

REGULAMENTO DE EXECUÇÃO (UE) 2023/383 DA COMISSÃO**de 16 de fevereiro de 2023**

que altera o Regulamento (CE) n.º 2870/2000 que estabelece métodos de análise comunitários de referência aplicáveis no setor das bebidas espirituosas e revoga o Regulamento (CEE) n.º 2009/92 que determina os métodos de análise comunitários do álcool etílico de origem agrícola utilizado na elaboração das bebidas espirituosas, dos vinhos aromatizados, das bebidas espirituosas à base de vinho e dos *cocktails* aromatizados de produtos vitivinícolas

A COMISSÃO EUROPEIA,

Tendo em conta o Tratado sobre o Funcionamento da União Europeia,

Tendo em conta o Regulamento (UE) 2019/787 do Parlamento Europeu e do Conselho, de 17 de abril de 2019, relativo à definição, designação, apresentação e rotulagem das bebidas espirituosas, à utilização das denominações das bebidas espirituosas na apresentação e rotulagem de outros géneros alimentícios e à proteção das indicações geográficas das bebidas espirituosas, à utilização de álcool etílico e de destilados de origem agrícola na produção de bebidas alcoólicas, e que revoga o Regulamento (CE) n.º 110/2008 ⁽¹⁾, nomeadamente o artigo 20.º, n.º 1, alínea d),

Considerando o seguinte:

- (1) A definição e os requisitos aplicáveis ao álcool etílico de origem agrícola, estabelecidos no artigo 5.º do Regulamento (UE) 2019/787, foram alterados pelo Regulamento Delegado (UE) 2022/1303 da Comissão ⁽²⁾, nomeadamente a fim de alinhar os limites máximos de certos resíduos com os parâmetros técnicos atualmente utilizados pelo setor e pela maioria dos laboratórios de análise.
- (2) Neste contexto, considera-se necessário alterar o Regulamento (CE) n.º 2870/2000 da Comissão ⁽³⁾, a fim de alargar o âmbito de aplicação dos métodos de referência estabelecidos no anexo à análise do álcool etílico de origem agrícola.
- (3) Importa estabelecer o título alcoométrico volúmico do álcool etílico de origem agrícola com base no método de referência previsto no capítulo I do anexo do Regulamento (CE) n.º 2870/2000, dado tratar-se do método instituído atualmente utilizado na análise das bebidas espirituosas. Para o efeito, é conveniente estabelecer que o álcool etílico de origem agrícola deve ser considerado um destilado cujo título alcoométrico volúmico é medido diretamente e não após a destilação. No entanto, uma vez que os densímetros automáticos indicam um resultado incoerente quando o álcool injetado não é límpido, é conveniente prever que a amostra seja destilada nesse caso.
- (4) A fim de determinar a origem do álcool etílico, nomeadamente o facto de ter sido obtido a partir de produtos enumerados no anexo I do Tratado, é conveniente retomar o método n.º 13 estabelecido no Regulamento (CE) n.º 625/2003 da Comissão ⁽⁴⁾, atualmente obsoleto, que se destina a determinar o teor de ¹⁴C do etanol e permite distinguir entre álcool sintético e álcool de fermentação.
- (5) A determinação do acetato de etilo, do acetaldeído, dos álcoois superiores e do metanol no álcool etílico de origem agrícola deve basear-se nos métodos de referência estabelecidos no capítulo III, ponto III.2, do anexo do Regulamento (CE) n.º 2870/2000, uma vez que se trata de métodos instituídos atualmente utilizados na análise de várias bebidas espirituosas.

⁽¹⁾ JO L 130 de 17.5.2019, p. 1.

⁽²⁾ Regulamento Delegado (UE) 2022/1303 da Comissão, de 25 de abril de 2022, que altera o Regulamento (UE) 2019/787 do Parlamento Europeu e do Conselho no respeitante à definição e aos requisitos aplicáveis ao álcool etílico de origem agrícola (JO L 197 de 26.7.2022, p. 71).

⁽³⁾ Regulamento (CE) n.º 2870/2000 da Comissão, de 19 de dezembro de 2000, que estabelece métodos de análise comunitários de referência aplicáveis no setor das bebidas espirituosas (JO L 333 de 29.12.2000, p. 20).

⁽⁴⁾ Regulamento (CE) n.º 625/2003 da Comissão, de 2 de abril de 2003, que altera o Regulamento (CE) n.º 1623/2000 que fixa, no respeitante aos mecanismos de mercado, as regras de execução do Regulamento (CE) n.º 1493/1999 do Conselho que estabelece a organização comum do mercado vitivinícola (JO L 90 de 8.4.2003, p. 4).

- (6) O método de referência para a determinação do furfural deve basear-se no método instituído previsto para a análise do furfural em bebidas espirituosas, que é o método de cromatografia líquida para compostos de madeira estabelecido no capítulo X do anexo do Regulamento (CE) n.º 2870/2000.
- (7) Uma vez que existe uma diferença de teor alcoólico entre o álcool etílico de origem agrícola e as bebidas espirituosas para as quais existem métodos de análise de referência estabelecidos no anexo do Regulamento (CE) n.º 2870/2000, e tendo em conta que as concentrações de substâncias voláteis (ésteres, aldeídos, álcoois superiores) previstas para o álcool etílico de origem agrícola são consideravelmente inferiores às de algumas bebidas espirituosas, é conveniente prever pequenas adaptações desses métodos para ter em conta essas diferenças.
- (8) O Regulamento (CE) n.º 2870/2000 deve, portanto, ser alterado em conformidade.
- (9) O Regulamento (CEE) n.º 2009/92 da Comissão ⁽⁵⁾ diz respeito à análise do álcool etílico de origem agrícola. Desde a sua adoção, as regras relativas aos métodos de análise evoluíram com a revogação do Regulamento (CEE) n.º 1238/92 da Comissão ⁽⁶⁾, relativo à análise do álcool neutro, pelo Regulamento (CE) n.º 1623/2000 da Comissão ⁽⁷⁾, bem como com a adoção da definição e dos requisitos aplicáveis ao álcool etílico de origem agrícola previstos no artigo 5.º do Regulamento (UE) 2019/787. O Regulamento (CEE) n.º 2009/92 está, portanto, a tornar-se obsoleto.
- (10) Por razões de clareza e de segurança jurídica, o Regulamento (CEE) n.º 2009/92 deve ser revogado.
- (11) As medidas previstas no presente regulamento estão em conformidade com o parecer do Comité das Bebidas Espirituosas,

ADOTOU O PRESENTE REGULAMENTO:

Artigo 1.º

Alterações do Regulamento (CE) n.º 2870/2000

O Regulamento (CE) n.º 2870/2000 é alterado do seguinte modo:

- 1) É inserido o seguinte artigo 1.º-A:

«Artigo 1.º-A

1. O presente regulamento é aplicável ao álcool etílico de origem agrícola na aceção do artigo 5.º do Regulamento (UE) 2019/787 do Parlamento Europeu e do Conselho (*).
2. Os métodos de análise de referência da União aplicáveis ao álcool etílico de origem agrícola são os estabelecidos no anexo do presente regulamento.
3. Para efeitos do presente regulamento, o álcool etílico de origem agrícola é considerado um destilado cujo título alcoométrico volúmico é medido diretamente, em conformidade com o capítulo I, apêndice II, do anexo.

Não obstante, caso a amostra de álcool não seja límpida ou apresente partículas visíveis em suspensão, deve ser destilada.

4. Para a determinação de substâncias voláteis, é necessária uma calibração com a solução-padrão C preparada em etanol absoluto, para obter uma correspondência de matrizes adequada entre as amostras e as soluções-padrão descritas no capítulo III.2 do anexo.

⁽⁵⁾ Regulamento (CEE) n.º 2009/92 da Comissão, de 20 de julho de 1992, que determina os métodos de análise comunitários do álcool etílico de origem agrícola utilizado na elaboração das bebidas espirituosas, dos vinhos aromatizados, das bebidas espirituosas à base de vinho e dos *cocktails* aromatizados de produtos vitivinícolas (JO L 203 de 21.7.1992, p. 10).

⁽⁶⁾ Regulamento (CEE) n.º 1238/92 da Comissão, de 8 de maio de 1992, que estabelece os métodos comunitários de análise do álcool neutro aplicáveis no setor do vinho (JO L 130 de 15.5.1992, p. 13).

⁽⁷⁾ Regulamento (CE) n.º 1623/2000 da Comissão, de 25 de julho de 2000, que fixa, no respeitante aos mecanismos de mercado, as regras de execução do Regulamento (CE) n.º 1493/1999 que estabelece a organização comum do mercado vitivinícola (JO L 194 de 31.7.2000, p. 45).

5. Para a determinação de furfural, tal como descrito no capítulo X do anexo, o álcool etílico de origem agrícola deve ser diluído para metade por adição de água, de modo a duplicar o seu volume inicial e atingir um título alcoométrico volúmico compatível com as soluções de calibração. Os resultados da análise de furfural devem ser convertidos em gramas por hectolitro de álcool a 100 % vol., em conformidade com a equação “Concentração de furfural, em gramas por hectolitro de álcool a 100 % vol. = Concentração do furfural em mg/l × 10/título alcoométrico volúmico (% vol.)”, em que o título alcoométrico volúmico (% vol.) é o título alcoométrico volúmico da amostra medida, tal como determinado no capítulo I do anexo.
6. Para a determinação do teor de ¹⁴C do etanol, utiliza-se o método descrito no capítulo XI do anexo.

(*) Regulamento (UE) 2019/787 do Parlamento Europeu e do Conselho, de 17 de abril de 2019, relativo à definição, designação, apresentação e rotulagem das bebidas espirituosas, à utilização das denominações das bebidas espirituosas na apresentação e rotulagem de outros géneros alimentícios e à proteção das indicações geográficas das bebidas espirituosas, à utilização de álcool etílico e de destilados de origem agrícola na produção de bebidas alcoólicas, e que revoga o Regulamento (CE) n.º 110/2008 (JO L 130 de 17.5.2019, p. 1).»;

- 2) O anexo é alterado em conformidade com o anexo do presente regulamento.

Artigo 2.º

Revogação do Regulamento (CEE) n.º 2009/92

O Regulamento (CEE) n.º 2009/92 é revogado.

Artigo 3.º

Entrada em vigor

O presente regulamento entra em vigor no vigésimo dia seguinte ao da sua publicação no *Jornal Oficial da União Europeia*.

O presente regulamento é obrigatório em todos os seus elementos e diretamente aplicável em todos os Estados-Membros.

Feito em Bruxelas, em 16 de fevereiro de 2023.

Pela Comissão
A Presidente
Ursula VON DER LEYEN

ANEXO

O anexo do Regulamento (CE) n.º 2870/2000 é alterado do seguinte modo:

- 1) No índice, é aditado o capítulo seguinte:
«XI. Determinação do teor de ^{14}C do etanol»;
- 2) No ponto 5 (Material e reagentes) da parte III.2 (Determinação de compostos voláteis aparentados em bebidas espirituosas por cromatografia em fase gasosa: aldeídos, álcoois superiores, acetato de etilo e metanol) do capítulo III, inserem-se os seguintes pontos:
«5.13.-A Apenas para o álcool etílico de origem agrícola: etanol absoluto (CAS 64-17-5).»;
«5.14.1-A Apenas para o álcool etílico de origem agrícola: a solução-padrão A deve ser preparada pipetando os reagentes com volumes reduzidos de álcoois superiores, com o objetivo de obter soluções-padrão com concentrações próximas dos limites legais para o álcool etílico de origem agrícola.»;
«5.14.2-A Apenas para o álcool etílico de origem agrícola: a solução-padrão B deve ser preparada pipetando um padrão interno adequado com os volumes reduzidos, com o objetivo de obter soluções-padrão com concentrações próximas dos limites legais para o álcool etílico de origem agrícola.»;
- 3) É aditado o seguinte capítulo XI:

«XI. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ^{14}C DO ETANOL

1. **Introdução**

A determinação do teor de ^{14}C do etanol permite estabelecer a distinção entre o álcool proveniente de matérias-primas fósseis (denominado álcool de síntese) e o álcool proveniente de matérias-primas não fósseis (denominado álcool de fermentação).

2. **Definição**

Por teor de ^{14}C entende-se o teor de ^{14}C determinado pelo método presentemente descrito ou pelo método descrito no método C da norma EN 16640.

O teor natural de ^{14}C proveniente da atmosfera (valor de referência) assimilado pelas plantas vivas não é constante. Por isso, o valor de referência é, de cada vez, determinado a partir do etanol proveniente de matérias-primas dos últimos períodos de crescimento. Este valor de referência anual é determinado de acordo com a norma EN 16640. Todavia, pode aceitar-se outro valor de referência desde que seja certificado por um organismo acreditado.

3. **Princípio**

O teor de ^{14}C de amostras que contenham uma percentagem-massa de etanol não inferior a 85 % é determinado diretamente num contador de cintilação líquida.

4. **Reagentes**

4.1. Cintilador à base de tolueno

5,0 g de 2,5-difeniloxazole (PPO)

0,5 g de *p*-bis-[4-metil-5-feniloxazol-2-il]-benzeno (dimetil-POPOP) em 1 litro de tolueno de qualidade analítica.

Podem também utilizar-se cintiladores à base de tolueno de origem comercial, prontos a utilizar, que possuam uma composição idêntica.

4.2. Norma ^{14}C

n-Hexadecano marcado com ^{14}C , com uma atividade aproximada de 1×10^6 dpm/g (cerca de $1,67 \times 10^6$ cBq/g) e uma precisão de atividade garantida de ± 2 %

4.3. Etanol isento de ^{14}C

Álcool de síntese, proveniente de matérias-primas fósseis, com uma percentagem-massa de etanol não inferior a 85 %, para a determinação do ruído de fundo.

4.4. Álcool de matérias-primas não fósseis do último período de crescimento, com uma percentagem-massa de etanol não inferior a 85 %, como material de referência.

5. Equipamento

- 5.1. Contador de cintilação líquida de vários canais, equipado com um sistema de cálculo e com possibilidade de padronização automática externa, bem como indicação da distribuição dos canais (na maioria dos casos, utilizam-se três canais de medida e dois canais externos de padronização).
- 5.2. Frascos de contagem com baixo teor de hidróxido de potássio, adequados para o aparelho em causa e munidos de tampas roscadas revestidas internamente com polietileno.
- 5.3. Pipetas de 10 ml.
- 5.4. Sistema automático de dosagem, adequado para amostras de 10 ml.
- 5.5. Balões de fundo redondo de 250 ml, com rolha esmerilada.
- 5.6. Dispositivo para a destilação do álcool, munido de um sistema de aquecimento.
- 5.7. Microseringa de 50 μ l.
- 5.8. Picnómetros de 25 e 50 ml, munidos de funil. Em alternativa, devem ser permitidos equipamentos equivalentes, como a densimetria eletrónica.
- 5.9. Termóstato com uma temperatura constante de $\pm 0,01$ °C.

6. Procedimento

6.1. Otimização do aparelho

O ajuste do aparelho deverá efetuar-se de acordo com as instruções do fabricante. As condições ótimas de operação correspondem a um valor máximo do quociente E_2/B , em que:

E = eficiência eletrónica,

B = ruído de fundo do aparelho (*background*).

Proceder-se-á à otimização de dois canais, destinando-se o terceiro às operações de controlo.

6.2. Seleção dos frascos de contagem

Encher um número de frascos de contagem superior ao necessário com 10 ml de álcool de síntese isento de ^{14}C e 10 ml de cintilador à base de tolueno, procedendo às determinações de cintilação num intervalo de tempo mínimo de 4 ciclos \times 100 minutos. Os frascos que exibam um desvio superior a ± 1 % relativamente ao valor médio deverão ser rejeitados. No processo de seleção, devem utilizar-se apenas frascos de contagem novos e provenientes do mesmo lote.

6.3. Determinação da relação de canais para o padrão externo (ESKV)

A par do ajuste dos canais referido no ponto 6.1, o cálculo do valor correspondente à distribuição dos canais externos de padronização (ESKV) é efetuado por intermédio do respetivo programa de cálculo, aquando da determinação da eficiência de contagem. Como padrão externo, deve-se utilizar cézio-137, que se encontra já incorporado no aparelho.

6.4. Preparação da amostra

As amostras a analisar deverão possuir um teor de etanol não inferior a 85 %, encontrar-se isentas de impurezas suscetíveis e apresentar uma absorvância inferior a 450 nm. A pequena fração de ésteres e aldeídos eventualmente presente no destilado não interfere no processo posterior. Determina-se previamente o teor alcoólico da amostra com uma aproximação de 0,1 %.

7. Medição das amostras com o padrão externo

- 7.1. As amostras que possuam um coeficiente de extinção mais baixo, preparadas de acordo com o processo descrito em 6.4, que apresentem um valor de ESKV da ordem de 1,8, podem ser medidas por recurso à distribuição dos canais externos de padronização, de acordo com a eficiência de contagem:

7.2. Medição

Pipetar 10 cm³ de amostra preparada de acordo com o método descrito no ponto 6.4, para cada frasco de contagem anteriormente selecionado. Adicionar 10 cm³ de cintilador à base de tolueno, por recurso a um dispositivo de dosagem automática. Proceder à homogeneização das amostras, agitando os frascos de modo a que o conteúdo não atinja a camada de polietileno das tampas. Do mesmo modo, pipetar para um frasco de contagem etanol de origem fóssil, isento de ¹⁴C, para a determinação do ruído do aparelho. Para controlar o valor anual de referência de ¹⁴C, preparar um duplicado de etanol do último período de crescimento, a adicionar a um frasco de contagem que contenha o padrão interno referido no ponto 8.

As primeiras determinações devem abranger as amostras para controlo do valor de referência, bem como as amostras destinadas à determinação do ruído do aparelho. Não se deve proceder a mais de dez determinações em cada série de amostras. O tempo de análise total para cada amostra é de, pelo menos, 2 × 100 minutos, repartidos em frações de 100 minutos, com vista a prever eventuais oscilações do aparelho ou outras perturbações (cada ciclo compreende, assim, um intervalo de medida de 100 minutos por amostra).

As amostras destinadas às determinações do ruído e controlo do valor de referência devem renovar-se de 4 em 4 semanas.

Nas amostras com coeficiente de extinção mais baixo (valor de ESKV da ordem de 1,8), a alteração deste valor não tem consequências significativas, no que se refere à eficiência de contagem. Assim, se esta alteração for da ordem de ± 5 % rel., pode-se utilizar nos cálculos o mesmo valor de eficiência de contagem. Nas amostras com um coeficiente de extinção superior, nomeadamente amostras que contenham álcool desnaturado, a eficiência de contagem pode ser verificada por recurso à curva de correção relativa àqueles coeficientes. No caso de não se ter acesso a um programa de cálculo, deve determinar-se a eficiência de contagem com rigor, por recurso a um padrão interno.

8. Medição das amostras com um padrão interno de ¹⁴C hexadecano

8.1. Procedimento

As medições referentes às amostras de controlo (álcool de origem não fóssil), bem como às amostras em estudo devem efetuar-se em duplicado. Deve introduzir-se um duplicado de cada amostra nos frascos de contagem não selecionados, juntando uma quantidade rigorosa (30 µl) de hexadecano marcado com ¹⁴C (padrão interno), que fornece uma atividade adicional de cerca de 26 269 dpm/gC (43 782 cBq/gC, aproximadamente). No que se refere à preparação das restantes amostras e aos respetivos tempos de medida, procede-se de acordo com a descrição fornecida no ponto 7.2, devendo-se, no caso das amostras que contenham o padrão interno, limitar o tempo de medida a cerca de 5 minutos, regulando a pré-contagem para 10⁵ impulsos. Por cada série de determinações, devem preparar-se duplicados para controlo do valor de referência e determinação do ruído de fundo, a efetuar no início da referida série.

8.2. Manuseamento do padrão interno e dos frascos de contagem

Com vista a evitar quaisquer contaminações durante o processo de medição com o padrão interno, a preparação das amostras e as determinações devem efetuar-se num local afastado dos locais de armazenagem e manuseamento das restantes amostras. Após as determinações, os frascos selecionados na determinação do ruído de fundo poderão ser utilizados de novo. As tampas de rosca e os frascos utilizados nas medições com o padrão interno devem ser rejeitados.

9. Expressão dos resultados

9.1. A unidade de atividade de uma substância radioativa é o becquerel (1 Bq = 1 desintegração/s).

A indicação da radioatividade específica é fornecida em becquerel por grama de carbono (Bq/gC).

Com vista a obter valores fiáveis, os resultados devem ser apresentados em centibecquerel (cBq/gC).

As definições e fórmulas de cálculo apresentadas na bibliografia menos recente, expressas em dpm, também podem ser utilizadas. Para converter a centibecquerel os valores expressos em dpm, basta multiplicá-los pelo fator 100/60.

9.2. Cálculo com o padrão externo

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

9.3. Cálculo com o padrão 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. Abreviaturas

- cpm_{pr} = taxa de contagem relativa à amostra, obtida através da média das determinações totais.
 cpmNE = taxa de impulso correspondente ao ruído do aparelho, determinada de modo idêntico.
 cpmIS = taxa de contagem relativa às amostras, com padrão interno.
 dpmIS = quantidade de padrão interno adicionado (radioatividade de calibração, expressa em dpm).
 V = volume de amostra, expresso em cm^3 .
 F = teor de álcool puro, expresso em gramas por cm^3 .
 Z = eficiência de contagem correspondente ao valor de ESKV.
 $1,918$ = gramas de álcool/g de carbono.

10. Precisão do método

10.1. Repetibilidade (r)

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

10.2. Reprodutibilidade (R)

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