

## REGOLAMENTO (CE) N. 625/2003 DELLA COMMISSIONE

del 2 aprile 2003

**che modifica il regolamento (CE) n. 1623/2000 recante modalità d'applicazione del regolamento (CE) n. 1493/1999 del Consiglio relativo all'organizzazione comune del mercato vitivinicolo, per quanto riguarda i meccanismi di mercato**

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità europea,

visto il regolamento (CE) n. 1493/1999 del Consiglio, del 17 maggio 1999, relativo all'organizzazione comune del mercato vitivinicolo <sup>(1)</sup>, modificato da ultimo dal regolamento (CE) n. 2585/2001 <sup>(2)</sup>, in particolare gli articoli 26, 33, 36,

considerando quanto segue:

- (1) Il capo I del titolo I del regolamento (CE) n. 1623/2000 della Commissione <sup>(3)</sup>, modificato da ultimo dal regolamento (CE) n. 1795/2002 <sup>(4)</sup>, stabilisce le modalità del regime di aiuti a favore dell'utilizzazione di uve, mosti di uve, mosti di uve concentrati o mosti di uve concentrati rettificati. In base all'esperienza acquisita, occorre precisare maggiormente i prodotti commestibili esclusi da tale regime, alleviare gli oneri amministrativi che gravano sugli utilizzatori e sui trasformatori dei succhi e istituire adeguate misure di controllo per accertare l'utilizzazione dei succhi. Il tasso dei quantitativi dei prodotti commestibili soggetti alle misure di controllo deve essere superiore a quello di altri settori in quanto spesso il prodotto è utilizzato in uno Stato membro diverso da quello in cui vengono pagati gli aiuti.
- (2) Nel quadro dell'aiuto all'utilizzazione di mosti per l'aumento del titolo alcolometrico dei prodotti viticoli è opportuno rettificare il riferimento relativo al metodo per la determinazione del titolo alcolometrico. Per agevolare i compiti degli Stati membri, è opportuno affidare loro l'amministrazione delle domande di aiuto. Per garantire l'accuratezza e l'efficacia del controllo, è inoltre opportuno precisarne le modalità.
- (3) Per garantire un trattamento comparabile dei contenziosi, è necessario armonizzare le disposizioni relative al pagamento degli aiuti previsti dai diversi regimi di aiuto disciplinati dal regolamento (CE) n. 1623/2000.
- (4) Per poter effettuare un controllo accurato ed efficace degli aiuti all'ammasso privato dei vini, è opportuno precisare le modalità di controllo e chiarire i margini di tolleranza ammessi per la verifica del titolo alcolometrico dei mosti di uve, dei mosti di uve concentrati e dei mosti di uve concentrati rettificati. Per agevolare il pagamento degli anticipi nel quadro di questa misura, è necessario modificarne la procedura amministrativa.
- (5) Per quanto riguarda il regime di distillazione dei sottoprodotti della vinificazione è opportuno modulare il livello degli aiuti e dei prezzi in funzione del tipo di

sottoprodotti e sopprimere di conseguenza l'aiuto forfettario ed il prezzo forfettario. È inoltre necessario, in risposta ai cambiamenti strutturali del settore, consentire agli Stati membri interessati di estendere a talune categorie di produttori la deroga relativa all'obbligo di consegna dei sottoprodotti alla distillazione.

- (6) Qualora uno Stato membro decida di modulare il prezzo di acquisto del vino al produttore in funzione della resa nell'ambito della distillazione di cui all'articolo 28 del regolamento (CE) n. 1493/1999, deve essere possibile prorogare il termine per il versamento dell'aiuto al distillatore.
- (7) Per garantire lo svolgimento corretto delle transazioni finanziarie nell'ambito di una distillazione di crisi, di cui all'articolo 30 del regolamento (CE) n. 1493/1999, è opportuno confermare che l'anticipo versato al distillatore sul prezzo dovutogli dall'organismo d'intervento è assimilato agli aiuti previsti per le altre distillazioni.
- (8) Per quanto riguarda tutte le misure di distillazione, occorre sopprimere la disposizione in base alla quale l'utilizzazione di una parte del vino controllato deve essere rappresentativa della totalità del vino consegnato alla distillazione. Occorre altresì includere nel sistema di sanzioni gli anticipi versati per la distillazione di crisi e assimilarli agli aiuti e prevedere un meccanismo unico per le varie distillazioni che consenta di garantire il prezzo minimo di acquisto del vino al produttore in caso di inadempienza del distillatore.
- (9) Alla luce dell'esperienza acquisita, è opportuno adeguare le modalità di smercio dell'alcole ottenuto dalle varie distillazioni e detenuto dagli organismi d'intervento. È pertanto necessario fissare, caso per caso, i termini entro i quali occorre procedere al ritiro materiale di quantità rilevanti di alcole. Per aumentare le possibilità di sbocchi sul mercato, è necessario sopprimere le limitazioni geografiche attualmente in vigore per la vendita dell'alcole. Occorre inoltre precisare le modalità di controllo della destinazione dell'alcole utilizzato nel settore dei carburanti.
- (10) Per la gestione delle misure di intervento gli Stati membri sono tenuti a comunicare numerose informazioni alla Commissione, di cui è opportuno stabilire le modalità.
- (11) Occorre pertanto modificare il regolamento (CE) n. 1623/2000.

<sup>(1)</sup> GU L 179 del 14.7.1999, pag. 1.<sup>(2)</sup> GU L 345 del 29.12.2001, pag. 10.<sup>(3)</sup> GU L 194 del 31.7.2000, pag. 45.<sup>(4)</sup> GU L 272 del 10.10.2002, pag. 15.

- (12) Alcune modifiche hanno lo scopo di chiarire le disposizioni in vigore o di introdurre alcune precisazioni e sono favorevoli agli operatori del mercato. Esse devono pertanto applicarsi con effetto retroattivo.
- (13) Altre modifiche sono intese a migliorare le condizioni che disciplinano le singole operazioni di smercio di alcole. Esse devono pertanto applicarsi a decorrere dalla pubblicazione del presente regolamento.
- (14) La maggior parte delle modifiche prevede cambiamenti tecnici relativi alle misure di gestione del mercato. Per non perturbare lo svolgimento della campagna in corso, queste ultime modifiche devono applicarsi a decorrere dalla prossima campagna vitivinicola.
- (15) Le misure previste dal presente regolamento sono conformi al parere del comitato di gestione per i vini,

HA ADOTTATO IL PRESENTE REGOLAMENTO:

#### Articolo 1

Il regolamento (CE) n. 1623/2000 è modificato come segue:

- 1) Al titolo I, il capo I è sostituito dal testo seguente:

«CAPO I

#### FABBRICAZIONE DI SUCCHI DI UVE

##### Articolo 3

#### Oggetto dell'aiuto

L'aiuto di cui all'articolo 35, paragrafo 1, lettera a), del regolamento (CE) n. 1493/1999 è concesso ai trasformatori:

- a) che, essendo essi stessi produttori o produttori associati, trasformano o fanno trasformare in succhi di uve le uve che producono, nonché i mosti di uve e i mosti di uve concentrati, ottenuti esclusivamente dalle uve di propria produzione; oppure
- b) che acquistano direttamente o indirettamente presso i produttori o i produttori associati uve prodotte nella Comunità, nonché mosti di uve e mosti di uve concentrati, ai fini della loro trasformazione in succhi di uve.

Il mosto di uve e il mosto di uve concentrato utilizzati devono provenire da uve prodotte nella Comunità.

##### Articolo 4

#### Fabbricazione di altri prodotti commestibili a base di succhi di uve

I succhi di uve o i succhi di uve concentrati ottenuti possono essere trasformati in qualsiasi altro prodotto commestibile diverso dai prodotti ottenuti dalla vinificazione di cui all'allegato I del regolamento (CE) n. 1493/1999 o dai prodotti di cui all'articolo 35, paragrafo 1, lettere b) e c), del suddetto regolamento.

##### Articolo 5

#### Requisiti tecnici applicabili ai prodotti

1. Le materie prime per l'elaborazione di succhi di uve di cui all'articolo 3 devono essere di qualità sana, leale e mercantile e idonee alla trasformazione in succo di uve.
2. I mosti di uve elaborati e i mosti ottenuti dalle uve elaborate devono avere una massa volumica, ad una temperatura di 20 °C, compresa tra 1,055 e 1,100 grammi per centimetro cubo.
3. Al momento della loro utilizzazione per la fabbricazione di prodotti commestibili, i succhi di uve devono essere conformi alla direttiva n. 2001/112/CE del Consiglio (\*).

##### Articolo 6

#### Modalità amministrative applicabili ai trasformatori a fini di controllo

1. Il trasformatore che procede ad operazioni di elaborazione di succhi di uve per tutta la durata della campagna presenta all'autorità competente dello Stato membro, prima dell'inizio della campagna, un programma di trasformazione in succhi di uve. Se il trasformatore intraprende per la prima volta l'attività di elaborazione di succhi di uve dopo l'inizio della campagna, il programma deve essere fissato prima dell'inizio di tale attività.

Il programma di trasformazione comprende le seguenti voci:

- a) la natura delle materie prime destinate alla trasformazione (uve, mosto di uve o mosto di uve concentrato);
- b) il luogo di magazzinaggio dei mosti di uve e dei mosti di uve concentrati destinati alla trasformazione;
- c) il luogo in cui sarà effettuata la trasformazione.

2. Il trasformatore che esegue operazioni di elaborazione di succhi di uve unicamente a date definite presenta una dichiarazione di trasformazione all'autorità competente dello Stato membro almeno tre giorni lavorativi prima dell'inizio di tali operazioni.

La dichiarazione di trasformazione comprende le seguenti voci:

- a) le informazioni di cui al paragrafo 1, secondo comma;
- b) la quantità di uve, mosti di uve o mosti di uve concentrati prevista per la trasformazione;
- c) la massa volumica dei mosti di uve e dei mosti di uve concentrati;
- d) la data di inizio delle operazioni di trasformazione e la durata prevedibile delle stesse.

La dichiarazione verte su un quantitativo minimo di:

- a) 1,3 tonnellate per le uve;
- b) 10 ettolitri per i mosti;
- c) 3 ettolitri per i mosti concentrati.

3. Oltre alle informazioni di cui ai paragrafi 1 e 2, gli Stati membri possono chiedere ai trasformatori informazioni supplementari.

4. L'autorità competente dello Stato membro vista i programmi o le dichiarazioni previste ai paragrafi 1 e 2 e ne trasmette copia al trasformatore.

5. In deroga ai paragrafi 1, 2 e 3, per i trasformatori che utilizzano per ogni campagna un quantitativo non superiore a 5 tonnellate di uve o a 40 ettolitri di mosto di uve o a 12 ettolitri di mosto di uve concentrato, gli Stati membri possono istituire procedure semplificate.

6. Il trasformatore tiene una contabilità di magazzino. Essa contiene i seguenti elementi, desunti dai documenti di accompagnamento o dai registri di cui all'articolo 70 del regolamento (CE) n. 1493/1999:

- a) la quantità e la massa volumica delle materie prime entrate ogni giorno nei suoi impianti e, se del caso, il nome e l'indirizzo del venditore;
- b) la quantità e la massa volumica delle materie prime utilizzate giornalmente;
- c) la quantità di succhi di uve prodotta giornalmente;
- d) la quantità di succhi di uve uscita giornalmente dai suoi impianti, nonché il nome e l'indirizzo del destinatario, o la quantità di succhi di uve utilizzata giornalmente dal trasformatore stesso.

I documenti giustificativi della contabilità di magazzino sono messi a disposizione degli organi di controllo in occasione di ciascuna verifica.

#### Articolo 7

#### Modalità amministrative applicabili agli utilizzatori a fini di controllo

1. Ai fini del presente capo, per "utilizzatore" si intende qualsiasi operatore che esegua una delle seguenti operazioni: l'imbottigliamento, il confezionamento o il condizionamento del succo di uve o del succo di uve concentrato, la conservazione per la vendita ad una o più imprese che effettuano le operazioni che precedono o che seguono, o la preparazione di prodotti commestibili a base di tale succo.

Tali operazioni possono essere eseguite anche dal trasformatore di cui all'articolo 3.

2. L'utilizzatore presenta all'autorità competente del luogo di scarico una dichiarazione scritta in cui si impegna a non trasformare il succo di uve nei prodotti ottenuti dalla vinificazione di cui all'allegato I del regolamento (CE) n. 1493/1999 o nei prodotti di cui all'articolo 35, paragrafo 1, lettere b) e c), del suddetto regolamento.

Gli Stati membri stabiliscono le condizioni relative alla presentazione di tale dichiarazione. Tuttavia tale formalità deve essere espletata prima dell'utilizzo del succo di uve o del succo di uve concentrato e al più tardi quattro mesi dopo la presentazione della domanda di aiuto di cui all'articolo 8 del presente regolamento.

L'esportazione è considerata compatibile con tale impegno.

3. Se il succo di uve viene spedito nella Comunità da un trasformatore ad un utilizzatore:

- a) il trasformatore indica nel documento d'accompagnamento di cui all'articolo 70, paragrafo 1, del regolamento (CE) n. 1493/1999 se ha presentato o intende presentare una domanda d'aiuto per la fabbricazione del succo di uve e la data effettiva o prevista della presentazione di tale domanda;
- b) entro 15 giorni dalla ricezione del prodotto, l'utilizzatore trasmette all'autorità competente del luogo di scarico il documento d'accompagnamento;
- c) se rispedisce il succo ricevuto ad un altro operatore all'interno della Comunità, l'utilizzatore provvede affinché l'impegno che aveva sottoscritto sia firmato da detto operatore e lo presenta all'autorità competente entro i termini previsti al paragrafo 2, secondo comma;
- d) ricevuto tale impegno scritto, l'autorità competente vista il documento d'accompagnamento e trasmette una copia di tale documento vistato al trasformatore di succo di uve interessato entro 30 giorni dalla ricezione dell'impegno.

4. In applicazione dell'articolo 2 del regolamento (CE) n. 2729/2000 della Commissione (\*\*), durante la campagna l'autorità competente effettua controlli per sondaggio, sulla base di un'analisi dei rischi, per accertare che sia stato rispettato l'impegno di cui al paragrafo 2 del presente articolo. I controlli vertono almeno sul 10 % dei quantitativi oggetto di domande di visto dei documenti d'accompagnamento di cui al paragrafo 3, lettera d), del presente articolo, pervenute nel corso della campagna precedente.

#### Articolo 8

#### Domanda di aiuto

1. Entro sei mesi dal termine della campagna, il trasformatore di cui all'articolo 6, paragrafo 1, presenta la domanda di aiuto all'autorità competente dello Stato membro. Tale domanda è corredata dei seguenti documenti:

- a) una copia del programma di trasformazione vistato;
- b) una copia o un riepilogo della documentazione contabile di cui all'articolo 6, paragrafo 6; gli Stati membri possono richiedere che la copia o il riepilogo siano vistati da un organismo di controllo.

Gli Stati membri possono esigere documenti supplementari.

2. Entro sei mesi dal termine delle operazioni di trasformazione, il trasformatore di cui all'articolo 6, paragrafo 2, presenta la domanda di aiuto all'autorità competente dello Stato membro. Tale domanda è corredata dei seguenti documenti:

- a) una copia della dichiarazione di trasformazione vistata;
- b) una copia o un riepilogo della documentazione contabile di cui all'articolo 6, paragrafo 6; gli Stati membri possono richiedere che la copia o il riepilogo siano vistati da un organismo di controllo.

Nella domanda di aiuto sono indicati il quantitativo di materie prime effettivamente trasformato e il giorno in cui le operazioni di trasformazione sono terminate.

3. Entro sei mesi dalla presentazione della domanda di aiuto, il trasformatore trasmette all'autorità competente dello Stato membro i seguenti documenti:

- a) la copia del documento di accompagnamento vistato dall'autorità competente, di cui all'articolo 7, paragrafo 3, lettera d);
- b) la copia del documento di accompagnamento recante il timbro dell'ufficio doganale che certifica l'esportazione.

4. In deroga ai paragrafi 1 e 2, per i trasformatori che utilizzano per ogni campagna un quantitativo non superiore a 5 tonnellate di uve o a 40 ettolitri di mosto di uve o a 12 ettolitri di mosto di uve concentrato, gli Stati membri possono istituire procedure semplificate. Tali procedure devono essere concluse entro sei mesi dal termine della campagna.

#### Articolo 9

##### Importi e modalità dell'aiuto

1. Le aliquote di aiuto per l'utilizzazione di uve, mosti di uve e mosti di uve concentrati sono fissate come segue per quantitativo di materia prima effettivamente utilizzata:

- a) per le uve: 4,952 EUR per 100 chilogrammi;
- b) per i mosti di uve: 6,193 EUR per ettolitro;
- c) per i mosti di uve concentrati: 21,655 EUR per ettolitro.

2. Salvo forza maggiore, non è dovuto alcun aiuto per i quantitativi di materie prime che superano il seguente rapporto tra materia prima e succo di uve ottenuto:

- a) 1,3 per quanto riguarda le uve, in 100 chilogrammi per ettolitro;
- b) 1,05 per quanto riguarda i mosti, in ettolitro per ettolitro;
- c) 0,30 per quanto riguarda i mosti concentrati, in ettolitro per ettolitro.

In caso di fabbricazione di succo di uve concentrato, i suddetti coefficienti sono moltiplicati per 5.

#### Articolo 10

##### Pagamento dell'aiuto

L'autorità competente versa l'aiuto nel termine di tre mesi a decorrere dalla data di presentazione della documentazione richiesta di cui all'articolo 8.

#### Articolo 11

##### Concessione di un anticipo

1. Il trasformatore può chiedere che gli sia anticipato un importo pari all'importo dell'aiuto di cui all'articolo 9, calcolato per le materie prime per le quali fornisce la prova dell'entrata nei suoi impianti previa costituzione di una cauzione a favore dell'autorità competente. La cauzione è pari al 120 % del suddetto importo.

2. L'autorità competente versa l'anticipo entro i tre mesi successivi alla presentazione della prova della costituzione della cauzione. Tuttavia, l'anticipo non viene versato anteriormente al 1° gennaio della campagna considerata.

3. Dopo che l'autorità competente ha verificato la documentazione richiesta di cui all'articolo 8 del presente regolamento, la cauzione di cui al paragrafo 1 del presente articolo è svincolata in tutto o in parte secondo la procedura prevista all'articolo 19 del regolamento (CEE) n. 2220/85.

#### Articolo 11 bis

##### Sanzioni e casi di forza maggiore

1. Se il trasformatore presenta la documentazione di cui all'articolo 8 con un ritardo non superiore a sei mesi dalla scadenza del termine di cui al suddetto articolo, l'aiuto è ridotto del 30 %.

Se il ritardo è superiore a sei mesi, non viene corrisposto alcun aiuto.

2. Ove un controllo dimostri il mancato rispetto da parte del trasformatore degli impegni di cui all'articolo 7, paragrafi 2 e 3, l'aiuto viene recuperato presso quest'ultimo. Se l'utilizzatore risiede in uno Stato membro diverso da quello del trasformatore, lo Stato membro interessato comunica tempestivamente tale inadempienza allo Stato membro in cui risiede il trasformatore.

3. Salvo forza maggiore, ove risulti l'inadempimento, da parte del trasformatore, degli obblighi che gli incombono in virtù del presente capo, diversi dall'obbligo di trasformare in succo di uve le materie prime oggetto della domanda di aiuto, l'aiuto viene ridotto. Lo Stato membro interessato stabilisce l'entità della riduzione.

4. Se il quantitativo della materia prima effettivamente elaborata è compreso tra il 95 % e il 99,9 % del quantitativo per il quale è stato versato l'anticipo, la cauzione di cui all'articolo 11 è incamerata proporzionalmente al quantitativo che non è stato trasformato nel corso della campagna.

Salvo forza maggiore, la cauzione viene totalmente incamerata se il quantitativo della materia prima effettivamente elaborata è inferiore al 95 % del quantitativo per il quale è stato versato l'anticipo.

5. In caso di forza maggiore, l'autorità competente dello Stato membro stabilisce le misure che ritiene necessarie in funzione dei motivi adottati. Essa ne informa la Commissione.»

2) All'articolo 13, il testo del paragrafo 2 è sostituito dal seguente:

«2. Il titolo alcolometrico potenziale dei prodotti specificati nel paragrafo 1 viene determinato applicando i dati della tabella di corrispondenza che figura nell'allegato I del presente regolamento agli indici forniti alla temperatura di 20 °C dal rifrattometro utilizzato secondo il metodo previsto dall'allegato del regolamento (CEE) n. 558/93 della Commissione (\*).

All'atto dei controlli compiuti dalle autorità competenti è ammessa una tolleranza dello 0,2.

(\*) GU L 10 del 12.1.2002, pag. 58.

(\*\*) GU L 316 del 15.12.2000, pag. 16.»

3) All'articolo 14, è aggiunto il terzo comma seguente:

«Tuttavia gli Stati membri possono prevedere la possibilità di presentare diverse domande di aiuto per una parte delle operazioni di aumento del titolo alcolometrico.»

4) È inserito il seguente articolo 14 bis:

«Articolo 14 bis

#### Controlli

1. Le autorità competenti degli Stati membri prendono tutti i provvedimenti atti a consentire i controlli necessari per verificare l'identità e il volume del prodotto utilizzato per l'operazione di aumento del titolo alcolometrico nonché l'osservanza delle disposizioni dell'allegato V, punti C e D, del regolamento (CE) n. 1493/1999.

2. I produttori sono tenuti a consentire in qualsiasi momento il controllo di cui al paragrafo 1.»

5) Il testo dell'articolo 16 è sostituito dal seguente:

«Articolo 16

#### Pagamento dell'aiuto

L'autorità competente versa l'aiuto entro il 31 agosto successivo al termine della campagna in corso.»

6) All'articolo 29, paragrafo 1, il testo della lettera c) è sostituito dal seguente:

«c) l'indice fornito, alla temperatura di 20 °C, dal rifrattometro utilizzato secondo il metodo di cui all'allegato del regolamento (CEE) n. 558/93. È ammessa una tolleranza. Essa è pari a 0,5 per i mosti di uve e ad 1 per i mosti di uve concentrati e i mosti di uve concentrati rettificati.»

7) All'articolo 34, il testo del paragrafo 2 è sostituito dal seguente:

«2. Fermo restando il disposto del paragrafo 6, i prodotti che formano oggetto del contratto possono essere sottoposti soltanto ai trattamenti o ai processi enologici necessari per la loro conservazione. È ammessa una varia-

zione del volume indicato nel contratto. Essa è pari al 2 % per i vini e al 3 % per i mosti di uve, i mosti di uve concentrati e i mosti di uve concentrati rettificati. Se i prodotti sono stati travasati in altri recipienti, la variazione ammessa è portata rispettivamente a 3 % e 4 %.

(\*) GU L 58 dell'11.3.1993, pag. 50.»

8) È inserito il seguente articolo 35 bis:

«Articolo 35 bis

#### Controlli

1. Le autorità competenti degli Stati membri prendono tutti i provvedimenti atti a consentire i controlli necessari per verificare l'identità e il volume del prodotto oggetto del contratto, nonché l'osservanza delle disposizioni dell'articolo 34.

2. I produttori sono tenuti a consentire in qualsiasi momento il controllo di cui al paragrafo 1.»

9) Il testo dell'articolo 37 è sostituito dal seguente:

«Articolo 37

#### Pagamento dell'aiuto

1. L'autorità competente versa l'aiuto entro tre mesi a decorrere dalla scadenza del contratto di magazzino.

2. In caso di risoluzione del contratto conformemente agli articoli 33 o 35, l'aiuto è corrisposto proporzionalmente alla durata effettiva del contratto. L'autorità competente versa l'aiuto entro tre mesi a decorrere dalla data di risoluzione del contratto.»

10) Il testo dell'articolo 38 è sostituito dal seguente:

«Articolo 38

#### Concessione di un anticipo

1. Il produttore può chiedere il versamento di un anticipo, che è subordinato alla costituzione di una cauzione a favore dell'autorità competente pari al 120 % dell'importo dell'anticipo. Fatto salvo l'articolo 32, l'importo dell'anticipo è calcolato in base all'importo dell'aiuto per il prodotto in causa, di cui all'articolo 25.

2. L'autorità competente versa l'anticipo entro i tre mesi successivi alla presentazione della prova della costituzione della cauzione.

3. La cauzione di cui al paragrafo 1 è svincolata non appena l'aiuto è versato dall'autorità competente.

Qualora, in conformità dell'articolo 36, paragrafo 1, lettera a), l'aiuto non sia corrisposto, le cauzioni restano totalmente incamerate.

Qualora l'applicazione dell'articolo 36, paragrafo 1, lettera b), dia luogo alla determinazione dell'importo dell'aiuto ad un livello inferiore all'anticipo già versato, l'importo della cauzione viene ridotto del 120 % dell'importo versato in eccesso rispetto all'aiuto dovuto. La cauzione così diminuita viene svincolata al più tardi tre mesi dopo la data di scadenza del contratto.

Gli Stati membri procedono agli adattamenti necessari in caso di applicazione della clausola prevista all'articolo 29, paragrafo 5, lettera i).»

11) All'articolo 43, il testo del terzo comma è sostituito dal seguente:

«Nell'ambito dell'applicazione delle distillazioni di cui al presente titolo, gli Stati membri adottano le misure necessarie per garantire l'osservanza dell'obbligo previsto al secondo comma.»

12) L'articolo 45 è modificato come segue:

a) al paragrafo 1, è aggiunto il seguente secondo comma:

«Gli Stati membri possono disporre che tale consegna debba essere effettuata prima della data indicata al primo comma.»

b) il paragrafo 2 è soppresso.

13) All'articolo 46, paragrafo 3, il testo della lettera a), punto ii), è sostituito dal testo seguente:

«ii) Nella zona viticola C: 2 litri di alcole puro (effettivo o potenziale) per 100 kg quando sono ottenuti dalle varietà classificate, per l'unità amministrativa in questione, diversamente che come varietà di uve da vinificazione; 2,8 litri di alcole puro (effettivo o potenziale) per 100 kg quando sono ottenuti dalle varietà classificate, per l'unità amministrativa in questione, unicamente come varietà di uve da vinificazione.»

14) Il testo dell'articolo 48 è sostituito dal seguente:

«Articolo 48

#### **Aiuto da corrispondere al distillatore**

1. L'importo dell'aiuto di cui all'articolo 27, paragrafo 11, lettera a), del regolamento (CE) n. 1493/1999 è fissato come segue, per titolo alcolometrico volumico (% vol) e per ettolitro di prodotti ottenuti dalla distillazione:

a) alcole neutro:

- ottenuto da vinacce: 0,8453 EUR,
- ottenuto da vini e fecce: 0,4106 EUR;

b) acquavite di vinaccia, distillato e alcole greggio ottenuti da vinacce aventi un titolo alcolometrico pari almeno a 52 % vol: 0,3985 EUR;

c) acquavite di vino e alcole greggio ottenuto da vinacce e fecce: 0,2777 EUR.

Se il distillatore fornisce la prova che il distillato o l'alcole greggio ottenuto dalla distillazione di vinacce è stato utilizzato altrimenti che come acquavite di vinaccia, gli viene corrisposto un importo supplementare di 0,3139 EUR per % vol di alcole e per ettolitro.

2. Per i quantitativi di vino consegnato alla distillazione che superano di oltre il 2 % l'obbligo del produttore di cui all'articolo 45, non è dovuto alcun aiuto.»

15) L'articolo 49 è modificato come segue:

a) il testo del paragrafo 2 è sostituito dal seguente:

«2. I produttori che, nel corso della campagna viticola in causa, non ottengono nei propri impianti individuali un quantitativo di vino o di mosto superiore a 25 ettolitri, hanno la facoltà di non procedere alla consegna.»;

b) è aggiunto il seguente paragrafo 4:

«4. In applicazione dell'articolo 27, paragrafo 8, del regolamento (CE) n. 1493/1999, gli Stati membri possono disporre, per la totalità o per una parte del loro territorio, che i produttori che non superano un livello di produzione da definirsi, ottenuto nei propri impianti individuali, possono assolvere l'obbligo di consegna dei sottoprodotti di cui ai paragrafi 3 e 6 del suddetto articolo ritirando tali prodotti sotto controllo. Tuttavia, tale livello di produzione non può superare 80 ettolitri di vino o di mosti.»;

16) All'articolo 58, il testo del primo comma è sostituito dal seguente:

«I produttori soggetti ad uno degli obblighi in materia di consegna di cui agli articoli 45 e 54, che abbiano consegnato, anteriormente al 15 luglio della campagna in corso, almeno il 90 % del quantitativo di prodotto corrispondente al loro obbligo, possono adempiere l'obbligo medesimo consegnando il quantitativo residuo anteriormente ad una data che sarà stabilita dall'autorità nazionale competente. Essa non può essere posteriore al 31 luglio della campagna successiva.»

17) L'articolo 60 è modificato come segue:

a) al paragrafo 5, è aggiunto il seguente secondo comma:

«Per la distillazione prevista all'articolo 28 del regolamento (CE) n. 1493/1999, ove lo Stato membro si avvalga della facoltà, sancita dall'articolo 55, paragrafo 2, di modulare il prezzo d'acquisto in funzione della resa per ettaro, il termine di cui al primo comma è fissato a sette mesi.»;

b) il paragrafo 6 è soppresso.

18) L'articolo 62 è modificato come segue:

a) il testo del paragrafo 2 è sostituito dal seguente:

«2. Il prezzo che l'autorità competente deve pagare al distillatore per il prodotto da questi conferito è fissato come segue per % vol di alcole e per ettolitro:

a) per quanto riguarda la distillazione di cui all'articolo 27 del regolamento (CE) n. 1493/1999:

- prezzo per l'alcole greggio ottenuto da vinacce: 1,872 EUR,
- prezzo per l'alcole greggio ottenuto da vino e fecce: 1,437 EUR;

b) per quanto riguarda la distillazione di cui all'articolo 28 del regolamento (CE) n. 1493/1999:

- prezzo per l'alcole greggio ottenuto da vino: 1,799 EUR.

Se l'alcole è immagazzinato negli impianti in cui è stato prodotto, i prezzi di cui sopra sono diminuiti di 0,5 EUR/hl di prodotto.»;

b) il paragrafo 3 è soppresso.

19) All'articolo 67, paragrafo 1, è aggiunto il terzo comma seguente:

«L'anticipo sul prezzo che l'organismo d'intervento deve versare al distillatore, che può essere previsto nel quadro dell'applicazione della distillazione di cui all'articolo 30 del regolamento (CE) n. 1493/1999, è assimilato agli aiuti di cui al secondo comma.»

20) All'articolo 73, il paragrafo 2, è soppresso.

21) L'articolo 74 è modificato come segue:

a) il testo del paragrafo 4 è sostituito dal seguente:

«4. L'organismo d'intervento recupera dal produttore un importo pari alla totalità o ad una parte dell'aiuto o dell'anticipo di cui è previsto il versamento al distillatore qualora il produttore non soddisfi alle condizioni previste dalle disposizioni comunitarie per la distillazione in questione per uno dei seguenti motivi:

a) il produttore non ha presentato la dichiarazione di raccolto, di produzione o di scorte nei termini fissati;

b) il produttore ha presentato una dichiarazione di raccolto, di produzione o di scorte riconosciuta incompleta o inesatta dall'autorità competente dello Stato membro e i dati mancanti o inesatti sono essenziali ai fini dell'applicazione del provvedimento in questione;

c) il produttore non ha ottemperato agli obblighi di cui all'articolo 37 del regolamento (CE) n. 1493/1999 e l'infrazione è stata constatata o notificata al distillatore dopo che era stato pagato il prezzo minimo sulla base di dichiarazioni precedenti.

Nel caso di cui al primo comma, lettera a), l'importo da recuperare è stabilito conformemente alle regole di cui all'articolo 12 del regolamento (CE) n. 1282/2001 della Commissione (\*).

Nel caso di cui al primo comma, lettera b), l'importo da recuperare è stabilito conformemente alle regole di cui all'articolo 13 del regolamento (CE) n. 1282/2001.

Nel caso di cui al primo comma, lettera c), l'importo da recuperare corrisponde alla totalità dell'aiuto o dell'anticipo versato al distillatore.

(\* GU L 176 del 29.6.2001, pag. 14.»;

b) è aggiunto il seguente paragrafo 5:

«5. Qualora si constati che il distillatore non ha pagato il prezzo d'acquisto al produttore entro il termine previsto all'articolo 65, paragrafo 7, l'organismo d'intervento versa al produttore, anteriormente al 1° giugno successivo alla campagna considerata, un importo pari all'aiuto o all'anticipo, se del caso tramite l'organismo d'intervento dello Stato membro del produttore. In tal caso nessun aiuto o anticipo è corrisposto al distillatore.»

22) Il testo dell'articolo 86 è sostituito dal seguente:

«Articolo 86

#### Apertura della gara

Conformemente alla procedura di cui all'articolo 75 del regolamento (CE) n. 1493/1999, la Commissione può bandire ogni trimestre una o più gare per l'esportazione di alcole in determinati paesi terzi per esclusivo uso finale nel settore dei carburanti. L'alcole deve essere importato e disidratato in un paese terzo ed essere utilizzato unicamente nel settore dei carburanti in un paese terzo.»

23) L'articolo 91 è modificato come segue:

a) al paragrafo 7, il testo del terzo comma è sostituito dal seguente:

«Nel buono di ritiro è indicato il termine entro cui deve essere effettuato il ritiro materiale dell'alcole dai depositi dell'organismo d'intervento interessato. Il termine per il ritiro non può superare 8 giorni a decorrere dalla data di consegna del buono di ritiro. Tuttavia, se il buono riguarda un quantitativo superiore a 25 000 ettolitri, il termine può essere superiore a 8 giorni ma non superiore a 15 giorni.»;

b) il testo del paragrafo 10 è sostituito dal seguente:

«10. Il ritiro materiale dell'alcole dai magazzini di ciascun organismo d'intervento interessato deve essere effettuato entro un termine da stabilire in conformità della procedura di cui all'articolo 75 del regolamento (CE) n. 1493/1999 all'apertura di una gara.»;

24) All'articolo 93, il testo del paragrafo 6 è sostituito dal seguente:

«6. Il ritiro materiale dell'alcole dai magazzini di ciascun organismo d'intervento interessato deve essere effettuato entro un termine da stabilire in conformità della procedura di cui all'articolo 75 del regolamento (CE) n. 1493/1999 all'apertura di una vendita pubblica.»

25) All'articolo 95, il paragrafo 3 è soppresso.

26) All'articolo 101 è aggiunto il seguente paragrafo 4:

«4. Fatto salvo il paragrafo 1, se l'alcole viene smerciato per uso esclusivo nel settore dei carburanti nei paesi terzi, i controlli destinati ad accertarne l'effettivo utilizzo vengono realizzati fino al momento in cui esso viene miscelato con un denaturante nel paese di destinazione.

Se l'alcole viene smerciato per essere utilizzato come bioetanolo nella Comunità, i controlli vengono realizzati fino al momento della ricezione dell'alcole da parte di un'impresa petrolifera che utilizza il bioetanolo o da parte di un'impresa riconosciuta di cui all'articolo 92, se la sorveglianza di cui al terzo comma è garantita a partire dal momento in cui la suddetta impresa riconosciuta riceve l'alcole vinico.

Nei casi previsti al primo e al secondo comma, l'alcole deve rimanere sotto la sorveglianza di un organismo ufficiale che ne garantisca l'utilizzo nel settore dei carburanti, in applicazione di uno speciale regime fiscale che impone tale utilizzo finale.»

27) Al titolo IV è inserito il seguente articolo 102 bis:

«Articolo 102 bis

### Deroga ai termini di pagamento

In deroga alle disposizioni relative ai termini di pagamento concessi alle autorità competenti degli Stati membri in virtù del presente regolamento, nel caso in cui nutrano dubbi fondati sulla legittimità del diritto all'aiuto, dette autorità effettuano opportuni controlli e il versamento ha luogo soltanto dopo che sia stato riconosciuto il diritto all'aiuto.»

28) Il testo dell'articolo 103 è sostituito dal seguente:

«Articolo 103

### Comunicazioni alla Commissione

1. Per quanto riguarda gli aiuti al magazzinaggio privato dei vini e dei mosti di cui al capo I del titolo III del regolamento (CE) n. 1493/1999, gli Stati membri comunicano:

- a) entro il 31 dicembre della campagna successiva a quella in cui i contratti sono stati stipulati, i quantitativi di mosti di uve trasformati in mosti di uve concentrati o in mosti di uve concentrati rettificati nel periodo di validità del contratto, nonché i quantitativi ottenuti;
- b) entro il 5 marzo della campagna in corso, i quantitativi di prodotti oggetto di contratto alla data del 16 febbraio.

2. Per quanto riguarda le distillazioni di cui agli articoli 27, 28 e 30 del regolamento (CE) n. 1493/1999 gli Stati membri comunicano, alla fine dei mesi di ottobre, dicembre, febbraio, aprile, giugno e agosto:

- a) i quantitativi di vino, di fecce e di vino alcolizzato distillato, relativi ai due mesi precedenti;
- b) i quantitativi di alcole, distinguendo tra alcole neutro, alcole greggio e acquavite:
  - prodotti durante il periodo precedente,
  - presi in consegna dagli organismi d'intervento durante il periodo precedente,
  - smerciati dagli organismi d'intervento durante il periodo precedente, compresa la quota esportata di tali quantitativi e i prezzi di vendita praticati,
  - detenuti dagli organismi d'intervento alla fine del periodo precedente.

3. Per quanto riguarda lo smercio dell'alcole preso in consegna dagli organismi d'intervento di cui all'articolo 31 del regolamento (CE) n. 1493/1999, gli Stati membri comunicano, alla fine di ogni mese:

- a) i quantitativi di alcole materialmente ritirato nel mese precedente a seguito di una gara;
- b) i quantitativi di alcole materialmente ritirato nel mese precedente a seguito di una vendita pubblica.

4. Per quanto riguarda la distillazione di cui all'articolo 29 del regolamento (CE) n. 1493/1999, gli Stati membri comunicano, alla fine di ogni mese:

- a) i quantitativi di vino distillati nel mese precedente;

- b) i quantitativi di alcole che hanno beneficiato dell'aiuto secondario nel mese precedente.

5. Per quanto riguarda gli aiuti a favore dei mosti concentrati e dei mosti concentrati rettificati utilizzati per l'arricchimento, di cui all'articolo 34 del regolamento (CE) n. 1493/1999, gli Stati membri comunicano, entro il 31 dicembre della campagna successiva alla campagna in corso:

- a) il numero dei produttori che hanno beneficiato dell'aiuto;

- b) i quantitativi di vino che sono stati oggetto di arricchimento;

- c) i quantitativi di mosti di uve concentrati e di mosti di uve concentrati rettificati utilizzati a tale fine ed espressi in % vol potenziale/hl, ripartiti in base alla zona viticola dalla quale provengono.

6. Per quanto riguarda gli aiuti per l'elaborazione di succhi di uve e di altri prodotti commestibili a base di tali succhi di uve, di cui all'articolo 35, paragrafo 1, lettera a), del regolamento (CE) n. 1493/1999, gli Stati membri comunicano, entro il 30 aprile per la campagna precedente:

- a) i quantitativi di materie prime per i quali è stata presentata una domanda di aiuto, distinti secondo la loro natura;

- b) i quantitativi di materie prime per i quali è stato concesso un aiuto, distinti secondo la loro natura.

7. Per quanto riguarda gli aiuti per la fabbricazione di taluni prodotti nel Regno Unito e in Irlanda, di cui all'articolo 35, paragrafo 1, lettere b) e c), del regolamento (CE) n. 1493/1999, gli Stati membri comunicano, entro il 30 aprile per la campagna precedente:

- a) i quantitativi di mosti di uve e di mosti di uve concentrati per i quali è stato chiesto un aiuto, ripartiti in base alla zona viticola da cui provengono;

- b) i quantitativi di mosti di uve e di mosti di uve concentrati per i quali è stato concesso un aiuto, ripartiti secondo la zona viticola dalla quale provengono;

- c) i prezzi pagati per i mosti di uve e i mosti di uve concentrati dagli elaboratori e dagli operatori.

8. Gli Stati membri comunicano:

- a) al più tardi il 30 aprile, per la campagna precedente, i casi di inadempimento degli obblighi che incombono ai distillatori o agli elaboratori di vino alcolizzato e i provvedimenti presi al riguardo;

- b) dieci giorni prima della fine di ogni trimestre, il seguito dato alle domande di ricorso alla clausola di forza maggiore e le misure adottate al riguardo dalle autorità competenti, nei casi contemplati dal presente regolamento.»



29) Il titolo dell'allegato I è sostituito dal seguente:

«Tabella di corrispondenza tra il titolo alcolometrico potenziale e l'indice fornito alla temperatura di 20 °C dal rifrattometro utilizzato secondo il metodo di cui all'allegato del regolamento (CEE) n. 558/93.»

30) L'allegato IV è sostituito dal testo che figura nell'allegato del presente regolamento.

*Articolo 2*

Il presente regolamento entra in vigore il giorno della pubblicazione nella *Gazzetta ufficiale dell'Unione europea*.

L'articolo 1, punti 7), 16), 19), 20), 21) e 29), si applica a decorrere dal 1° agosto 2000.

L'articolo 1, punti 1), 2), 3), 4), 5), 6), 8), 9), 10), 11), 12), 13), 14), 15), 17), 18), 27) e 28), si applica a decorrere dal 1° agosto 2003.

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

Fatto a Bruxelles, il 2 aprile 2003.

*Per la Commissione*

Franz FISCHLER

*Membro della Commissione*

---

## ALLEGATO

## «ALLEGATO IV

**METODO COMUNITARIO DI RIFERIMENTO PER L'ANALISI DELL'ALCOLE NEUTRO**I. *CONSIDERAZIONI DI CARATTERE GENERALE*

Ai fini dell'applicazione del presente allegato:

- a) il limite di ripetibilità rappresenta il valore al di sotto del quale è situato, con una probabilità specificata, il valore assoluto della differenza tra due singoli risultati ottenuti mediante misure effettuate nelle stesse condizioni (stesso operatore, stesso apparecchio, stesso laboratorio e breve intervallo di tempo);
- b) il limite di riproducibilità rappresenta il valore al di sotto del quale è situato, con una probabilità specificata, il valore assoluto della differenza tra due singoli risultati ottenuti in condizioni diverse (operatori diversi, apparecchi diversi e/o laboratori diversi e/o tempi diversi).

Per "singolo risultato" si intende il valore ottenuto applicando una volta e completamente il metodo di analisi normalizzato su un solo campione. In mancanza di indicazioni la probabilità è del 95 %.

II. *METODI***Introduzione**

## 1. PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

## 1.1. Considerazione di carattere generale

Il volume del campione di laboratorio destinato all'analisi deve normalmente essere di 1,5 l, a meno che una particolare determinazione richieda una maggiore quantità

## 1.2. Preparazione del campione

Il campione deve essere reso omogeneo prima dell'analisi.

## 1.3. Conservazione

Il campione preparato deve essere sempre conservato in un recipiente a tenuta d'aria e d'umidità e immagazzinato in modo da evitare il deterioramento; in particolare le chiusure ermetiche di sughero, gomma e plastica non devono venire in contatto diretto con l'alcole ed è espressamente vietato l'impiego della ceralacca.

## 2. REAGENTI

## 2.1. Acqua

2.1.1. Ogniqualvolta si fa menzione di acqua in relazione a soluzioni, diluizioni o lavaggio, si deve usare acqua distillata o acqua demineralizzata di purezza almeno equivalente.

2.1.2. Ogniqualvolta si fa riferimento a una "soluzione" o "diluizione" senza ulteriori indicazioni di reagenti, si intende una soluzione acquosa.

## 2.2. Prodotti chimici

Tutti i prodotti chimici, salvo diversa specificazione, devono possedere la qualità propria dei reagenti utilizzati per analisi.

## 3. APPARECCHIATURA

## 3.1. Elenco delle apparecchiature

L'elenco delle apparecchiature comprende solo voci destinate a un uso speciale e voci con una particolare specificazione.

## 3.2. Bilancia per analisi

La bilancia per analisi è una bilancia con una sensibilità di almeno 0,1 mg.

#### 4. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

##### 4.1. Risultati

Il risultato indicato nella relazione d'analisi è il valore medio ottenuto con almeno due determinazioni di soddisfacente ripetibilità (fattore "r").

##### 4.2. Calcolo dei risultati

Salvo diversa specificazione, i risultati devono essere calcolati in grammi per ettolitro di etanolo al 100 % vol.

##### 4.3. Numero di cifre significative

Il risultato non deve contenere più cifre significative di quante siano richieste dalla precisione del metodo d'analisi utilizzato.

### **Metodo 1: Determinazione del contenuto d'alcole**

Il titolo alcolometrico volumico dell'alcole deve essere determinato secondo le disposizioni nazionali vigenti o, in caso di controversia, mediante alcolometri o densimetri, quali sono definiti nella direttiva 76/765/CEE del Consiglio, del 27 luglio 1976, per il ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri in materia di alcolometri e densimetri per alcole <sup>(1)</sup>.

Esso è espresso in percentuale volumica, come prescritto dalla direttiva 76/766/CEE del Consiglio, del 27 luglio 1976, per il ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri in materia di tavole alcolometriche <sup>(2)</sup>.

### **Metodo 2: Valutazione del colore e della limpidezza**

#### 1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo consente di determinare il colore e la limpidezza dell'alcole neutro.

#### 2. DEFINIZIONE

Colore e limpidezza: il colore e la limpidezza determinati con il procedimento indicato.

#### 3. PRINCIPIO

Il colore e la limpidezza sono valutati con metodo visivo mediante confronto con acqua su fondo bianco e su fondo nero.

#### 4. APPARECCHIATURA

Cilindri di vetro, incolori, altezza minima 40 cm.

#### 5. PROCEDIMENTO

Collocare due cilindri di vetro (punto 4) sul fondo bianco o nero e riempire un cilindro con il campione fino ad una altezza di circa 40 cm e l'altro con acqua fino alla stessa altezza.

Osservare il campione dall'alto, ossia attraverso la lunghezza del cilindro, e confrontarlo con il tubo di confronto.

<sup>(1)</sup> GU L 262 del 27.9.1976, pag. 143.

<sup>(2)</sup> GU L 262 del 27.9.1976, pag. 149.

## 6. INTERPRETAZIONE

Valutare il colore e la limpidezza del campione, osservandolo come stabilito al punto 5.

**Metodo 3: Determinazione del tempo di decolorazione del permanganato**

## 1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo determina il tempo di decolorazione di una soluzione di permanganato per l'alcole neutro.

## 2. DEFINIZIONE

Il tempo di decolorazione del permanganato è il numero di minuti necessari affinché il colore del campione corrisponda al colore standard dopo l'aggiunta, al 10 ml del campione, di 1 ml d'una soluzione di 1 mmol/l di permanganato di potassio.

## 3. PRINCIPIO

Il tempo necessario affinché il colore del campione, dopo l'aggiunta del permanganato di potassio, corrisponda a un colore standard è determinato e definito come tempo di decolorazione del permanganato.

## 4. REAGENTI

4.1. Soluzione di permanganato di potassio 1 mmol/l. Preparare immediatamente prima dell'uso.

4.2. Soluzione colorata A (rossa)

— pesare esattamente 59,50 g di  $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$

— miscelare 25 ml di acido cloridrico ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ gr/ml}$ ) e 975 ml d'acqua

— al quantitativo pesato di cloruro di cobalto aggiungere una parte della miscela acido cloridrico — acqua in un matraccio tarato da 1 000 ml e portare a volume, ad una temperatura di 20 °C, col resto della miscela.

4.3. Soluzione colorata B (gialla)

— pesare esattamente 45,00 g di  $\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$

— miscelare 25 ml di HCl concentrato ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ gr/ml}$ ) e 975 ml di acqua e procedere col quantitativo pesato di cloruro di ferro come per la soluzione A.

4.4. Soluzione Standard colorata

Pipettare 13 ml della soluzione colorata A e 5,5 ml della soluzione colorata B in un matraccio tarato da 100 ml e portare a volume, ad una temperatura di 20 °C, con acqua.

*Osservazione*

Le soluzioni colorate A e B possono essere conservate per parecchi mesi ad una temperatura di 4 °C e al riparo dalla luce, mentre invece lo standard dovrebbe essere rinnovato di tanto in tanto.

## 5. APPARECCHIATURA

5.1. Tubi di Nessler da 100 ml, in vetro trasparente incolore, graduati, da 50 ml, con tappo di vetro smerigliato oppure provette incolore, aventi un diametro di circa 20 mm.

5.2. Pipette da 1, 2, 5, 10 e 50 ml.

5.3. Termometro, misurante fino a 50 °C, graduato secondo divisioni di 0,1 o 0,2.

5.4. Bilancia analitica.

5.5. Bagnomaria termostato a  $20 \pm 0,5$  °C.

5.6. Matracci tarati, da 100 ml e da 1 000 ml, con tappi di vetro smerigliato.

6. PROCEDIMENTO
  - 6.1. — Pipettare 10 ml del campione in una provetta o 50 ml in un tubo di Nessler
  - Immergere in bagnomaria a 20 °C
  - Aggiungere 1 ml o 5 ml, a seconda del quantitativo di campione usato, di soluzione di  $\text{KMnO}_4$  1 mmol/l, mescolare e lasciare a bagnomaria a 20 °C
  - Prendere nota del tempo di inizio
  - Pipettare 10 ml dello standard in una provetta dello stesso diametro o 50 ml dello standard in un tubo di Nessler
  - Osservare il cambiamento di colore del campione e confrontarlo di tanto in tanto con lo standard colorato contro uno sfondo bianco
  - Appena il campione ha lo stesso colore dello standard stabilire il tempo trascorso.

*Osservazione*

Durante la prova la soluzione del campione non può essere esposta alla luce diretta del sole.

7. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

- 7.1. Interpretazione

Il tempo di decolorazione è il tempo necessario affinché il colore del cilindro del campione corrisponda a quello del cilindro standard. Per un alcole neutro questo periodo deve corrispondere ad almeno 18 minuti alla temperatura di 20 °C.

- 7.2. Ripetibilità

La differenza tra i tempi di due prove effettuate dallo stesso campione, simultaneamente o in rapida successione, nelle medesime condizioni, non deve superare 2 minuti.

8. OSSERVAZIONI

- 8.1. Tracce di biossido di manganese hanno effetto catalizzante sulla reazione; assicurarsi che le pipette e le provette utilizzate siano state scrupolosamente pulite e siano esclusivamente riservate a questo uso. Pulirle con acido cloridrico e sciacquarle accuratamente con acqua; il vetro non deve presentare tracce brunaste.
  - 8.2. La qualità dell'acqua impiegata per preparare la soluzione diluita di permanganato (4.1) deve essere accuratamente controllata; essa non deve consumare parte del quantitativo di permanganato. Se non è possibile ottenere la qualità richiesta, occorre portare ad ebollizione acqua distillata aggiungendo una piccola quantità di permanganato per ottenere una colorazione leggermente rosa. La soluzione così ottenuta dovrà quindi essere raffreddata ed usata per la diluizione.
  - 8.3. Per taluni campioni la decolorazione può avvenire senza passare attraverso la sfumatura esatta della soluzione di riferimento.
  - 8.4. La prova del permanganato può essere falsata se il campione di alcole da analizzare non è stato conservato in un recipiente perfettamente pulito, chiuso da un tappo di vetro smerigliato sciacquato con alcole o da un altro tappo rivestito di stagno o di alluminio.

#### **Metodo 4: Determinazione delle aldeidi**

1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo determina le aldeidi dell'alcole neutro, espresse in acetaldeide.

2. DEFINIZIONE

Il tenore di aldeidi è il contenuto di aldeidi determinato con il metodo indicato, espresso in acetaldeide.

## 3. PRINCIPIO

Il colore ottenuto dopo la reazione del campione con il reagente di Schiff è confrontato con soluzioni standard il cui tenore di acetaldeide è noto.

## 4. REAGENTI

Cloridrato di *p*-Rosanilina (fuxina basica)

Solfito di sodio oppure metadisolfito di sodio anidro

Acido cloridrico, densità  $\rho_{20} = 1,19$  gr/ml.

Carbone attivo, in polvere.

Soluzione di amido, costituita da 1 g di amido solubile e da 5 mg di  $HgI_2$  (conservante) che vengono sospesi in poca acqua fredda, miscelati con 500 ml di acqua bollente, lasciati bollire per 5 minuti e filtrati dopo il raffreddamento.

Soluzione di iodio 0,05 mol/l

1-amino-etanolo  $CH_3 \times CH(NH_2)(OH)$  (P.M. 61,08).

Preparazione del reagente di Schiff

- Sciogliere 0,5 g di cloridrato di *p*-rosanilina polverizzata in circa 1 000 ml di acqua calda, in un matraccio tarato da 2 000 ml
- Se necessario, lasciare in bagnomaria fino a soluzione completa
- Sciogliere 30 g di solfito di sodio anidro (oppure un quantitativo equivalente di sodio metadisolfito) in circa 200 ml di acqua ed aggiungere alla soluzione raffreddata di *p*-rosanilina
- Lasciar riposare per circa 10 minuti
- Aggiungere 60 ml di acido cloridrico ( $\rho_{20} = 1,19$  g/ml)
- Dopo la decolorazione della soluzione — una leggera colorazione bruna può essere trascurata — portare a volume con acqua
- Se necessario, filtrare su filtro a pieghe con poco carbone attivo, in modo che la soluzione diventi incolore.

*Osservazioni*

- 1) Il reagente di Schiff deve essere preparato almeno due settimane prima dell'uso.
- 2) Il tenore di  $SO_2$  libera nel reagente deve essere compreso tra 2,8 e 6,0 mmol/1/100 ml, mentre il pH deve essere pari ad 1.

Determinazione del tenore di  $SO_2$  libera

- Pipettare 10 ml di reagente di Schiff in un Erlenmeyer da 250 ml
- Aggiungere 200 ml di acqua
- Aggiungere 5 ml di soluzione di amido
- Titolare con una soluzione iodica 0,05 mol/l fino al punto di viraggio dell'amido

Se il tenore di  $SO_2$  libera è al di fuori dei limiti indicati:

- o esso deve essere alzato con una quantità calcolata di metadisolfito di sodio (0,126 g di  $Na_2SO_3$ /100 ml di reagente di Schiff per ogni mmol di  $SO_2$  che manca)
- oppure deve essere abbassato insufflando aria.

Calcolo della  $SO_2$  libera nel reagente:

$SO_2$  libera in mmol/100 ml di reagente

$$= \frac{\text{ml consumati di soluzione iodica (0,05 mol/l)} \cdot 3,2 \cdot 100}{64 \cdot 10}$$

$$= \frac{\text{ml consumati di soluzione iodica (0,05 mol/l)}}{2}$$

*Nota importante*

Qualora vengano usati altri metodi per la preparazione del reagente di Schiff, sarà opportuno verificare la sensibilità di detto reagente. Durante la prova:

- non deve apparire alcuna colorazione con l'alcole testimone esente da aldeidi,
- la colorazione rosa deve essere percettibile a partire da 0,1 g di acetaldeide/HI alcole al 100 % vol.

- 3) Purificazione dell'1-amino-etanolo reperibile in commercio
  - sciogliere completamente 5 g di 1-amino-etanolo in circa 15 ml di alcole 100 % vol,
  - aggiungere circa 50 ml di etere dietilico secco (precipitazione dell'1-amino-etanolo)
  - lasciare in frigorifero parecchie ore
  - separare i cristalli mediante filtrazione e lavare con etere dietilico secco
  - asciugare per 3-4 ore in essiccatore a vuoto, in presenza di acido solforico.

*Osservazione*

L'1-amino-etanolo purificato deve essere bianco, altrimenti la ricristallizzazione deve essere ripetuta.

5. APPARECCHIATURA

- 5.1. Tubi colorimetrici, ciascuno dei quali munito d'un tappo di vetro smerigliato, aventi la capacità di 20 ml
- 5.2. Pipette da 1, 2, 3, 4, 5 e 10 ml.
- 5.3. Bagnomaria termostatico regolabile a  $20 \pm 0,5$  °C.
- 5.4. Spettrofotometro con cuvette aventi un percorso ottico di 500 mm.

6. PROCEDIMENTO

6.1. Osservazione preliminare

Durante la determinazione del tenore di aldeidi con questo metodo è necessario controllare che il tenore d'alcole del campione sia di almeno il 90,0 % in vol. In caso contrario esso deve essere aumentato aggiungendo un quantitativo corrispondente di etanolo esente da aldeidi.

6.2. Curva di taratura

- pesare esattamente su bilancia analitica 1,3860 g di 1-amino-etanolo puro, secco
- trasferire mediante alcole esente da aldeidi in un matraccio tarato da 1 000 ml e portare a volume ad una temperatura di 20 °C. La soluzione contiene 1 g di acetaldeide per litro
- eseguire una serie di diluizioni in due stadi, in modo che ne derivino 10 soluzioni standard aventi un tenore da 0,1 a 1,0 mg di acetaldeide per 100 ml di soluzione
- determinare i valori di estinzione di queste soluzioni standard secondo il punto 6.3 e tracciare un diagramma.

6.3. Determinazione del tenore di aldeidi

- pipettare 5 ml di campione in un tubo per colorimetria
- aggiungere 5 ml d'acqua, mescolare e mantenere alla temperatura costante di 20 °C
- parallelamente preparare un bianco con 5 ml di etanolo al 96 % vol esente da aldeidi, aggiungere 5 ml d'acqua, mescolare e mantenere anche questa soluzione a una temperatura di 20 °C
- successivamente aggiungere a ciascuno dei cilindri 5 ml di reagente di Schifi, chiudere con tappo smerigliato e agitare accuratamente
- lasciare alla temperatura di 20 °C in bagnomaria per 20 minuti
- versare i contenuti in cuvette
- determinare il valore di estinzione a 546 nm.

*Osservazioni*

- 1) Per la determinazione dei valori delle aldeidi è necessario controllare ad ogni prova la validità della curva di taratura facendo il confronto con soluzioni di riferimento, altrimenti deve essere allestita una nuova curva di taratura.
- 2) È necessario verificare che il bianco sia comunque incolore.

## 7. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

## 7.1. Formula e metodo di calcolo

Tracciare un grafico della densità ottica in funzione della concentrazione di acetaldeide e determinare, facendo riferimento a tale grafico, la concentrazione del campione.

Il tenore di aldeidi espresso in acetaldeide, g/hl di etanolo 100 % vol, è dato dalla seguente formula:

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

in cui:

A = tenore di acetaldeide nella soluzione campione, in g/hl, determinato in confronto con la curva standard.

T = titolo alcolometrico volumico del campione, determinato con il metodo 1.

## 7.2. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate dallo stesso analista sullo stesso campione, simultaneamente o in rapida successione, nelle medesime condizioni, non deve superare 0,1 g di aldeide per hl di etanolo a 100 % vol.

**Metodo 5: Determinazione degli alcoli superiori**

## 1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo determina gli alcoli superiori dell'alcole neutro, espressi in 2-metilpropan-1-olo.

## 2. DEFINIZIONE

Il tenore di alcoli superiori è il contenuto di alcoli superiori determinato col metodo indicato, espresso in 2-metilpropan-1-olo.

## 3. PRINCIPIO

Gli assorbimenti dei prodotti colorati risultanti dalla reazione tra alcoli superiori e un'aldeide aromatica in acido solforico calco (reazione di Komarowsky) sono determinati a 560 nm corretti dalla presenza di qualsiasi aldeide nel campione e confrontati con quelli prodotti dal 2-metilpropan-1-olo reagente alle medesime condizioni.

## 4. REAGENTI

4.1. Soluzione di aldeide salicilica, 1 % in peso, preparata aggiungendo 1 g di aldeide salicilica a 99 g di etanolo al 96 % vol (esente da olio di flemma).

4.2. Acido solforico, concentrato,  $d = 1,84$  g/ml.

4.3. 2-metilpropan-1-olo.

4.4. Soluzioni standard di 2-metilpropan-1-olo.

Diluire il 2-metilpropan-1-olo (4.3) con etanolo al 96 % vol in modo da ottenere una serie di standard contenenti 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 e 1,0 g di 2-metilpropan-1-olo per ettolitro di soluzione.

4.5. Soluzioni standard di acetaldeide.

Preparare le soluzioni standard di acetaldeide come descritto al punto 6.2 del metodo 4.

4.6. Etanolo al 96 % vol esente da alcoli superiori e da aldeidi.



## 5. APPARECCHIATURA

- 5.1. Spettrofotometro UV/VIS, capace di determinare l'assorbimento di soluzioni a 560 nm.
- 5.2. Cuvette per spettrofotometro aventi spessori di 10, 20 e 50 mm.
- 5.3. Bagnomaria termostato, regolabile a  $20 \pm 0,5$  °C.
- 5.4. Tubi per colorimetria (Pyrex o simili) di vetro con pareti resistenti, provvisti di tappo smerigliato, di circa 50 ml.

## 6. PROCEDIMENTO

## 6.1. Tenore di aldeidi

Determinare il tenore di aldeidi del campione, espresso in acetaldeide, secondo il metodo 4.

## 6.2. Curva di taratura: 2-metilpropan-1-olo

Versare con una pipetta 10 ml di ciascuna soluzione standard di 2-metilpropan-1-olo (4.4) in cilindri di vetro da 50 ml muniti di tappi di vetro smerigliato. Versare con una pipetta 1 ml di soluzione di aldeide salicilica (4.1) nei cilindri, quindi 20 ml di acido solforico (4.2). Mescolare bene i contenuti inclinando con cura più volte avanti e indietro i cilindri (preoccupandosi di sollevare il tappo ogni tanto). Lasciare 10 minuti a temperatura ambiente, quindi mettere a bagnomaria (5.3) ad una temperatura di  $20 \pm 0,5$  °C. Dopo 20 minuti versare il contenuto in una serie di cuvette spettrofotometro.

Esattamente 30 minuti dopo aver aggiunto l'acido solforico, determinare l'assorbimento delle soluzioni a 560 nm, usando l'acqua nella cuvetta di riferimento dello spettrofotometro.

Tracciare una curva di taratura dell'assorbimento in funzione della concentrazione del 2-metilpropan-1-olo.

## 6.3. Curva di taratura — Aldeidi

Ripetere quanto descritto al punto 6.2, sostituendo però i 10 ml di ciascuna soluzione standard di 2-metilpropan-1-olo con 10 ml di ciascuna soluzione standard di acetaldeide.

Tracciare una curva di taratura dell'assorbimento a 560 nm in funzione della concentrazione di acetaldeide.

## 6.4. Determinazione del campione

Ripetere quanto descritto al punto 6.2, sostituendo però i 10 ml delle soluzioni standard di 2-metilpropan-1-olo con 10 ml del campione.

Determinare l'assorbimento del campione.

## 7. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

## 7.1. Formula e metodo di calcolo

- 7.1.1. Rettificare l'assorbimento del campione sottraendo il valore dell'assorbimento corrispondente alla concentrazione di aldeidi nel campione (ottenuta in base alla curva di taratura tracciata come indicato al punto 6.3).
- 7.1.2. Determinare la concentrazione di alcoli superiori, nel campione, espressi in 2-metilpropan-1-olo, in base alla curva di taratura tracciata come indicato al punto 6.2, usando però l'assorbimento rettificato (7.1.1).
- 7.1.3. Il tenore di alcoli superiori, espresso in 2-metilpropan-1-olo, in g per hl etanolo al 100 % vol, è dato dalla formula:

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

in cui:

A = concentrazione di alcoli superiori nel campione, determinata come indicato al punto 7.1.2.

T = titolo alcolometrico volumico del campione, determinato con il metodo 1.

## 7.2. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate dallo stesso analista sullo stesso campione, simultaneamente o in rapida successione, nelle medesime condizioni, non deve superare 0,25 g per hl di etanolo a 100 % vol.

**Metodo 6: Determinazione dell'acidità totale**

## 1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo determina l'acidità totale dell'alcole neutro, espressa in acido acetico.

## 2. DEFINIZIONE

L'acidità totale, espressa in acido acetico, è determinata con il metodo indicato.

## 3. PRINCIPIO

Il campione, dopo essere stato degassato, è titolato con una soluzione standard d'idrossido di sodio, e l'acidità è espressa in acido acetico.

## 4. REAGENTI

4.1. Soluzione d'idrossido di sodio, 0,01 mol/l e 0,1 mol/l, conservata in modo da rendere minimo il contatto con l'anidride carbonica.

4.2. Soluzione di carminio d'indaco (A)

— pesare 0,2 g di carminio d'indaco

— sciogliere in 40 ml di acqua e portare a 100 g con etanolo. Soluzione di rossofenolo (B)

— pesare 0,2 gr di rossofenolo

— sciogliere in 6 ml di soluzione di idrossido di sodio 0,1 mol/l e portare a volume con acqua in un matraccio tarato da 100 ml.

## 5. APPARECCHIATURA

5.1. Buretta oppure titolatore automatico.

5.2. Pipetta da 100 ml.

5.3. Pallone da 250 ml con collo a smeriglio.

5.4. Refrigerante a ricadere con collo a smeriglio.

## 6. PROCEDIMENTO

— Pipettare 100 ml di campione in un pallone da 250 ml

— Aggiungere sassolini da ebollizione e portare rapidamente all'ebollizione nel refrigerante a ricadere

— Aggiungere alla soluzione calda una goccia di ciascuno degli indicatori A e B

— Successivamente titolare con soda 0,01 mol/l fino al primo viraggio da verde-giallo a violetto.

## 7. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

7.1. Formula e metodo di calcolo

Il tenore di acidità totale, espresso in gr acido acetico, per hl di etanolo a 100 % vol, è dato dalla seguente formula:

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

in cui:

V = sono i millilitri di idrossido di sodio a 0,01 mol/l necessari per la neutralizzazione.

T = è il titolo alcolometrico volumico del campione, determinato con il metodo 1.

7.2. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate dallo stesso analista sullo stesso campione, simultaneamente o in rapida successione, nelle medesime condizioni, non deve superare 0,1 g per hl di etanolo a 100 % vol.

**Metodo 7: Determinazione degli esteri**

## 1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo determina gli esteri dell'alcole neutro, espressa in acetato d'etile.

## 2. DEFINIZIONE

Il tenore di esteri è il contenuto in esteri determinato con il metodo indicato, espresso in acetato d'etile.

## 3. PRINCIPIO

Gli esteri reagiscono quantitativamente con il cloridrato d'idrossilammina in soluzione alcalina, formando acidi idrossammici. Questi poi formano complessi colorati in presenza di ione ferrico in soluzione acida. La densità ottica di tali complessi è misurata a 525 nm.

## 4. REAGENTI

- 4.1. Acido cloridrico, 4 mol/l.
- 4.2. Soluzione di cloruro ferrico, 0,37 mol/l in acido cloridrico 1 mol/l.
- 4.3. Soluzione di cloridrati di idrossilammina, 2 mol/l. Conservare in frigorifero.
- 4.4. Soluzione di idrossido di sodio, 3,5 mol/l.
- 4.5. Soluzioni standard d'acetato d'etile contenenti 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 e 1,0 g d'acetato d'etile per hl d'etanolo al 96 % vol, esente da esteri.

## 5. APPARECCHIATURA

- 5.1. Spettrofotometro d'assorbimento con cuvette aventi uno spessore di 50 mm.

## 6. PROCEDIMENTO

## 6.1. Curva di taratura

- Pesare esattamente su bilancia analitica 1,0 g di acetato di etile
- Trasferire a mezzo di alcole esente da esteri in un matraccio tarato da 1 000 ml e portare a volume, ad una temperatura di 20 °C
- Effettuare una serie di diluizioni in due fasi, in modo che si vengano ad avere 20 soluzioni standard aventi un tenore di 0,1 fino a 2,0 mg di acetato di etile per 100 ml di soluzione
- Determinare i valori di estinzione di detta soluzione di taratura conformemente al punto 6.2 e tracciare un diagramma.

## 6.2. Determinazione del tenore di esteri

- Pipettare 10 ml del campione nella provetta munita di tappo smerigliato
- Aggiungere 2 ml della soluzione di cloridrato di idrossilammina
- Parallelamente preparare il bianco con 10 ml di etanolo a 96 % vol esente da esteri e 2 ml di soluzione di cloridrato di idrossilammina
- Successivamente aggiungere a ciascun cilindro 2 ml di soda, chiudere i cilindri con tappo smerigliato e agitare accuratamente
- Lasciare per 15 m in bagnomaria a 20 °C di temperatura
- A ciascuna provetta aggiungere 2 ml di acido cloridrico, agitare
- Aggiungere 2 ml di soluzione di cloruro ferrico, mescolare accuratamente
- Versare i contenuti in cuvette
- Determinare il valore di estinzione a 525 nm.

## 7. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

## 7.1. Formula e metodo di calcolo

Tracciare il grafico della densità ottica delle soluzioni standard in funzione della loro concentrazione.

Il tenore di esteri corrispondente al valore di estinzione (espresso come acetato di etile = A) viene dedotto dal diagramma e calcolato con la formula

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

ed espresso in g/hl di etanolo al 100 % vol.

T = tenore di alcoole del campione in % vol determinato come descritto al metodo 1.

## 7.2. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate dallo stesso analista sullo stesso campione, simultaneamente o in rapida successione, nelle medesime condizioni, non deve superare 0,1 g di esteri, espressi in acetato d'etile, per hl di etanolo al 100 % vol.

**Metodo 8: Determinazione delle basi azotate volatili**

## 1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo determina le basi azotate volatili degli alcoli neutri, espresse in azoto.

## 2. DEFINIZIONE

Il tenore di basi azotate volatili è il contenuto di tali basi determinato con il metodo indicato, espresso in azoto.

## 3. PRINCIPIO

Il campione viene fatto evaporare fino a un piccolo volume, in presenza d'acido solforico, e il tenore d'ammoniaca è quindi determinato mediante la tecnica di microdiffusione di Conway.

## 4. REAGENTI

## 4.1. Acido solforico, 1 mol/l.

## 4.2. Soluzione di indicatore d'acido borico. Sciogliere 10 g d'acido borico, 8 mg di verde di bromocresolo e 4 mg di rosso di metile in una soluzione di propan-2-olo al 30 % vol e portare a 1 000 ml con l'aggiunta del propan-2-olo al 30 % vol.

## 4.3. Soluzione di idrossido di potassio, 500 g/l, privo di anidride carbonica.

## 4.4. Acido cloridrico, 0,02 mol/l.

## 5. APPARECCHIATURA

## 5.1. Capsula d'evaporazione, di capacità sufficiente ad accogliere 50 ml del campione.

## 5.2. Bagnomaria.

## 5.3. Matraccio di Conway con un coperchio a tenuta perfetta: per la descrizione e le dimensioni suggerite vedere figura 1.

## 5.4. Microburette, da 2 a 5 ml, graduate a 0,01 ml.

## 6. PROCEDIMENTO

## 6.1. Versare con una pipetta 50 ml del campione (o 200 ml del campione se si prevede un tenore d'azoto inferiore a 0,2 g per hl del campione) in una capsula di vetro, aggiungere 1 ml della soluzione d'acido solforico a 1 mol/l (4.1), porre la capsula (5.1) nel bagnomaria (5.2) e far evaporare fino a che resti approssimativamente 1 ml.

- 6.2. Versare con una pipetta 1 ml della soluzione di indicatore di acido borico (4.2) nella vaschetta interna del matraccio di Conway (5.3) e far colare il liquido residuo del processo d'evaporazione (6.1) nella vaschetta esterna. Inclinare leggermente il matraccio di Conway e aggiungere circa 1 ml della soluzione di idrossido di potassio (4.3) nella vaschetta esterna, il più rapidamente possibile ma il più lontano possibile dalla maggior parte del liquido ivi contenuto. Sigillare immediatamente il matraccio di Conway chiudendolo con un coperchio a tenuta perfetta, spalmato di grasso.
- 6.3. Mescolare le due soluzioni nella vaschetta esterna avendo cura che non vi sia nessun contatto tra i liquidi contenuti nelle due vaschette. Lasciar riposare per due ore.
- 6.4. Titolare l'ammoniaca nella vaschetta interna mediante la soluzione di acido cloridrico a 0,02 mol/l (4.4), utilizzando una microburetta (5.4) fino alla neutralizzazione. Il volume di acido utilizzato deve essere compreso tra 0,2 e 0,9 ml; sia  $V_1$ , il volume dell'acido utilizzato, espresso in ml.
- 6.5. Effettuare una titolazione in bianco ripetendo le operazioni da 6.1 a 6.4, ma sostituendo, nell'operazione 6.1, i 50 ml del campione con un identico volume d'acqua. Sia  $V_2$  il volume di acido cloridrico utilizzato, espresso in ml.

## 7. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

### 7.1. Formula e metodo di calcolo

Il tenore di basi azotate volatili del campione, in g per hl di etanolo al 100 % vol, calcolato ed espresso in azoto, è dato dalla seguente formula:

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

in cui:

$V_1$  = è il volume, in ml, dell'acido cloridrico usato per neutralizzare il campione.

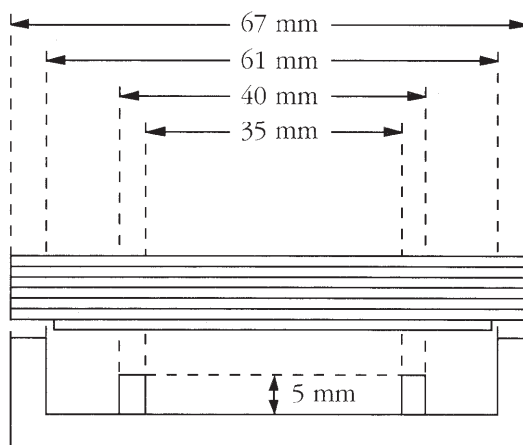
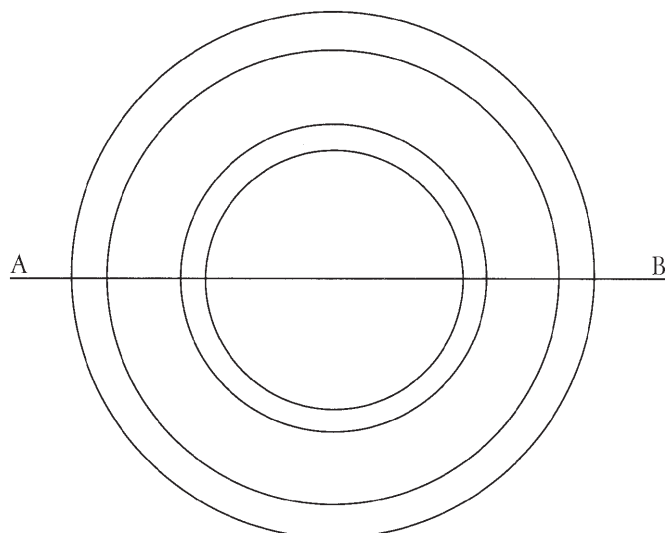
$V_2$  = è il volume, in ml, dell'acido cloridrico usato nella prova in bianco.

T = è il titolo alcolometrico volumico del campione determinato con il metodo 1.

E = è il volume di campione usato in ml.

### 7.2. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate dallo stesso analista sullo stesso campione, simultaneamente o in rapida successione, nelle medesime condizioni, non deve superare 0,05 g per hl di etanolo al 100 % vol.



Sezione verticale secondo A-B

Le dimensioni indicate sono quelle correnti

Figura 1: Reattore di Conway

### Metodo 9: Determinazione del metanolo

1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo determina la presenza di metanolo nell'alcole neutro.

2. DEFINIZIONE

Il tenore di metanolo è il contenuto di metanolo determinato con il metodo indicato.

3. PRINCIPIO

La concentrazione di metanolo è determinata iniettando direttamente il campione in un cromatografo GLC.

4. PROCEDIMENTO

È adatto qualsiasi metodo glc, purché la colonna gas-cromatografica consenta di ottenere, nelle condizioni adottate per il procedimento, una separazione netta fra metanolo acetaldeide, etanolo e acetato di etile. Il limite di rivelazione del metanolo nell'etanolo deve essere inferiore a 2 g/hl.

## 5. RIPETIBILITÀ

La differenza fra i risultati di due determinazioni effettuate dallo stesso analista sullo stesso campione, simultaneamente o in rapida successione, nelle medesime condizioni, non deve essere superiore a 2 g di metanolo per hl di etanolo al 100 % vol.

**Metodo 10: Determinazione del residuo secco**

## 1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo determina il residuo secco degli alcoli neutri.

## 2. DEFINIZIONE

Il tenore di residuo secco è il contenuto di residuo secco determinato con il metodo indicato.

## 3. PRINCIPIO

Una frazione del campione è essiccata a 103 °C e il residuo è determinato gravimetricamente.

## 4. APPARECCHIATURA

## 4.1. Bagnomaria bollente.

## 4.2. Capsula da evaporazione, di capacità adeguata.

## 4.3. Essiccatore, contenente gel di silice (o un essiccante equivalente) attivato di fresco, con un indicatore del tenore d'umidità.

## 4.4. Bilancia per analisi.

## 4.5. Stufa, controllata con termostato alla temperatura di 103 ± 2 °C.

## 5. PROCEDIMENTO

Pesare con cura, con l'approssimazione di 0,1 mg, una capsula da evaporazione pulita ed asciutta (4.2) ( $M_0$ ). Versare nella capsula con una pipetta, se necessario in parecchie volte, un quantitativo di campione sufficiente (100-250 ml) ( $V_0$ ). Porre la capsula con il campione in un bagno d'acqua bollente (4.1), portare a secco. Mettere nella stufa (4.5) a 103 °C ± 2 °C per 30 minuti, quindi trasferire il piatto con il residuo in un essiccatore (4.3). Lasciar raffreddare la capsula per 30 minuti e quindi pesare la capsula con il residuo, con l'approssimazione di 0,1 mg ( $M_1$ ).

## 6. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

## 6.1. Formula e metodo di calcolo

Il tenore di residuo secco, in g per hl di etanolo al 100 % vol, è dato dalla seguente formula:

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

in cui:

$M_0$  = è la massa, in g della capsula pulita ed asciutta.

$M_1$  = è la massa, in g, del piatto e del residuo dopo l'essiccamento.

$V_0$  = è il volume del campione preso per essere essiccato.

$T$  = è il titolo alcolometrico volumico del campione, determinato con il metodo 1.

## 6.2. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate dallo stesso analista sullo stesso campione, simultaneamente o in rapida successione, nelle medesime condizioni, non deve superare 0,5 g per hl di etanolo a 100 % vol.

**Metodo 11: prova limite per l'assenza di furfurale**

1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE  
Il metodo rivela la presenza di furfurale nell'alcole neutro.
2. DEFINIZIONE  
La concentrazione limite di furfurale rivelabile è quella determinata con il metodo indicato.
3. PRINCIPIO  
Il campione di alcole è mescolato con anilina e acido acetico glaciale. La presenza di furfurale è indicata dal colore rosa salmone che compare nella soluzione entro 20 minuti dalla miscelazione.
4. REAGENTI
  - 4.1. Anilina distillata di recente.
  - 4.2. Acido acetico glaciale.
5. APPARECCHIATURA  
Provette munite di tappi di vetro smerigliato.
6. PROCEDIMENTO  
Versare con una pipetta 10 ml del campione in una provetta (5); aggiungere 0,5 ml di anilina e 2 ml di acido acetico glaciale. Agitare la provetta in modo da miscelare il contenuto.
7. ESPRESSIONE DEI RISULTATI
  - 7.1. Interpretazione della prova limite  
Se la colorazione rosa salmone nel tubo compare prima di 20 minuti, la prova è positiva e il campione contiene furfurale.
  - 7.2. Osservazioni  
I risultati di due prove limite effettuate dallo stesso analista sullo stesso campione, simultaneamente o in rapida successione, nelle medesime condizioni, devono essere identici.

**Metodo 12: prova di assorbanza all'ultravioletto**

1. SCOPO E CAMPO D'APPLICAZIONE  
Con questo metodo viene determinata la trasparenza ottica dell'alcole neutro.
2. PRINCIPIO  
Viene misurata la trasparenza ottica del campione ed una lunghezza d'onda compresa tra 220 e 270 nm rispetto a una determinata sostanza di riferimento di elevata trasparenza ottica.
3. APPARECCHIATURA
  - 3.1. Spettrofotometro UV-VIS
  - 3.2. Cuvette di quarzo, spessore 10 mm, di trasparenza spettrale eguale.
4. REAGENTI  
n-Esao per spettroscopia.
5. PROCEDIMENTO
  - Presciacquare la cuvetta pulita con la soluzione del campione e riempirla poi con il campione, asciugando la cuvetta all'esterno
  - Trattare nello stesso modo la cuvetta (le cuvette) di riferimento con n-Esano e riempire
  - Determinare i valori di estinzione e tracciare un diagramma.



## 6. INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI

Le estinzioni constatate a 270, 240, 230 e 220 nm non devono superare i seguenti valori: 0,02; 0,08; 0,18 e 0,3.

La curva di estinzione deve essere un decorso regolare e uniforme.

### **Metodo 13: Determinazione del tenore di $^{14}\text{C}$ nell'etanolo**

#### 1. PROCEDIMENTO PER INDIVIDUARE IL TIPO DI ALCOLE

La determinazione del tenore di  $^{14}\text{C}$  nell'etanolo rende possibile la distinzione tra alcole di materie prime fossili (il cosiddetto alcole sintetico) e alcole da materie prime recenti (il cosiddetto alcole di fermentazione).

#### 2. DEFINIZIONE

Con l'espressione "tenore di  $^{14}\text{C}$  nell'etanolo" si intende il tenore di  $^{14}\text{C}$  determinato con il procedimento descritto qui di seguito.

Il tenore naturale di  $^{14}\text{C}$  nell'atmosfera (valore di riferimento) che viene assorbito dalle piante viventi mediante assimilazione, non è un valore costante. Di conseguenza il valore di riferimento per l'etanolo viene determinato ogni volta dalle materie prime dell'ultimo periodo di crescita. Questo valore di riferimento, denominato valore annuo di riferimento, viene determinato ogni anno mediante analisi effettuate in cooperazione tra l'Ufficio comunitario di riferimento ed il Centro comune di ricerca di Ispra.

#### 3. PRINCIPIO

Il tenore di  $^{14}\text{C}$  viene direttamente determinato mediante contatore a scintillazione liquida in campioni contenenti alcole in ragione di almeno l'85 % in peso di etanolo.

#### 4. REAGENTI

##### 4.1. Soluzione per scintillazione al toluene

5,0 g di 2,5-difenilossazolo (PPO)

0,5 g di p-Bis-[4-metil-5-fenilossazolil(2)]-benzene (dimetil-POPOP) in 1 litro di toluene per analisi.

Possono essere usati anche scintillatori al toluene di questa composizione, disponibili in commercio e pronti per l'uso.

##### 4.2. Standard di $^{14}\text{C}$

n-Esadecano con  $^{14}\text{C}$ , avente un'attività di circa  $1 \times 10^6$  dpm/g (circa  $1,67 \cdot 10^6$  cBq/g) e una precisione dell'attività determinata di  $\pm 2$  % rel.

##### 4.3. Etanolo esente da $^{14}\text{C}$

Alcole di sintesi proveniente da materie prime di origine fossile con un contenuto minimo di 85 % in peso di etanolo per la determinazione dell'effetto zero.

##### 4.4. Alcole proveniente da materie prime recenti, del più recente periodo di crescita con un contenuto minimo dell'85 % in peso di etanolo come materiale di riferimento.

#### 5. APPARECCHIATURA

##### 5.1. Spettrometro per scintillazione liquida a più canali, provvisto di calcolatore e di standardizzazione automatica esterna nonché di indicazione del cosiddetto rapporto standard-canale esterno (versione disponibile di solito: 3 canali di misurazione e 2 canali per lo standard esterno).

##### 5.2. Provetta di conteggio povera di potassio, adatta all'apparecchio, con tappo a vite scuro, con protezione interna di polietilene.

##### 5.3. Pipette a volume fisso da 10 ml.

##### 5.4. Dosatore automatico da 10 ml.

##### 5.5. Pallone da 250 ml con collo a smeriglio.

- 5.6. Distillatore di alcole provvisto di cappa, ad esempio quello di Micko.
- 5.7. Microsiringa da 50  $\mu$ l.
- 5.8. Imbuto per picnometria, picnometro da 25 ml e da 50 ml.
- 5.9. Termostato che consente di mantenere una temperatura costante di  $\pm 0,01$  °C.
- 5.10. Tavole alcolometriche pratiche conformi alla direttiva 76/766/CEE del Consiglio, del 27 luglio 1976, per il ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri in materia di tavole alcolometriche, pubblicate dalla Commissione delle Comunità europee (ISBN 92-825-0146-9).

## 6. PROCEDIMENTO

### 6.1. Regolazione dell'apparecchio

La regolazione dell'apparecchio viene eseguita secondo le prescrizioni dei relativi fabbricanti. Le condizioni ottimali di misurazione si verificano quando il valore  $E^2/B$ , il cosiddetto indice di qualità, è al massimo.

E = Efficienza

B = Base (effetto zero)

Saranno ottimizzati solo 2 canali di misurazione. Il terzo canale di misurazione resta totalmente aperto a scopo di controllo.

### 6.2. Selezione delle provette da conteggio

Un numero di provette da conteggio superiore a quelle che serviranno successivamente viene riempito ciascuna con 10 ml di alcole sintetico esente da  $^{14}\text{C}$  e 10 ml della soluzione per scintillazione (4.1) al toluene e ciascuna provetta viene singolarmente misurata almeno 4 volte per 100 min. Le provette il cui effetto zero si discosta di oltre il  $\pm 1$  % rel dal valore medio vengono scartate. Ai fini della selezione vengono usate esclusivamente provette nuove provenienti da uno stesso lotto.

### 6.3. Determinazione del rapporto canale-standard esterno (RCSE)

Con la registrazione del canale di cui al punto 6.1, durante la determinazione dell'efficienza, con l'ausilio del corrispondente programma di calcolo, viene determinato, il rapporto canale-standard esterno (RCSE). Come standard esterno deve essere usato il Cesio 137, che viene già predisposto nell'apparecchio dal fabbricante.

### 6.4. Allestimento del campione

Per la misurazione vengono usati campioni con un tenore minimo di etanolo dell'85 % in peso ed esenti da impurezze che assorbono al di sotto di 450 nm. Le piccole quantità di aldeidi ed esteri non interferiscono. Si scartano i primi ml e si raccoglie il distillato direttamente nel picnometro ed il tenore di alcole del campione è determinato con il picnometro. I valori da determinare vengono ricavati dalle tavole alcoliche ufficiali.

## 7. MISURAZIONE DEI CAMPIONI CON LO STANDARD ESTERNO

- 7.1. I campioni a debole estinzione, come quelli descritti al paragrafo 6.4, con un valore RCSE di circa 1,8, possono essere misurati con il rapporto standard esterno-canale, che è un termine di misura per il coefficiente di efficienza.

### 7.2. Procedimento

10 ml di ciascuno dei campioni preparati secondo il punto 6.4 vengono pipettati in una provetta da conteggio già controllata (selezionata) per l'effetto zero e in ciascuna di queste ultime vengono aggiunti 10 ml della soluzione per scintillazione al toluene (4.1), per mezzo di un dosatore automatico. I campioni contenuti nelle provette di conteggio vengono omogeneizzati con un opportuno numero di rotazioni, evitando che il liquido bagni lo strato di polietilene del tappo a vite. Nello stesso modo ai fini della determinazione dell'effetto zero, viene preparata una provetta da conteggio con etanolo fossile esente da  $^{14}\text{C}$ . Per verificare il relativo valore annuale del  $^{14}\text{C}$  viene preparato un duplicato di alcole recente proveniente dall'ultimo periodo di crescita, mescolando al contenuto di una delle provette da conteggio lo standard interno secondo il punto 8.

I campioni di controllo, nonché quello relativo all'effetto zero vengono messi all'inizio della serie di misurazioni, la quale non deve comprendere più di 10 campioni da analizzare. Il tempo di misurazione totale per campione è di almeno 2 per 100 min. e la misurazione di ciascuno dei singoli campioni deve essere effettuata ogni volta di 100 min., per poter riconoscere un'eventuale deriva degli apparecchi o altri disturbi (un ciclo comprende dunque un intervallo di misurazione di 100 min. per campione).

I campioni a effetto zero e quelli di controllo devono essere ripreparati dopo quattro settimane.

Questo procedimento di misurazione richiede un dispendio minimo di materiale e di tempo. È particolarmente adatto per normali laboratori nei quali viene esaminato un numero elevato di campioni.

Nel caso di campioni a bassa assorbanza (valore rapporto canale-standard esterno all'incirca 1,8) coefficiente di efficienza viene influenzato solo minimamente dal mutamento di questo valore. Se questo mutamento non supera il  $\pm 5\%$  rel, il calcolo può essere effettuato con lo stesso coefficiente di efficienza. Nel caso di campioni con un'assorbanza più elevata, come ad esempio gli alcoli denaturati, il coefficiente di efficienza può essere determinato con la cosiddetta curva di correzione dell'assorbanza. Se non si dispone di un adeguato programma di calcolo, è necessario procedere a misure con lo standard interno, e in questo caso il coefficiente di efficienza viene determinata in modo univoco.

## 8. MISURE DEI CAMPIONI CON LO STANDARD INTERNO ESADECANO $^{14}\text{C}$

### 8.1. Procedimento

I campioni di controllo e quelli ad effetto zero (etanolo recente e fossile) nonché il materiale sconosciuto vengono misurati in doppio. Un campione del duplicato viene messo in una provetta non selezionata alla quale è stata aggiunta una quantità esattamente dosata (30  $\mu\text{l}$ ) di esadecano  $^{14}\text{C}$  come standard interno [attività aggiunta circa 26 269 dpm/gC (circa 43 782 cBq/gC)]. Per quanto si riferisce alla restante preparazione dei campioni e al tempo di misurazione si deve procedere come viene spiegato nel paragrafo 7.2, ovvero nei campioni con standard interno il tempo di misurazione, mediante la prerogolazione incorporata, deve essere limitato a  $10^5$  impulsi per circa 5 minuti. Per misure in serie (10 campioni per analisi) si prepara ogni volta una prova in doppio di campione di controllo e per quelle ad effetto zero che vengono poste all'inizio della serie di misurazioni.

### 8.2. Utilizzazione dello standard interno e delle provette di conteggio

Nelle misurazioni eseguite con lo standard interno, per evitare contaminazioni, la conservazione e la manipolazione dello stesso devono essere eseguite in un altro locale diverso da quello di preparazione e misurazione dei campioni analitici. Dopo la misurazione le provette ad effetto zero possono essere riutilizzate. I tappi a vite e le provette contenenti gli standard interni vengono eliminati.

## 9. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

### 9.1. L'unità di misura dell'attività di una sostanza radioattiva è il Becquerel, 1 Bq = 1 disintegrazione/sec.

L'indicazione della radioattività specifica viene fatta in Becquerel riferendosi ad 1 grammo di carbonio = Bq/gC.

Per ottenere valori più vicini alla pratica, è conveniente esprimere il risultato in Centibecquerel = cBq/gC.

Le indicazioni e formule di calcolo usate finora in letteratura, che sono basate sul dpm, possono essere per il momento mantenute. Per ottenere il corrispondente valore in Centibecquerel, è necessario soltanto moltiplicare il valore dpm trovato per il fattore 100/60

### 9.2. Misure con lo standard esterno

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

### 9.3. Misure con lo standard interno

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

### 9.4. Abbreviazioni

- $\text{cpm}_{\text{pr}}$  = Tasso di conteggio dei campioni per tutto il tempo di misurazione
- $\text{cpm}_{\text{NE}}$  = Tasso di conteggio del campione ad effetto zero determinato nello stesso modo
- $\text{cpm}_{\text{IS}}$  = Tasso di conteggio dei campioni provvisti di standard interno
- $\text{dpm}_{\text{IS}}$  = Quantità di standard interno aggiunta (radioattività calcolata in dpm)
- V = Volume dei campioni usati in ml
- F = Tenore in grammi di alcole puro per ml a seconda della concentrazione
- Z = Coefficiente di efficienza corrispondentemente al valore del rapporto canale-standard esterno
- 1,918 = Grammi di alcole/1 g di carbonio

## 10. ATTENDIBILITÀ DEL METODO

### 10.1. Ripetibilità (r)

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

## 10.2. Riproducibilità (R)

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

---