détermination de l'acidité totale**

## 1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

La méthode permet de déterminer l'acidité totale, exprimée en acide acétique, de l'alcool neutre.

## 2. DÉFINITION

L'acidité totale, exprimée en acide acétique, est déterminée par la méthode spécifiée.

## 3. PRINCIPE

Après dégazage, l'échantillon est titré à l'aide d'une solution étalon d'hydroxyde de sodium et l'acidité est exprimée en acide acétique.

## 4. RÉACTIFS

4.1. Solutions d'hydroxyde de sodium 0,01 mole/l et 0,1 mole/l conservées dans des conditions permettant de réduire au minimum le contact avec le dioxyde de carbone.

4.2. Solution de carmin d'indigo (A)

— Peser 0,2 g de carmin d'indigo,

— dissoudre dans 40 ml d'eau et compléter à 100 g avec de l'éthanol. Solution de rouge de phénol (B)

— Peser 0,2 g de rouge de phénol,

— dissoudre dans 6 ml d'hydroxyde de sodium 0,1 mole/l et avec de l'eau dans une fiole jaugée de 100 ml jusqu'au repère.

## 5. APPAREILLAGE

5.1. Burette ou appareil de titrage.

5.2. Pipette 100 ml.

5.3. Ballon rond 250 ml avec bouchon rodé.

5.4. Condenseur à reflux avec bouchon rodé.

## 6. MODE OPÉRATOIRE

— Introduire à la pipette 100 ml d'échantillon dans un ballon rond de 250 ml.

— Ajouter des pierres facilitant l'ébullition et porter brièvement à ébullition au condenseur à reflux.

— Ajouter dans la solution chaude une goutte de chacune des solutions indicatrices A et B.

— Ensuite titrer avec de la soude, 0,01 mole/l jusqu'au premier passage de la couleur vert-jaune à la couleur violette.

## 7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1. Formule et méthode de calcul

L'acidité totale, exprimée en grammes d'acide acétique par hl d'éthanol à 100 % vol, est donnée par la formule:

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

dans laquelle

V = nombre de ml de solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mole/l nécessaire pour la neutralisation,

T = titre alcoométrique volumique de l'échantillon, déterminé par la méthode n° 1.

7.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou en succession rapide par le même analyste, sur le même échantillon, dans des conditions identiques, ne doit pas excéder 0,1 g/hl d'éthanol à 100 % vol.

**Méthode n° 7: détermination de la teneur en esters****1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION**

La méthode consiste à déterminer la teneur en esters de l'alcool neutre, exprimée en acétate d'éthyle.

**2. DÉFINITION**

La teneur en esters est la teneur déterminée par la méthode spécifiée et exprimée en acétate d'éthyle.

**3. PRINCIPE**

En présence de chlorure d'hydroxylammonium en solution alcaline, les esters réagissent quantitativement pour former des acides hydroxamiques; en présence d'ions ferriques en solution acide, ces acides forment des complexes colorés. On mesure les densités optiques de ces complexes à 525 nm.

**4. RÉACTIFS**

- 4.1. Acide chlorhydrique à 4 mole/l.
- 4.2. Solution de chlorure ferrique à 0,37 mole/l dans l'acide chlorhydrique à 1 mole/l.
- 4.3. Solution de chlorure d'hydroxylammonium 2 mole/l, à conserver au réfrigérateur.
- 4.4. Solution d'hydroxyde de sodium à 3,5 mole/l.
- 4.5. Solutions étalons d'acétate d'éthyle contenant respectivement 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 et 1,0 g d'acétate d'éthyle par hl d'éthanol à 96 % vol exempt d'ester.

**5. APPAREILLAGE**

- 5.1. Spectrophotomètre d'absorption équipé de cuves de 50 mm d'épaisseur.

**6. MODE OPÉRATOIRE****6.1. Courbe d'étalonnage**

- Peser avec précision sur la balance d'analyse 1,0 g d'acétate d'éthyle,
- verser dans une fiole jaugée de 1 000 ml avec de l'alcool exempt d'ester et remplir jusqu'au repère à une température de 20 °C,
- préparer une série de dilutions en deux étapes de manière à obtenir 20 solutions étalons avec une teneur de 0,1 à 2,0 mg d'acétate d'éthyle par 100 ml de solution,
- à l'aide de ces solutions étalons, déterminer les valeurs d'extinction conformément au point 6.2 et établir un diagramme.

**6.2. Détermination de la teneur en ester**

- Introduire à la pipette 10 ml d'échantillon dans le tube d'essai muni d'un bouchon rodé,
- ajouter 2 ml de solution de chlorure d'hydroxylammonium,
- préparer parallèlement une valeur à blanc avec 10 ml d'éthanol à 96 % vol exempt d'ester et 2 ml de solution de chlorure d'hydroxylammonium,
- ajouter ensuite chaque fois 2 ml d'hydroxyde de sodium, fermer avec bouchon de verre rodé et bien secouer,
- maintenir dans un bain thermostatique à 20 °C pendant 15 minutes,
- ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique dans chaque tube, secouer brièvement,
- ajouter 2 ml de solution de chlorure ferrique, bien mélanger,
- verser le contenu dans des cuves,
- déterminer la valeur d'extinction à 525 nm.

## 7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

## 7.1. Formule et méthode de calcul

Porter sur un graphe les densités optiques des solutions étalons en fonction de la teneur.

La teneur en ester correspondant à la valeur d'extinction (exprimée en acétate d'éthyle = A) est relevée sur le graphe et calculée selon la formule:

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

et indiquée en g/hl d'éthanol à 100 % vol.

T = teneur en alcool de l'échantillon en % vol déterminée selon la méthode n° 1

## 7.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou en succession rapide par le même analyste, sur le même échantillon, dans des conditions identiques, ne doit pas excéder 0,1 g d'ester par hl d'éthanol à 100 % vol, exprimée en acétate d'éthyle.

**Méthode n° 8: détermination de la teneur en bases azotées volatiles**

## 1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

La méthode consiste à déterminer la teneur en bases azotées volatiles des alcools neutres, exprimée en azote.

## 2. DÉFINITION

La teneur en base azotées volatiles est la teneur, exprimée en azote, qui est déterminée par la méthode spécifiée.

## 3. PRINCIPE

On fait évaporer l'échantillon jusqu'à l'obtention d'un faible volume en présence d'acide sulfurique, et on détermine ensuite la teneur en ammoniacque par la méthode de microdiffusion de Conway.

## 4. RÉACTIFS

4.1. Acide sulfurique, 1 mol/l.

4.2. Solution indicatrice d'acide borique: dissoudre 10 g d'acide borique, 8 mg de vert de bromocrésol et 4 mg de méthyle dans du propanol-2 à 30 % vol et ajuster à 1 000 ml par addition de propanol-2 à 30 % vol.

4.3. Solution d'hydroxyde de potassium 500 g/l, exempte d'anhydride carbonique.

4.4. Acide chlorhydrique, 0,02 mol/l.

## 5. APPAREILLAGE

5.1. Capsule d'évaporation de capacité suffisante pour recevoir un échantillon de 50 ml.

5.2. Bain-marie.

5.3. Vase de Conway muni d'un couvercle hermétique: voir la figure 1 pour la description et les dimensions conseillées.

5.4. Microburette de 2 à 5 ml, graduée en 0,01 ml.

## 6. MODE OPÉRATOIRE

6.1. Introduire à l'aide d'une pipette 50 ml de l'échantillon (si l'on prévoit une teneur en azote inférieure à 0,2 g/hl d'échantillon, on introduira 200 ml d'échantillon) dans une capsule en verre, ajouter 1 ml d'acide sulfurique 1 mol/l (point 4.1), placer la capsule (point 5.1) dans un bain-marie (point 5.2) et évaporer jusqu'à l'obtention d'un résidu d'environ 1 ml.

- 6.2. Introduire à l'aide d'une pipette 1 ml de la solution indicatrice d'acide borique (point 4.2) dans le vase interne du réacteur de Conway (point 5.3) et rincer le résidu liquide de l'évaporation (point 6.1) dans le vase externe. Incliner légèrement le réacteur de Conway et ajouter environ 1 ml de solution d'hydroxyde de potassium (point 4.3) dans le vase externe, aussi rapidement que possible, mais aussi loin que possible de l'ensemble du liquide de ce vase externe. Fermer immédiatement le vase de Conway en ajustant un couvercle hermétique enduit de graisse.
- 6.3. Mélanger les deux solutions dans le vase externe en prenant soin de ne pas renverser de liquide d'un vase à l'autre. Laisser reposer pendant 2 heures.
- 6.4. Titrer l'ammoniaque dans le vase interne à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique 0,02 mol/l (point 4.4) en utilisant une microburette (point 5.4) pour la neutralisation. Le volume d'acide utilisé devrait être compris entre 0,2 et 0,9 ml. Soit  $V_1$  ce volume d'acide utilisé, exprimé en ml.
- 6.5. Effectuer un dosage à blanc en répétant les opérations décrites aux points 6.1 à 6.4, mais en remplaçant les 50 ml d'échantillon visés au point 6.1 par le même volume d'eau. Soit  $V_2$  le volume d'acide chlorhydrique utilisé, exprimé en ml.

## 7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 7.1. Formule et méthode de calcul

La teneur en bases azotées volatiles, en grammes d'azote par hl d'éthanol à 100 % vol, est donnée par la formule:

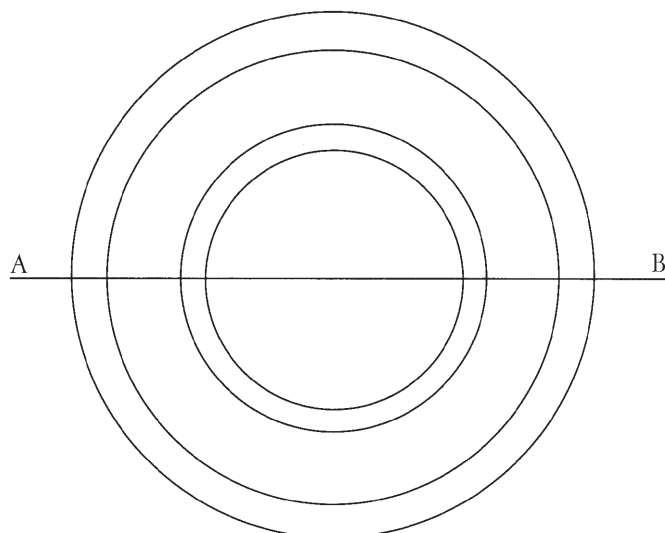
$$\frac{(V_1 - V_0) \cdot 2\,800}{E \cdot T}$$

dans laquelle:

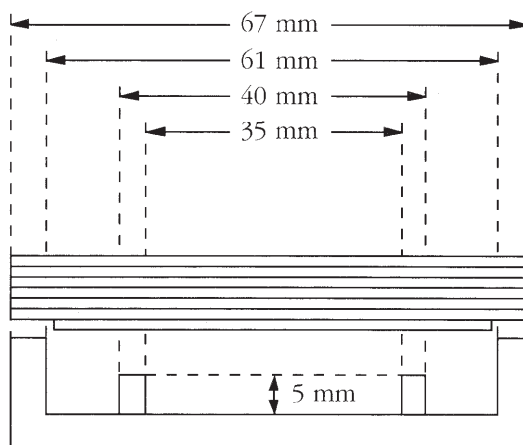
- $V_1$  = volume en ml d'acide chlorhydrique nécessaire pour neutraliser l'échantillon,
- $V_0$  = volume en ml d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai à blanc,
- T = titre alcoométrique volumique de l'échantillon, déterminé par la méthode n° 1,
- E = volume d'échantillon utilisé en ml.

### 7.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou en succession rapide par le même analyste, sur le même échantillon, dans des conditions identiques, ne doit pas excéder 0,05 g par hl d'éthanol à 100 % vol.



Réacteur en vue plongeante



Coupe verticale suivant A-B

Les dimensions indiquées sont les dimensions courantes

Figure 1: réacteur de Conway

### Méthode n° 9: détermination de la teneur en méthanol

#### 1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

La méthode consiste à déterminer la teneur en méthanol de l'alcool neutre.

#### 2. DÉFINITION

La teneur en méthanol est la teneur en méthanol qui est déterminée par la méthode spécifiée.

#### 3. PRINCIPE

La concentration en méthanol est déterminée par injection directe de l'échantillon dans un chromatographe en phase gazeuse.

#### 4. MODE OPÉRATOIRE

Toute méthode de chromatographie gaz-liquide convient, pour autant que la colonne de chromatographie en phase gazeuse permette d'obtenir, dans les conditions opératoires adoptées, une nette séparation des divers composants: méthanol, acétaldéhyde, éthanol et acétate d'éthyle. La limite de détection du méthanol dans l'éthanol doit être inférieure à 2 g/hl.

## 5. RÉPÉTABILITÉ

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou en succession rapide par le même analyste, sur le même échantillon, dans des conditions identiques, ne doit pas excéder 2 g de méthanol par hl d'éthanol à 100 % vol.

**Méthode n° 10: détermination de l'extrait sec**

## 1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

La méthode consiste à déterminer la teneur en résidu sec des alcools neutres.

## 2. DÉFINITION

On appelle teneur en extrait sec la teneur en matière sèche déterminée par la méthode spécifiée.

## 3. PRINCIPE

Une fraction de l'échantillon est séchée à 103 °C et l'on détermine la concentration en résidu par méthode gravimétrique.

## 4. APPAREILLAGE

4.1. Bain-marie, bouillant.

4.2. Capsule d'évaporation d'une capacité suffisante.

4.3. Dessiccateur contenant du gel de silice fraîchement activé (ou un dessiccant équivalent) et doté d'un indicateur de degré hygrométrique.

4.4. Balance pour analyses.

4.5. Étuve dont la température est réglée à 103 ± 2 °C.

## 5. MODE OPÉRATOIRE

Peser avec précision, au dixième de mg, une capsule à évaporation propre et sèche (point 4.2) ( $M_0$ ); introduire à la pipette, éventuellement en plusieurs fois, un volume convenable d'échantillon dans la capsule (entre 100 et 250 ml) ( $V_0$  ml); placer la capsule contenant l'échantillon au bain-marié bouillant (point 4.1), laisser évaporer; placer dans l'étuve (point 4.5), réglée à 103 ± 2 °C, pendant 30 minutes, puis placer la capsule contenant le résidu dans un dessiccateur (point 4.3); laisser refroidir la capsule pendant 30 minutes, puis peser, au dixième de mg, la capsule contenant le résidu ( $M_1$ ).

## 6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

## 6.1. Formule et méthode de calcul

La teneur en résidu sec, exprimée en g par hl d'éthanol à 100 % vol, est donnée par la formule:

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

dans laquelle:

$M_0$  = masse, exprimée en g, de la capsule propre et sèche,

$M_1$  = masse, exprimée en g de la capsule contenant le résidu après dessiccation,

$V_0$  = volume de l'échantillon soumis à la dessiccation,

$T$  = titre alcoométrique volumique de l'échantillon, déterminé par la méthode n° 1.

## 6.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou en succession rapide par le même analyste, sur le même échantillon, dans des conditions identiques, ne doit pas excéder 0,5 g par hl d'éthanol à 100 % vol.

**Méthode n° 11: essai visant à établir l'absence de furfural**

## 1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

La méthode vise à détecter la présence de furfural dans l'alcool neutre.

## 2. DÉFINITION

La concentration limite de furfural détectable est la valeur déterminée par la méthode spécifiée.

## 3. PRINCIPE

L'échantillon d'alcool est mélangé avec de l'aniline et de l'acide acétique glacial. L'apparition d'une coloration rose saumon dans les 20 minutes suivant le mélange indique la présence de furfural.

## 4. RÉACTIFS

4.1. Aniline fraîchement distillée.

4.2. Acide acétique glacial.

## 5. APPAREILLAGE

Tubes à essais munis de bouchons en verre rodé.

## 6. MODE OPÉRATOIRE

Dans un tube à essais (point 5), introduire à la pipette 10 ml de l'échantillon, ajouter 0,5 ml d'aniline et 2 ml d'acide acétique glacial; agiter le tube afin de mélanger les réactifs.

## 7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

## 7.1. Interprétation de l'essai

Si une coloration rose saumon apparaît en moins de 20 minutes, l'essai est considéré comme positif et l'échantillon contient du furfural.

## 7.2. Répétabilité

Les résultats de deux essais effectués simultanément ou en succession rapide par le même analyste, sur le même échantillon, dans des conditions identiques, doivent être identiques.

**Méthode n° 12: test d'absorbance en lumière ultraviolette**

## 1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode permet de déterminer la perméabilité optique de l'alcool neutre.

## 2. PRINCIPE

La perméabilité optique de l'échantillon dans la gamme d'ondes de 220 à 270 nm sera mesurée par rapport à une substance de référence définie et possédant une grande perméabilité optique.

## 3. APPAREILLAGE

3.1. Spectrophotomètre UV-VIS.

3.2. Cuves en quartz de 10 mm d'épaisseur, de transmission spectrale identique.

## 4. RÉACTIFS

n-hexane pour spectroscopie.

## 5. MODE OPÉRATOIRE

- Rincer préalablement des cuves propres avec une solution d'échantillon puis remplir avec l'échantillon, sécher les cuves à l'extérieur,
- traiter la cuve de référence (n) avec n-hexane de la même manière et la remplir,
- déterminer la valeur d'extinction et construire un graphe.



## 6. ÉVALUATION DES RÉSULTATS

Les valeurs d'extinction constatées à 270, 240, 230 et 220 nm ne doivent pas dépasser les valeurs suivantes: 0,02; 0,08; 0,18 et 0,3.

La courbe d'extinction doit avoir un tracé lisse et régulier.

### Méthode n° 13: détermination de la teneur en <sup>14</sup>C dans l'éthanol

#### 1. PROCÉDURE À SUIVRE POUR DÉTERMINER LA NATURE DE L'ALCOOL

La détermination de la teneur en <sup>14</sup>C dans l'éthanol permet de faire la distinction entre l'alcool à base de matières premières fossiles (dit alcool de synthèse) et l'alcool à base de matières premières actuelles (dit alcool de fermentation).

#### 2. DÉFINITION

Par teneur en <sup>14</sup>C de l'éthanol, on entend la teneur en <sup>14</sup>C déterminée par la méthode spécifiée.

La teneur naturelle de l'atmosphère en <sup>14</sup>C (valeur de référence) qui est assimilée par les plantes vivantes n'est pas une valeur constante. En conséquence, la valeur de référence est déterminée à partir de l'éthanol provenant chaque fois de matières premières des dernières périodes de croissance. Cette valeur de référence, dénommée valeur annuelle de référence, est déterminée chaque année par analyses collaboratives organisées par le Bureau communautaire de référence et le Centre commun de recherche à Ispra.

#### 3. PRINCIPE

La teneur en <sup>14</sup>C est déterminée directement par comptage à scintillation liquide dans des échantillons contenant de l'alcool avec au moins 85 % mas d'éthanol.

#### 4. RÉACTIFS

##### 4.1. Scintillateur au toluène

5,0 g 2,5-diphényloxazole (PPO)

0,5 g p-bis [4-méthyle-5-phényloxazole (2)]-benzène (diméthyle-POPOP) dans un litre de toluène p.a.

Des scintillateurs au toluène de cette composition, disponibles dans le commerce, prêts à l'emploi, peuvent également être utilisés.

##### 4.2. <sup>14</sup>C étalon

<sup>14</sup>C n-hexadécane avec une activité d'environ  $1 \times 10^6$  dpm/g (environ  $1,67 \cdot 10$  cBq/g) et une précision garantie de l'activité déterminée de  $\pm 2$  % rel.

##### 4.3. Éthanol exempt de <sup>14</sup>C

L'alcool de synthèse à base de matières premières d'origine fossile avec au moins 85 % mas d'éthanol pour déterminer l'effet nul.

##### 4.4. L'alcool à base de matières premières actuelles provenant chaque fois de la dernière période de croissance avec au moins 85 % mas d'éthanol comme solution de référence.

#### 5. APPAREILLAGE

##### 5.1. Spectromètre à scintillation liquide à plusieurs canaux avec ordinateur et standardisation externe automatique et indication des conditions du canal standard externe (construction habituelle: trois canaux jaugés et deux canaux standards externes).

##### 5.2. Flacons compteurs pauvres en potassium adaptés à l'appareillage, munis de bouchons filetés sombres qui présentent une protection intérieure en polyéthylène.

##### 5.3. Pipettes volumétriques 10 ml.

##### 5.4. Doseur automatique 10 ml.

##### 5.5. Ballon rond rodé de 250 ml.

- 5.6. Appareillage de distillation de l'alcool muni d'un dôme, par exemple selon Micko.
- 5.7. Injecteur microlitre 50  $\mu$ l.
- 5.8. Entonnoir de pycnomètre, pycnomètres de 25 et de 50 ml.
- 5.9. Thermostat à une température constante de  $\pm 0,01$  °C.
- 5.10. Tableaux alcoométriques pratiques conformes à la directive 76/766/CEE du Conseil du 27 juillet 1976 concernant le rapprochement des législations des États membres relatives aux tables alcoométriques, publiés par la Commission des Communautés européennes (ISBN 92-825-0146-9).

## 6. MODE OPÉRATOIRE

### 6.1. Réglage de l'appareillage

Le réglage de l'appareillage se fera conformément aux prescriptions du fabricant. Les conditions de mesure seront optimales lorsque la valeur  $E_2/B$  dite facteur de mérite est au maximum.

E = efficiency (rendement)

B = background (bruit de fond)

Seuls deux canaux de mesures seront optimisés. Le troisième canal de mesure restera totalement ouvert pour des raisons de contrôle.

### 6.2. Sélection des flacons d'étalonnage

Davantage de flacons d'étalonnage que ceux requis ultérieurement seront remplis chacun de 10 ml d'éthanol de synthèse exempt de  $^{14}\text{C}$  et de 10 ml de scintillateur au toluène et mesurés au moins  $4 \times 100$  minutes. Les flacons qui, avec un bruit de fond, s'écartent de plus de  $\pm 1$  % rel. de la valeur moyenne, seront écartés. Pour la sélection, seuls des flacons d'étalonnage neufs provenant d'un même lot seront utilisés.

### 6.3. Détermination du rapport canal standard externe (RCSE)

Lors du réglage du canal effectué conformément au point 6.1, l'on déterminera en même temps, lors du calcul du coefficient d'efficacité à l'aide du programme de calcul correspondant, le rapport canal standard externe (RCSE). Pour l'état externe, il convient d'utiliser le césium 137 qui est déjà intégré solidement par le fabricant.

### 6.4. Préparation de l'échantillon

Pour la mesure, l'on fera appel à des échantillons qui présentent au moins une teneur en éthanol de 85 % mas, exempts d'impureté et présentant une absorbance inférieure à 450 nm. Le faible résidu en aldéhydes et en esters n'a pas d'effet perturbateur. Après rejet des premiers ml de distillat, la distillation se fait directement dans le pycnomètre puis la teneur en alcool est mesurée à l'aide du pycnomètre. Les valeurs à déterminer seront prises dans les tableaux d'alcool officiels.

## 7. MESURE DES ÉCHANTILLONS AVEC UN STANDARD EXTERNE

- 7.1. Les échantillons de faible absorbance comme ceux décrits au point 6.4 avec une valeur RCSE d'environ 1,8 peuvent être mesurés par le biais du rapport canal standard externe, qui constitue une mesure pour le coefficient d'efficacité.

### 7.2. Mode opératoire

Introduire chaque fois, à l'aide d'une pipette, dans un flacon compteur contrôlé (sélectionné) pour le bruit de fond, 10 ml de l'échantillon préparé conformément au point 6.4 puis ajouter chaque fois 10 ml de scintillateur au toluène à l'aide d'un doseur automatique. Les échantillons sont homogénéisés dans le flacon d'étalonnage par des rotations en veillant à ce que le liquide ne mouille pas la protection intérieure en polyéthylène du bouchon fileté. Pour déterminer le bruit de fond, on préparera de la même manière un flacon d'étalonnage avec de l'éthanol fossile exempt de  $^{14}\text{C}$ . Pour vérifier la valeur annuelle de  $^{14}\text{C}$ , on préparera un double d'éthanol actuel provenant de la dernière période de croissance en mélangeant un flacon compteur avec un standard interne conformément au point 8.

Les échantillons de contrôle ainsi que les échantillons pour bruit de fond seront placés au début de la série de mesures. La série de mesures ne doit pas comprendre plus de 10 échantillons d'analyse. La durée totale des mesures par échantillon est de  $2 \times 100$  minutes au minimum, les mesures des échantillons individuels étant effectuées par étape partielle de 100 minutes chacune afin de pouvoir identifier une éventuelle dérive ou autre perturbation. (Un cycle comprend ainsi chaque fois, par échantillon, un intervalle de 100 minutes.)

Les échantillons pour bruit de fond ou les échantillons de contrôle doivent être renouvelés après 4 semaines.

Cette procédure de mesure ne requiert que peu de matériel et de temps. Elle convient aux laboratoires expérimentés traitant un grand nombre d'échantillons.

Pour les échantillons à faible absorbance (rapport canal standard externe d'environ 1,8) le rendement n'est que peu influencé par la modification de cette valeur. Lorsque cette modification ne dépasse pas  $\pm 5\%$  rel., le calcul peut se faire avec le même rendement. Pour les échantillons à plus forte absorbance comme par exemple pour les alcools dénaturés, le rendement peut être calculé par la courbe dite de correction d'absorbance. Si l'on ne dispose pas d'un programme de calcul approprié, il faudra mesurer avec un standard interne ce qui déterminera clairement le rendement.

## 8. MESURES DES ÉCHANTILLONS AVEC UN STANDARD INTERNE HEXADÉCANE $^{14}\text{C}$

### 8.1. Mode opératoire

Les échantillons de contrôle et les échantillons pour bruit de fond (éthanol actuel et fossile) ainsi que le matériel inconnu seront chacun mesurés en double. Un échantillon du double sera préparé dans un flacon non sélectionné auquel on aura ajouté une quantité bien dosée (30  $\mu\text{l}$ ) d'hexadécane  $^{14}\text{C}$  comme standard interne (activité supplémentaire environ 26 269 dpm/g C (environ 43 782 cBq/gC). Pour la préparation des autres échantillons et temps de mesures, il convient de procéder comme indiqué au point 7.2, les échantillons avec un standard interne ayant un temps de mesure limité à environ 5 minutes par un pré-réglage de  $10^5$  impulsions. Par série de mesures (10 échantillons), on préparera chaque fois un double pour les échantillons de contrôle et de bruit de fond qui seront placés au début de la série d'analyse.

### 8.2. Utilisation du standard interne et des flacons d'étalonnage

Pour les mesures avec un standard interne, il faudra, pour éviter les contaminations, que le stockage et la manipulation de ces standards se fassent en un autre lieu que la préparation et la mesure des échantillons d'analyse. Après la mesure, les flacons pour bruit de fond contrôlés pourront être réutilisés. Les bouchons filetés et les flacons contenant les standards internes seront jetés.

## 9. ÉVALUATION

### 9.1. L'unité de l'activité d'une substance radioactive est le Becquerel. 1 Bq = 1 désintégration/sec.

L'indication de la radioactivité spécifique se fait en Becquerel par rapport à 1 gramme de carbone = Bq/gC.

Afin d'obtenir des valeurs proches de la réalité, il est préférable d'indiquer le résultat en centi-Becquerel: cBq/gC.

Les désignations et les formules de calcul indiquées jusqu'ici dans les publications et qui sont basées sur les données dpm, peuvent être conservées pour l'instant. Afin d'obtenir la valeur correspondante en centi-Becquerel, il suffit de multiplier le résultat dpm avec le facteur 100/60.

### 9.2. Évaluation avec un standard externe

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

### 9.3. Évaluation avec un standard interne

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

### 9.4. Abréviations

- $\text{cpm}_{\text{pr}}$  = moyenne du taux de comptage des échantillons calculée pendant toute la durée des mesures
- $\text{cpm}_{\text{NE}}$  = moyenne du taux de comptage du bruit de fond calculée de la même manière
- $\text{cpm}_{\text{IS}}$  = taux de comptage des échantillons, pourvu d'un standard interne
- $\text{dpm}_{\text{IS}}$  = quantité de standard interne ajouté (radioactivité étalonnée dpm)
- V = volume des échantillons utilisés en ml
- F = teneur en gramme d'alcool pur par ml selon sa concentration
- Z = coefficient d'efficacité selon la valeur du rapport canal standard externe
- 1,918 = gramme d'alcool/1 g de carbone

## 10. FIABILITÉ DE LA MÉTHODE

### 10.1. Répétabilité (r)

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

10.2. Reproductibilité (R);

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

---