

32003R0625

8.4.2003

JURNALUL OFICIAL AL UNIUNII EUROPENE

L 90/4

**REGULAMENTUL (CE) NR. 625/2003 AL COMISIEI
din 2 aprilie 2003**

**de modificare a Regulamentului (CE) nr. 1623/2000 de stabilire a normelor de aplicare a Regulamentului
(CE) nr. 1493/1999 al Consiliului privind organizarea comună a pieței vitivinicole în ceea ce privește
mecanismele de piață**

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Europene,

având în vedere Regulamentul (CE) nr. 1493/1999 al Consiliului din 17 mai 1999 privind organizarea comună a pieței vitivinicole ⁽¹⁾, astfel cum a fost modificat ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 2585/2001 ⁽²⁾, în special articolele 26, 33 și 36,

întrucât:

- (1) Titlul I capitolul I din Regulamentul (CE) nr. 1623/2000 al Comisiei ⁽³⁾, astfel cum a fost modificat ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 1795/2002 ⁽⁴⁾, stabilește normele de aplicare a regimului de ajutoare pentru utilizarea strugurilor, a mustului de struguri, a mustului de struguri concentrat sau a mustului de struguri concentrat rectificat. Experiența a arătat că este necesar să se precizeze mai detaliat produsele comestibile neeligibile în cadrul acestui regim, să se reducă sarcinile administrative impuse utilizatorilor și operatorilor de sucuri și să se introducă măsuri adecvate de control al utilizării corespunzătoare a sucului. Procentajul din cantitățile de produse comestibile care trebuie supus controlului trebuie să fie mai ridicat decât în alte domenii, deoarece produsul este adesea utilizat în alt stat membru decât cel în care se plătește ajutorul.
- (2) În cadrul regimului de ajutoare pentru mustul utilizat în vederea creșterii tăriei alcoolice a produselor vitivinicole, este necesar să se modifice trimiterea la metoda de determinare a tăriei alcoolice. Pentru a facilita sarcina statelor membre, este necesar să li se încredințeze administrarea cererilor de ajutoare. De asemenea, pentru a se putea efectua un control detaliat și eficace, este necesar să se precizeze modalitățile de control.
- (3) Pentru a se asigura un tratament egal al cazurilor problematice, ar trebui să se armonizeze dispozițiile referitoare la plata ajutoarelor prevăzute de diferitele regimuri de ajutoare reglementate de Regulamentul (CE) nr. 1623/2000.
- (4) Pentru a se putea efectua un control detaliat și eficace în cazul ajutoarelor pentru depozitarea privată a vinurilor, este necesar să se prevadă modalitățile de control și să se precizeze marjele de toleranță pentru verificarea tăriei alcoolice a mustului de struguri, a mustului de struguri concentrat și a mustului de struguri concentrat rectificat. Pentru a facilita plata avansurilor în cadrul acestei măsuri, ar trebui să se modifice procedura administrativă aferentă.

(5) În ceea ce privește procedura de distilare a subproduselor de vinificație, ar trebui să se adapteze nivelul ajutoarelor și al prețurilor în funcție de tipul subproduselor. În consecință, ar trebui să se elimine ajutorul forfetar și prețul forfetar. De asemenea, pentru a răspunde schimbărilor structurale din cadrul sectorului, ar trebui să li se permită statelor membre în cauză să extindă derogarea de la obligația de livrare a subproduselor în vederea distilării la anumite categorii de producători.

(6) În cazul în care un stat membru hotărăște să adapteze prețul de achiziție al vinului plătit producătorilor în funcție de randament, în conformitate cu procedurile de distilare prevăzute la articolul 28 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, ar trebui să fie posibilă prelungirea termenului limită de plată a ajutorului către distilatori.

(7) Pentru a asigura derularea corectă a tranzacțiilor financiare din cadrul distilării de criză, prevăzute la articolul 30 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, ar trebui să se confirme faptul că plățile în avans aferente prețului care trebuie plătit distilatorilor de către agenția de intervenție sunt asimilate ajutoarelor prevăzute pentru alte distilări.

(8) Pentru toate măsurile de distilare, ar trebui să se anuleze dispoziția în conformitate cu care o parte din vinul controlat se consideră ca fiind reprezentativă pentru totalitatea vinului livrat în vederea distilării. De asemenea, avansurile plătite pentru distilarea de criză și asimilate ajutoarelor ar trebui incluse în sistemul de sancțiuni și ar trebui să se prevadă același mecanism în cazul tuturor distilărilor, pentru a asigura plata prețului minim al vinului către producător, în cazul în care distilatorul nu-l plătește.

(9) Experiența a arătat că este necesară adaptarea procedurilor de comercializare a alcoolului obținut în cadrul diferitelor măsuri de distilare și deținut de agențiile de intervenție. Prin urmare, termenele limită de ridicare efectivă a alcoolului ar trebui să se stabilească de la caz la caz pentru cantitățile mari importante. Pentru a crește posibilitățile de comercializare, este necesară eliminarea limitărilor geografice existente cu privire la vânzarea alcoolului. De asemenea, este necesar să se precizeze condițiile de control al destinației alcoolului utilizat în sectorul carburanților.

(10) Întrucât administrarea măsurilor de intervenție presupune comunicarea către Comisie a numeroase informații de către statele membre, este necesară stabilirea modalității de realizare a acestei cerințe.

(11) Regulamentul (CE) nr. 1623/2000 trebuie modificat în consecință.

⁽¹⁾ JO L 179, 14.7.1999, p. 1.

⁽²⁾ JO L 345, 29.12.2001, p. 10.

⁽³⁾ JO L 194, 31.7.2000, p. 45.

⁽⁴⁾ JO L 272, 10.10.2002, p. 15.

- (12) Anumite modificări își propun să clarifice dispozițiile existente sau să aducă anumite precizări suplimentare și sunt favorabile comercianților de pe piață. Acestea trebuie, așadar, să se aplice retroactiv.
- (13) Alte modificări vizează îmbunătățirea condițiilor care reglementează acțiunile izolate de comercializare a alcoolului. Acestea trebuie, așadar, să se aplice de la data publicării prezentului regulament.
- (14) Marea majoritate a modificărilor prevăd modificări tehnice referitoare la măsurile de gestionare a pieței. Pentru a evita perturbarea desfășurării anului de recoltă în curs, aceste modificări trebuie să se aplice începând cu următorul an de recoltă.
- (15) Măsurile prevăzute de prezentul regulament sunt conforme cu avizul Comitetului de gestionare a vinului,

ADOPTĂ PREZENTUL REGULAMENT:

Articolul 1

Regulamentul (CE) nr. 1623/2000 se modifică după cum urmează:

1. Titlul 1 capitolul 1 se înlocuiește cu textul următor:

„CAPITOLUL I

PRODUCEREA SUCULUI DE STRUGURI

Articolul 3

Obiectul ajutorului

Ajutorul prevăzut la articolul 35 alineatul (1) litera (a) din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999 se acordă operatorilor care:

- fiind ei înșiși producători sau grupuri de producători, transformă sau dau spre transformare strugurii proveniți din recolta lor, precum și mustul de struguri sau mustul de struguri concentrat obținute în întregime din propria lor recoltă în suc de struguri sau
- cumpără direct sau indirect de la producători sau de la grupuri de producători struguri produși în Comunitate, precum și must de struguri sau must de struguri concentrat, în vederea transformării acestora în suc de struguri.

Mustul de struguri și mustul de struguri concentrat utilizat trebuie să provină din struguri produși în Comunitate.

Articolul 4

Producerea altor produse comestibile pe bază de suc de struguri

Sucul de struguri sau sucul de struguri concentrat obținut poate fi transformat în orice produse comestibile, altele decât produsele vitivinicole menționate de anexa I la Regulamentul (CE) nr. 1493/1999 sau produsele menționate la articolul 35 alineatul (1) literele (b) și (c) din același regulament.

Articolul 5

Cerințe tehnice referitoare la produse

- Materiile prime pentru producerea sucului de struguri, menționate la articolul 3, trebuie să fie de calitate bună, originală și comercială și adecvate pentru transformarea în suc de struguri.
- Mustul de struguri utilizat, precum și mustul provenit din struguri utilizat, trebuie să aibă o densitate, la 20 °C, cuprinsă între 1,055 și 1,100 grame pe centimetru cub.
- În momentul utilizării în vederea obținerii de produse comestibile, sucul de struguri trebuie să fie conform cu Directiva 2001/112/CE a Consiliului (*).

Articolul 6

Norme administrative impuse operatorilor în vederea controlului

- Operatorii care desfășoară operațiuni de producție de suc de struguri în timpul anului de recoltă în curs prezintă autorității competente a statului membru, înainte de începutul fiecărui an de recoltă, un program de transformare pentru obținerea sucului de struguri. În cazul în care operatorul desfășoară pentru prima dată activitatea de producere a sucului de struguri după începutul anului de recoltă, programul trebuie să fie stabilit înainte de începerea operațiunilor.

Programul de transformare trebuie să conțină următoarele informații:

- natura materiilor prime destinate transformării (struguri, must de struguri sau must de struguri concentrat);
- locul de depozitare a mustului de struguri și a mustului de struguri concentrat destinat transformării;
- locul în care se va desfășura transformarea.

- Operatorii care efectuează operațiuni de producere a sucului de struguri numai la date definite prezintă o declarație de transformare autorității competente a statului membru, cu cel puțin trei zile lucrătoare înaintea începerii acestor operațiuni.

Declarația de transformare trebuie să conțină următoarele informații:

- informațiile prevăzute la alineatul (1) paragraful al doilea;
- cantitatea de struguri, de must de struguri sau de must de struguri concentrat destinată transformării;
- densitatea mustului de struguri sau a mustului de struguri concentrat;
- data începerii operațiunilor de transformare și durata probabilă a acestora.

Declarația trebuie să se refere la o cantitate minimă de:

- 1,3 tone pentru struguri;
- 10 hectolitri pentru mustul de struguri;
- 3 hectolitri pentru mustul de struguri concentrat.

- Pe lângă informațiile menționate la alineatele (1) și (2), statele membre pot să solicite operatorilor informații suplimentare.

(4) Autoritatea competentă a statului membru vizează programele sau declarațiile prevăzute la alineatele (1) și (2) și trimite o copie a acestora operatorului.

(5) Prin derogare de la alineatele (1), (2) și (3), statele membre pot să prevadă proceduri simplificate în cazul operatorilor care utilizează o cantitate maximă de 5 tone de struguri sau de 40 hl de must de struguri sau de 12 hl de must de struguri concentrat în fiecare an de recoltă.

(6) Operatorii țin o evidență a stocurilor, înregistrând următoarele informații extrase din documentele de însoțire sau din registrele menționate la articolul 70 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999:

- (a) cantitățile și densitatea materiilor prime recepționate în fiecare zi și, după caz, numele și adresa vânzătorului;
- (b) cantitățile și densitatea materiilor prime utilizate în fiecare zi;
- (c) cantitățile de suc de struguri produse în fiecare zi;
- (d) cantitatea de suc de struguri care iese în fiecare zi din localul său, precum și numele și adresa destinatarului sau cantitatea de suc de struguri utilizată în fiecare zi de către operator.

Documentele justificative ale evidenței stocurilor sunt puse la dispoziția autorităților de control în timpul oricărei verificări.

Articolul 7

Norme administrative impuse utilizatorilor în vederea controlului

(1) În sensul prezentului capitol, se înțelege prin «utilizator» orice comerciant care execută una dintre următoarele operațiuni: îmbutelierea, împachetarea sau ambalarea sucului de struguri sau a sucului de struguri concentrat, depozitarea în vederea vânzării către una sau mai multe întreprinderi responsabile pentru efectuarea operațiunilor precedente sau următoare sau pentru producerea altor produse comestibile pe baza acestui suc.

Aceste operațiuni pot fi executate și de către operatori, în conformitate cu articolul 3.

(2) Utilizatorii prezintă autorității competente din locul de descărcare un angajament scris prin care se obligă să nu transforme suc de struguri în produsele vitivinicole menționate de anexa I la Regulamentul (CE) nr. 1493/1999 sau în produsele menționate la articolul 35 alineatul (1) literele (b) și (c) din respectivul regulament.

Statele membre stabilesc cerințele de prezentare a acestui angajament. Cu toate acestea, angajamentul trebuie să fie prezentat înaintea utilizării sucului de struguri sau a sucului de struguri concentrat și până la patru luni de la depunerea cererii de ajutor menționate la articolul 8 din prezentul regulament.

Exportul este considerat ca fiind compatibil cu aceste angajamente.

(3) În cazul în care operatorii expediază suc de struguri unui utilizator din interiorul Comunității:

- (a) operatorii indică în documentul de însoțire menționat la articolul 70 alineatul (1) din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999 dacă producerea sucului de struguri a făcut sau va face obiectul unei cereri de ajutor din partea acestora, precum și data efectivă sau prevăzută pentru depunerea acestei cereri;
- (b) utilizatorii trimit documentul de însoțire autorității competente din locul de descărcare în termen de 5 zile de la recepția produsului;
- (c) în cazul în care utilizatorii expediază suc primit către alt operator din interiorul Comunității, aceștia trebuie să se asigure că acel operator semnează angajamentul lor scris și trebuie să îl prezinte autorității competente în termenul prevăzut la alineatul (2) paragraful al doilea;
- (d) după primirea angajamentului scris, autoritatea competentă vizează documentul de însoțire și trimite o copie a documentului de însoțire vizat operatorului de suc de struguri în cauză în termen de 30 de zile de la primirea angajamentului.

(4) În temeiul articolului 2 din Regulamentul (CE) nr. 2729/2000 al Comisiei (**), autoritatea competentă efectuează controale prin sondaj în timpul anului de recoltă, pe baza unei analize de risc, pentru a asigura respectarea angajamentului menționat la alineatul (2) din prezentul articol. Controalele se referă la cel puțin 10 % din cantitățile care fac obiectul cererilor de vizare a documentelor de însoțire prevăzute la alineatul (3) litera (d) din prezentul articol, primite în timpul anului de recoltă precedent.

Articolul 8

Cererile de ajutor

(1) Operatorii menționați la articolul 6 alineatul (1) depun cererile de ajutor la autoritatea competentă a statului membru în termen de șase luni de la încheierea anului de recoltă. Acestea trebuie să fie însoțite de următoarele documente:

- (a) o copie a programului de transformare menționat;
- (b) o copie a evidenței stocurilor menționate la articolul 6 alineatul (6) sau un rezumat al acesteia; statele membre pot să solicite ca această copie sau acest rezumat să fie certificate de către o autoritate de control.

Statele membre pot să solicite documente suplimentare.

(2) Operatorii menționați la articolul 6 alineatul (2) depun cererile de ajutor la autoritatea competentă a unui stat membru în termen de șase luni de la încheierea operațiunilor de transformare. Acestea trebuie să fie însoțite de următoarele documente:

- (a) o copie a declarației de transformare menționate;
- (b) o copie a evidenței operative menționate la articolul 6 alineatul (6) sau un rezumat al acesteia; statele membre pot să prevadă ca aceste copii sau rezumate să fie certificate de către o autoritate de control.

Cererile de ajutor trebuie să indice cantitatea de materii prime prelucrată efectiv și data la care s-au încheiat operațiunile de transformare.

(3) Operatorul prezintă autorității competente a statului membru, în termen de șase luni de la depunerea cererii de ajutor:

- (a) o copie a documentului de însoțire vizat de autoritatea competentă, în conformitate cu articolul 7 alineatul (3) litera (d);
- (b) o copie a documentului de însoțire purtând ștampila vămii care certifică exportul.

(4) Prin derogare de la alineatele (1) și (2), statele membre pot să prevadă proceduri simplificate în cazul operatorilor care utilizează, în fiecare an de recoltă, o cantitate maximă de 5 tone de struguri sau de 40 hl de must de struguri sau de 12 hl de must de struguri concentrat. Aceste proceduri trebuie să fie finalizate în termen de șase luni de la încheierea anului de recoltă.

Articolul 9

Sumele și regulile aferente ajutoarelor

(1) Ajutoarele pentru utilizarea strugurilor, a mustului de struguri și a mustului de struguri concentrat se stabilesc pe unitate cantitativă de materie primă utilizată efectiv, după cum urmează:

- (a) pentru struguri: 4, 952 EUR la 100 kg;
- (b) pentru must de struguri: 6, 193 EUR la hl;
- (c) pentru must de struguri concentrat: 21, 655 EUR la hl.

(2) Cu excepția cazurilor de forță majoră, nu se plătește nici un ajutor pentru cantitățile de materii prime care depășesc următorul raport între materia primă și sucul de struguri obținut:

- (a) 1,3 pentru struguri, în 100 kg/hl;
- (b) 1,05 pentru must, în hl/hl;
- (c) 0,30 pentru must concentrat, în hl/hl.

În cazul în care produsul obținut este suc de struguri concentrat, acești coeficienți se înmulțesc cu cinci.

Articolul 10

Plata ajutorului

Autoritatea competentă plătește ajutorul în termen de trei luni de la data prezentării documentației solicitate, menționate la articolul 8.

Articolul 11

Acordarea avansurilor

(1) Operatorii pot să solicite plata unui avans în sumă egală cu valoarea ajutorului menționat la articolul 9, calculat pentru materiile prime pentru care pot să facă dovada intrării în spațiul de transformare, cu condiția ca aceștia să fi constituit o garanție în favoarea autorității competente. Această garanție este egală cu 120 % din valoarea avansului.

(2) Avansurile se plătesc de către autoritatea competentă în termen de trei luni de la prezentarea dovezii constituirii garanției. Cu toate acestea, avansurile nu se plătesc înainte de 1 ianuarie a anului de recoltă respectiv.

(3) După verificarea de către autoritatea competentă a documentației solicitate, menționate la articolul 8 din prezentul regulament, garanția menționată la alineatul (1) din prezentul articol este eliberată, total sau parțial, în conformitate cu procedura prevăzută la articolul 19 din Regulamentul (CEE) nr. 2220/85.

Articolul 11a

Sanctiuni și cazuri de forță majoră

(1) În cazul în care operatorul prezintă cu întârziere documentația solicitată, menționată la articolul 8, însă în termen de șase luni de la expirarea termenului menționat de același articol, ajutorul se reduce cu 30 %.

În cazul în care operatorul prezintă documentația după încheierea celor șase luni menționate mai sus, ajutorul nu se mai acordă.

(2) În cazul în care, cu ocazia unui control, se constată nerespectarea de către utilizator a angajamentelor menționate la articolul 7 alineatele (2) și (3), ajutorul este recuperat de la operator. În cazul în care utilizatorul are reședința într-un stat membru, altul decât cel în care se află reședința operatorului, statul membru în cauză comunică de îndată această nerespectare a angajamentelor statului membru în care își are reședința operatorul.

(3) Cu excepția cazurilor de forță majoră, în cazul în care se constată că operatorii nu și-au respectat obligațiile impuse în conformitate cu prezentul capitol, altele decât obligația de a transforma în suc de struguri materiile prime care fac obiectul cererii de ajutor, se reduce valoarea ajutorului. Statul membru în cauză stabilește nivelul acestei reduceri.

(4) În cazul în care cantitatea de materie primă utilizată efectiv este cuprinsă între 95 % și 99,9 % din cantitatea pentru care a fost acordat avansul, se pierde garanția menționată la articolul 11, aferentă cantității care nu a fost transformată în cursul anului de recoltă.

Cu excepția cazurilor de forță majoră, în cazul în care cantitatea de materie primă utilizată efectiv reprezintă mai puțin de 95 % din cantitatea pentru care a fost acordat avansul, garanția se pierde integral.

(5) În cazuri de forță majoră, autoritatea competentă a statului membru determină măsurile pe care le consideră adecvate, ținând seama de motivele invocate, și informează Comisia cu privire la aceasta.

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

(**) JO L 316, 15.12.2000, p. 16.”

2. La articolul 13, alineatul (2) se înlocuiește cu textul următor:

„(2) Tăria alcoolică potențială a produselor menționate la alineatul (1) se determină prin aplicarea datelor din tabelul de corespondență prevăzut de anexa I la prezentul regulament la indicația furnizată de un refractometru, la temperatura de 20 °C, utilizat în conformitate cu metoda prevăzută de anexa la Regulamentul (CE) nr. 558/93 al Comisiei (*).

Se admite o toleranță de 0,2 în cazul unui control al autorităților competente.

(*) JO L 58, 11.3.1993, p. 50.”

3. La articolul 14, se adaugă paragraful al treilea următor:

„Cu toate acestea, statele membre pot să prevadă posibilitatea de a depune mai multe cereri de ajutor având ca obiect o parte din operațiunile de creștere a tăriei alcoolice.”

4. Se adaugă următorul articol 14a:

„Articolul 14a

Controale

(1) Autoritățile competente ale statelor membre iau toate măsurile pentru a asigura controalele necesare, în special în vederea verificării identității și a volumului produsului utilizat pentru creșterea tăriei alcoolice, precum și a respectării dispozițiilor prevăzute la literele C și D din anexa V la Regulamentul (CE) nr. 1493/1999.

(2) Producătorii sunt obligați să permită în orice moment controlul menționat la alineatul (1).”

5. Articolul 16 se înlocuiește cu textul următor:

„Articolul 16

Plata ajutorului

Autoritatea competentă plătește ajutorul până la 31 august care urmează sfârșitului anului de recoltă în curs.”

6. La articolul 29 alineatul (1), litera (c) se înlocuiește cu textul următor:

„(c) datele furnizate la temperatura de 20 °C de un refractometru, utilizat în conformitate cu metoda menționată de anexa la Regulamentul (CEE) nr. 558/93. Se admite o toleranță de 0,5 pentru mustul de struguri și de 1 pentru mustul de struguri concentrat și mustul de struguri concentrat rectificat.”

7. La articolul 34, alineatul (2) se înlocuiește cu textul următor:

„(2) Sub rezerva alineatului (6), produsele care fac obiectul contractului pot fi supuse numai tratamentelor sau proceselor oenologice care sunt necesare conservării acestora. Se

admite o variație a volumului înscris în contract, care nu poate să depășească 2 % pentru vinuri și 3 % pentru mustul de struguri, mustul de struguri concentrat și mustul de struguri concentrat rectificat. La schimbarea cazilor, variația admisă este de 3 %, respectiv de 4 %.”

8. Se adaugă următorul articol 35a:

„Articolul 35a

Controale

(1) Autoritățile competente ale statelor membre iau toate măsurile necesare pentru a asigura controalele în vederea verificării identității și volumului produsului care face obiectul contractului, precum și a respectării dispozițiilor articolului 34.

(2) Producătorii sunt obligați să permită în orice moment controlul menționat la alineatul (1).”

9. Articolul 37 se înlocuiește cu textul următor:

„Articolul 37

Plata ajutorului

(1) Autoritatea competentă plătește ajutorul în termen de trei luni de la data expirării contractului de depozitare.

(2) În cazurile în care contractul a fost reziliat, în conformitate cu articolele 33 sau 35, ajutorul se acordă proporțional cu durata efectivă a contractului. Autoritatea competentă plătește ajutorul în termen de trei luni de la data încetării contractului.”

10. Articolul 38 se înlocuiește cu textul următor:

„Articolul 38

Acordarea avansurilor

(1) Producătorii pot să solicite acordarea unui avans, cu condiția ca aceștia să fi constituit o garanție egală cu 120 % din valoarea avansului, în favoarea autorității competente. Sub rezerva articolului 32, valoarea avansului se calculează pe baza valorii ajutorului pentru produsul în cauză, menționat la articolul 25.

(2) Avansurile se plătesc de către autoritatea competentă în termen de trei luni de la prezentarea dovezii constituirii garanției.

(3) Din momentul în care ajutorul este plătit de către autoritatea competentă, se eliberează garanția menționată la alineatul (1).

În cazul în care se pierde dreptul la ajutor în conformitate cu articolul 36 alineatul (1) litera (a), garanția se pierde integral.

În cazul în care, în temeiul articolului 36 alineatul (1) litera (b), se stabilește o valoare a ajutorului inferioară sumei deja vărsate, valoarea garanției se reduce cu 120 % din suma vărsată care depășește ajutorul datorat. Garanția astfel diminuată se eliberează în termen de trei luni de la data expirării contractului.

Statele membre efectuează adaptările necesare în cazul aplicării clauzei prevăzute la articolul 29 alineatul (5) punctul (i).”

11. La articolul 43, paragraful al treilea se înlocuiește cu textul următor:

„În sensul operațiunilor de distilare menționate de prezentul titlu, statele membre iau măsurile necesare pentru a asigura respectarea obligației prevăzute la paragraful al doilea.”

12. Articolul 45 se modifică după cum urmează:

- (a) la alineatul (1), se adaugă paragraful al doilea următor:

„Statele membre pot să prevadă ca livrarea să aibă loc înainte de data menționată la primul paragraf.”;

- (b) alineatul (2) se elimină.

13. La articolul 46 alineatul (3) litera (a), punctul (ii) se înlocuiește cu textul următor:

„(ii) în zona vitivinicolă C: doi litri de alcool pur cu tăria alcoolică dobândită sau potențială la 100 de kilograme, în cazul în care este obținut din soiuri care figurează în clasificarea soiurilor de viță-de-vie pentru unitatea administrativă în cauză ca soiuri, altele decât soiuri pentru struguri de vin; 2,8 litri de alcool pur cu tăria alcoolică dobândită sau potențială la 100 kilograme, în cazul în care este obținut din soiuri care figurează în clasificarea pentru unitatea administrativă în cauză numai ca soiuri pentru struguri de vin;”

14. Articolul 48 se înlocuiește cu textul următor:

„Articolul 48

Ajutorul acordat distilatorilor

(1) Ajutorul menționat la articolul 27 alineatul (11) litera (a) din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999 se stabilește, pe % vol. de alcool și pe hectolitrul de produs obținut prin distilare, după cum urmează:

- (a) pentru alcoolul neutru:
- obținut din marc: 0,8453 EUR;
 - obținut din vin și din drojdie de vin: 0,4106 EUR;
- (b) pentru rachiul distilat din marc și distilatele sau alcoolul brut obținute din marc, având o tărie alcoolică de cel puțin 52 % vol.: 0,3985 EUR;
- (c) pentru rachiul de vin și alcoolul brut obținut din vinuri și din drojdie de vin: 0,2777 EUR.

În cazul în care distilatorul prezintă dovada faptului că distilatul sau alcoolul brut obținute prin distilarea marcului au fost utilizate altfel decât ca rachi distilat din marc, se acordă o sumă suplimentară de 0,3139 EUR/% vol./hl.

(2) Nu se acordă nici un ajutor pentru cantitățile de vin livrate spre distilare care depășesc cu peste 2 % obligația producătorului în conformitate cu articolul 45.”

15. Articolul 49 se modifică după cum urmează:

- (a) alineatul (2) se înlocuiește cu textul următor:

„(2) Producătorii care, în cursul anului de recoltă în cauză, nu produc mai mult de 25 de hectolitri de vin sau must, obținut de ei înșiși în spațiile proprii, pot să nu livreze nici o cantitate.”;

- (b) se adaugă alineatul (4) următor:

„(4) În conformitate cu articolul 27 alineatul (8) din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, statele membre pot să prevadă, pentru totalitatea sau o parte a teritoriului lor, ca producătorii care nu depășesc un nivel de producție care urmează a fi stabilit, obținut de ei înșiși în spațiile proprii, pot să se achite de obligațiile de livrare a subproduselor menționate la alineatele (3) și (6) din același articol, prin retragerea sub control a acestor produse. Cu toate acestea, acest nivel de producție nu poate depăși 80 hl de vin sau de must.”

16. La articolul 58, primul paragraf se înlocuiește cu textul următor:

„Producătorii supuși uneia dintre obligațiile menționate la articolele 45 și 54 care au livrat, până la 15 iulie a anului de recoltă în curs, cel puțin 90 % din cantitatea de produs corespunzătoare obligației lor, pot să se achite de această obligație livrând cantitatea rămasă într-un termen care urmează a fi stabilit de autoritatea națională competentă, care nu poate depăși data de 31 iulie a anului de recoltă următor.”

17. Articolul 60 se modifică după cum urmează:

- (a) la alineatul (5), se adaugă paragraful al doilea următor:

„În cazul distilării menționate la articolul 28 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999 și în cazul practicării de către statul membru a unui preț de achiziție diferențiat în funcție de randamentul la hectar, în conformitate cu articolul 55 alineatul (2), termenul menționat la primul paragraf este de șapte luni.”;

- (b) alineatul (6) se elimină.

18. Articolul 62 se modifică după cum urmează:

- (a) alineatul (2) se înlocuiește cu textul următor:

„(2) Prețul care se plătește distilatorului de către autoritatea competentă pentru produsul livrat se stabilește în % vol./hl, după cum urmează:

- (a) distilarea în conformitate cu articolul 27 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999:

— alcool brut obținut din marc: 1,872 EUR;

— alcool brut obținut din vin și din drojdie de vin: 1,437 EUR;

- (b) distilarea în conformitate cu articolul 28 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999:

— alcool brut obținut din vin: 1,799 EUR.

În cazul în care alcoolul este depozitat în spațiile în care a fost produs, prețurile de mai sus se reduc cu 0,5 EUR pe hectolitrul de alcool.”;

- (b) alineatul (3) se elimină.

19. La articolul 67 alineatul (1), se adaugă paragraful al treilea următor:

„Avansul din suma care se plătește distilatorului de către agenția de intervenție, care poate fi prevăzut în cadrul distilării menționate la articolul 30 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, este asimilat ajutoarelor prevăzute la paragraful al doilea.”

20. La articolul 73, alineatul (2) se elimină.

21. Articolul 74 se modifică după cum urmează:

(a) alineatul (4) se înlocuiește cu textul următor:

„(4) Agenția de intervenție recuperează de la producător o sumă egală cu valoarea totală sau parțială a ajutorului sau a avansului care se plătește distilatorului în cazul în care producătorul nu îndeplinește condițiile prevăzute de dispozițiile comunitare cu privire la operațiunea de distilare în cauză, din oricare dintre următoarele motive:

(a) producătorul nu a prezentat declarația de recoltă, de producție sau de stoc în termenele stabilite;

(b) autoritatea competentă a statului membru constată că producătorul a prezentat o declarație de recoltă, de producție sau de stoc incompletă sau inexactă și datele lipsă sau inexacte sunt esențiale pentru aplicarea măsurii în cauză;

(c) producătorul nu a respectat obligațiile prevăzute la articolul 37 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999 și nerespectarea a fost constatată sau notificată distilatorului după plata prețului minim pe baza declarațiilor precedente.

În cazul prevăzut la primul paragraf litera (a), suma de recuperat se determină în conformitate cu normele prevăzute la articolul 12 din Regulamentul (CE) nr. 1282/2001 al Comisiei (*).

În cazul prevăzut la primul paragraf litera (b), suma de recuperat se determină în conformitate cu normele prevăzute la articolul 13 din Regulamentul (CE) nr. 1282/2001.

În cazul prevăzut la primul paragraf litera (c), suma de recuperat este suma integrală a ajutorului sau a avansului acordat distilatorului.

(* JO L 176, 29.6.2001, p. 14.”;

(b) se adaugă alineatul (5) următor:

„(5) În cazul în care se constată că distilatorul nu a plătit producătorului prețul de achiziție în termenul prevăzut la articolul 65 alineatul (7), agenția de intervenție plătește producătorului, până la data de 1 iunie din anul de recoltă următor, o sumă egală cu valoarea ajutorului sau a avansului, după caz, prin intermediul agenției de intervenție a statului membru al producătorului. În acest caz, distilatorului nu i se acordă nici un ajutor sau avans.”

22. Articolul 86 se înlocuiește cu textul următor:

„Articolul 86

Deschiderea licitației

În conformitate cu procedura prevăzută la articolul 75 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, Comisia poate să deschidă trimestrial una sau mai multe licitații pentru exportul către anumite țări terțe, în vederea utilizării finale, exclusiv în sectorul carburanților. Alcoolul în cauză trebuie să fie importat și deshidratat într-o țară terță, exclusiv în vederea utilizării în sectorul carburanților într-o țară terță.”

23. Articolul 91 se modifică după cum urmează:

(a) la alineatul (7), paragraful al treilea se înlocuiește cu textul următor:

„Ordinul de ridicare indică data până la care alcoolul trebuie ridicat efectiv din antrepozitul agenției de intervenție în cauză. Termenul de ridicare nu poate depăși opt zile de la data emiterii ordinului de ridicare. Cu toate acestea, în cazul în care ordinul de ridicare are ca obiect peste 25 000 hl, acest termen poate să depășească opt zile, dar nu poate să depășească 15 zile.”;

(b) alineatul (10) se înlocuiește cu textul următor:

„(10) Alcoolul trebuie ridicat efectiv din antrepozitele fiecărei agenții de intervenție în cauză într-un termen care urmează a fi stabilit la deschiderea licitației, în conformitate cu procedura prevăzută la articolul 75 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999.”

24. La articolul 93, alineatul (6) se înlocuiește cu textul următor:

„(6) Alcoolul trebuie ridicat efectiv din antrepozitele fiecărei agenții de intervenție în cauză într-un termen care urmează a fi stabilit la deschiderea unei vânzări publice, în conformitate cu procedura prevăzută la articolul 75 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999.”

25. La articolul 95, se elimină alineatul (3).

26. La articolul 101, se adaugă alineatul (4) următor:

„(4) Fără a aduce atingere alineatului (1), la exportul alcoolului către țări terțe în vederea utilizării finale exclusiv în sectorul carburanților, controalele legate de utilizarea sa efectivă se efectuează până în momentul în care alcoolul se amestecă cu un agent de denaturare în țara de destinație.

În cazul în care alcoolul se comercializează în vederea utilizării ca bioetanol în Comunitate, aceste controale se efectuează până în momentul livrării acestui alcool către o întreprindere petrolieră care utilizează bioetanolul sau către o întreprindere aprobată în conformitate cu articolul 92, în cazul în care supravegherea menționată la paragraful al treilea este garantată din momentul livrării alcoolului către întreprinderea aprobată respectivă.

În cazurile prevăzute la primul și al doilea paragraf, alcoolul în cauză trebuie să rămână sub supravegherea unui organism oficial care garantează utilizarea sa în sectorul carburanților, în cadrul un regim fiscal special care impune această utilizare finală.”

27. La titlul IV, se adaugă următorul articol 102a:

„Articolul 102a

Derogare de la termenele de plată

Prin derogare de la dispozițiile care reglementează termenele de plată acordate autorității competente a statelor membre în conformitate cu prezentul regulament, în cazul în care această autoritate are îndoieli justificate cu privire la eligibilitatea beneficiarului unui ajutor, aceasta efectuează controalele necesare, iar plata se face numai după confirmarea eligibilității.”

28. Articolul 103 se înlocuiește cu textul următor:

„Articolul 103

Notificări către Comisie

(1) În cazul ajutoarelor pentru depozitarea privată a vinului și a mustului, în conformitate cu titlul III capitolul I din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, statele membre comunică:

- (a) până la 31 decembrie a anului de recoltă următor anului în care au fost încheiate contractele, cantitățile de must de struguri transformate în must de struguri concentrat sau în must de struguri concentrat rectificat în timpul perioadei de valabilitate a contractului, precum și cantitățile astfel obținute;
- (b) până la 5 martie a anului de recoltă în curs, cantitățile de produse care fac obiectul contractelor la 16 februarie.

(2) În cazul distilării în conformitate cu articolele 27, 28 și 30 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, statele membre comunică la sfârșitul lunilor octombrie, decembrie, februarie, aprilie, iunie și august:

- (a) cantitățile de vin, de drojdie de vin și de vin alcoolizat în vederea distilării, care au fost distilate în ultimele două luni;
- (b) cantitățile de alcool clasificate în alcool neutru, alcool brut și rachiuri din vin:
 - produse în timpul perioadei precedente;
 - preluate de către agențiile de intervenție în timpul perioadei precedente;
 - comercializate de agențiile de intervenție în timpul perioadei precedente, precum și procentajul exportat din aceste cantități și prețurile de vânzare practicate;
 - deținute de agențiile de intervenție la sfârșitul perioadei precedente.

(3) În ceea ce privește comercializarea alcoolului preluat de către agențiile de intervenție în conformitate cu articolul 31 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, statele membre comunică, la sfârșitul fiecărei luni:

- (a) cantitățile de alcool ridicate efectiv în timpul lunii precedente, în cadrul unei licitații;
- (b) cantitățile de alcool ridicate efectiv în timpul lunii precedente, ca urmare a unei vânzări publice.

(4) În cazul distilării prevăzute la articolul 29 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, statele membre comunică, la sfârșitul fiecărei luni:

- (a) cantitățile de vin distilate în cursul lunii precedente;
- (b) cantitățile de alcool care au făcut obiectul unui ajutor secundar în cursul lunii precedente.

(5) În cazul ajutoarelor pentru mustul de struguri concentrat și mustul de struguri concentrat rectificat utilizat pentru îmbogățire, în conformitate cu articolul 34 din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, statele membre comunică, până la 31 decembrie a anului de recoltă care urmează după anul în curs:

- (a) numărul producătorilor care au primit ajutoare;
- (b) cantitățile de vin îmbogățit;
- (c) cantitățile de must de struguri concentrat și de must de struguri concentrat rectificat utilizate pentru îmbogățire, exprimate în tărie alcoolică potențială în volume pe hectolitr și clasificate după zona vitivinicolă de origine.

(6) În cazul ajutoarelor pentru producerea sucului de struguri și a altor produse comestibile pe bază de suc de struguri, în conformitate cu articolul 35 alineatul (1) litera (a) din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, statele membre comunică până la 30 aprilie, cu privire la anul de recoltă precedent:

- (a) cantitățile de materii prime pentru care s-au solicitat ajutoare, clasificate după natura acestora;
- (b) cantitățile de materii prime pentru care s-au acordat ajutoare, clasificate după natura acestora.

(7) În cazul ajutoarelor pentru fabricarea anumitor produse în Regatul Unit și în Irlanda, în conformitate cu articolul 35 alineatul (1) literele (b) și (c) din Regulamentul (CE) nr. 1493/1999, statele membre comunică până la 30 aprilie, cu privire la anul de recoltă precedent:

- (a) cantitățile de must de struguri și de must de struguri concentrat pentru care s-au solicitat ajutoare, clasificate după zona vitivinicolă de origine;
- (b) cantitățile de must de struguri și de must de struguri concentrat pentru care s-au acordat ajutoare, clasificate după zona vitivinicolă de origine;
- (c) prețurile plătite pentru mustul de struguri și mustul de struguri concentrat de către producători și operatori.

(8) Statele membre comunică:

- (a) până la 30 aprilie pentru anul de recoltă precedent, cazurile în care distilatorii și producătorii de vin alcoolizat în vederea distilării nu și-au respectat obligațiile și măsurile luate în consecință;
- (b) cu 10 zile înainte de sfârșitul fiecărui trimestru, acțiunile întreprinse ca răspuns la cazurile de invocare a forței majore și măsurile adoptate în aceste situații de către autoritățile competente, în cazurile reglementate de prezentul regulament.”

29. Titlul anexei I se înlocuiește cu textul următor:

Articolul 2

„Tabel de corespondență între tăria alcoolică potențială și indicația furnizată la temperatura de 20 °C de un refractometru, utilizat în conformitate cu metoda prevăzută de anexa la Regulamentul (CEE) nr. 558/93.”

Prezentul regulament intră în vigoare la data publicării în *Jurnalul Oficial al Uniunii Europene*.

Articolul 1 punctele 7, 16, 19, 20, 21 și 29 se aplică de la 1 august 2000.

30. Anexa IV se înlocuiește cu textul din anexa la prezentul regulament.

Articolul 1 punctele 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 17, 18, 27 și 28 se aplică de la 1 august 2003.

Prezentul regulament este obligatoriu în toate elementele sale și se aplică direct în toate statele membre.

Adoptat la Bruxelles, 2 aprilie 2003.

Pentru Comisie

Franz FISCHLER

Membru al Comisiei

ANEXĂ

„ANEXA IV

METODA DE ANALIZĂ COMUNITARĂ A ALCOOLULUI NEUTRU**I. GENERALITĂȚI**

În sensul prezentei anexe:

- (a) limita repetabilității reprezintă valoarea sub care se situează, cu o probabilitate specificată, valoarea absolută a diferenței dintre două rezultate individuale obținute în urma unor teste efectuate în aceleași condiții (același operator, același aparat, același laborator și un interval de timp scurt);
- (b) limita reproductibilității reprezintă valoarea sub care se situează, cu o probabilitate specificată, valoarea absolută a diferenței dintre două rezultate individuale obținute în urma unor teste efectuate în condiții diferite (operatori diferiți, aparate diferite și/sau laboratoare diferite și/sau perioade diferite);

Termenul «rezultat individual» reprezintă valoarea obținută în urma aplicării complete a metodei standardizate de testare, o singură dată, asupra unei singure probe. În cazul în care nu există indicații contrare, probabilitatea este de 95 %.

II. METODE**Introducere****1. PREGĂTIREA PROBEI PENTRU ANALIZĂ****1.1. Generalități**

Volumul probei de laborator destinate analizei trebuie să fie, în mod normal, de 1,5 l, cu excepția cazului în care este necesară o cantitate mai mare pentru o determinare specifică.

1.2. Prepararea probei

Proba trebuie omogenizată înainte de analiză.

1.3. Conservare

Proba preparată trebuie păstrată în permanență într-un recipient etanș la aer și la umiditate, depozitat în condiții care să-i împiedice deteriorarea; în special, dopurile din plută, din cauciuc sau plastic nu trebuie să intre în contact direct cu alcoolul, iar utilizarea cerii este în mod expres interzisă.

2. REACTIVI**2.1. Apă**

2.1.1. Atunci când se menționează apa pentru prepararea unei soluții sau apa destinată diluării sau clătirii, se utilizează apă distilată sau apă demineralizată cu o puritate cel puțin echivalentă.

2.1.2. Atunci când se face referire la «soluție» sau «diluție», fără indicarea suplimentară a unui reactiv, este vorba despre o soluție apoasă.

2.2. Produse chimice

Toate produsele chimice trebuie să aibă calitatea reactivilor puri pentru analiză, în cazul în care nu există specificații contrare.

3. ECHIPAMENTE**3.1. Lista de echipamente**

Lista de echipamente cuprinde numai aparatura cu destinație specializată și cea care respectă anumite specificații.

3.2. Balanța analitică

Balanța analitică se referă la o balanță cu precizia de minimum 0,1 mg.

4. EXPRIMAREA REZULTATELOR

4.1. Rezultate

Rezultatul menționat în raportul de analiză reprezintă valoarea medie obținută în urma a cel puțin două determinări cu o repetabilitate (r) satisfăcătoare.

4.2. Calcularea rezultatelor

În cazul în care nu există specificații contrare, rezultatele se calculează în g per hl de etanol de 100 % vol.

4.3. Numărul de cifre semnificative

Rezultatul nu trebuie să conțină mai multe cifre semnificative decât sunt justificate de precizia metodei de analiză utilizate.

Metoda 1: Determinarea conținutului de alcool

Tăria alcoolică în volume a alcoolului se determină în conformitate cu dispozițiile naționale în vigoare sau, în caz de litigiu, cu ajutorul alcoolmetrelor sau al hidrometrelor definite de Directiva 76/765/CEE a Consiliului din 27 iulie 1976 de apropiere a legislațiilor statelor membre privind alcoolmetrele și hidrometrele pentru alcool ⁽¹⁾.

Se exprimă ca procentaj din volum, în conformitate cu Directiva 76/766/CEE a Consiliului din 27 iulie 1976 de apropiere a legislațiilor statelor membre privind tabelele alcoolmetrice ⁽²⁾.

Metoda 2: Evaluarea culorii și a limpezimii

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Metoda permite evaluarea culorii și/sau a limpezimii alcoolului neutru.

2. DEFINIȚIE

Culoare și/sau limpezime: culoarea și/sau limpezimea determinate prin procedeul specificat.

3. PRINCIPIU

Culoarea și limpezimea se evaluează vizual prin comparație cu apa, pe fundal alb, respectiv pe fundal negru.

4. APARATURĂ

Cilindri de sticlă incolori, cu lungimea de cel puțin 40 cm.

5. PROCEDURĂ

Se așază doi cilindri de sticlă (punctul 4) pe fundalul alb sau negru și se umple unul din cilindri cu o cantitate de probă care corespunde unei înălțimi de aproximativ 40 cm, iar celălalt cilindru se umple cu apă până la aceeași înălțime.

Se examinează proba privind de sus, și anume pe axa longitudinală a cilindrului, și se compară cu cilindrul etalon.

6. INTERPRETARE

Se evaluează culoarea și/sau limpezimea probei, în urma examinării descrise la punctul 5.

Metoda 3: Determinarea timpului de decolorare a unei soluții de permanganat

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Metoda determină timpul de decolorare a unei soluții de permanganat de către alcoolul neutru.

2. DEFINIȚIE

Timpul de decolorare a unei soluții de permanganat, determinat prin metoda specificată, este numărul de minute necesar pentru ca culoarea probei să devină identică cu culoarea de referință, după adăugarea a 1 ml de soluție de permanganat de potasiu 1 mmol/l la 10 ml de probă.

3. PRINCIPIU

Timpul în care culoarea probei, în urma adăugării soluției de permanganat de potasiu, devine identică cu culoarea de referință se determină și se definește ca timpul de decolorare a unei soluții de permanganat.

4. REACTIVI

4.1. Soluție de permanganat de potasiu, 1 mmol/l. Se prepară imediat înainte de utilizare.

4.2. Soluție colorantă A (roșie)

- Se cântăresc cu precizie 59,50 g de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;
- se prepară un amestec de 25 ml acid clorhidric ($\rho^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) și 975 ml apă;
- se adaugă clorura de cobalt la o parte din amestecul HCl/apă într-un balon volumetric și se completează cu restul de amestec până la reperul de nivel, la o temperatură de 20 °C.

4.3. Soluția colorantă B (galbenă)

- Se cântăresc cu precizie 45,00 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;
- se prepară un amestec de 25 ml acid clorhidric ($\rho^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) și 975 ml apă și apoi se procedează cu cantitatea cântărită de clorură ferică ca și în cazul soluției colorante A.

4.4. Soluția colorantă etalon

Se introduc cu pipeta 13 ml de soluție colorantă A și 5,5 ml de soluție colorantă B într-un balon volumetric de 100 ml și se completează până la reper cu apă, la temperatura de 20 °C.

Observație:

Soluțiile colorante A și B pot fi depozitate într-un loc ferit de lumină, la temperatura de 4 °C, timp de câteva luni; colorantul etalon se prepară proaspăt, la anumite intervale de timp.

5. APARATURĂ

5.1. Tuburi Nessler de 100 ml din sticlă transparentă incoloră, gradate la 50 ml, prevăzute cu dop din sticlă rotată, sau eprubete incolore, cu diametrul de circa 20 mm.

5.2. Pipete de 1, 2, 5, 10 și 50 ml.

5.3. Termometru cu scara de până la 50 °C, gradat în 0,1 sau 0,2 °C.

5.4. Balanță analitică.

5.5. Baie de apă reglată termostatic la $20 \pm 0,5$ °C.

5.6. Baloane volumetric de 100 și 1 000 ml, prevăzute cu dop din sticlă rotată.

6. PROCEDURĂ

- 6.1. — Se introduc cu pipeta 10 ml de probă într-o eprubetă sau 50 ml într-un tub Nessler;
— se introduce în baie de apă la 20 °C;
— se adaugă 1 ml sau 5 ml, în funcție de cantitatea de probă utilizată, de soluție KMnO_4 1 mmol/l, se amestecă și se lasă în baia de apă la 20 °C;
— se notează ora de începere;
— se introduc cu pipeta 10 ml de colorant etalon într-o eprubetă cu același diametru sau 50 ml de colorant etalon într-un tub Nessler;
— se observă schimbarea culorii probei și se compară periodic, pe un fundal alb, cu colorantul etalon;
— se notează ora la care culoarea probei devine identică cu cea a colorantului etalon.

Observație:

Se evită expunerea directă la soare a soluției analizate, pe toată durata testului.

7. EXPRIMAREA REZULTATELOR

- 7.1. Timpul de decolorare se interpretează ca timpul în care culoarea tubului care conține proba devine identică cu culoarea tubului etalon.

În cazul alcoolului neutru, timpul de decolorare trebuie să fie de cel puțin 18 minute la temperatura de 20 °C.

- 7.2. Repetabilitate

Diferența dintre timpii de decolorare a două teste, desfășurate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, pe aceeași probă, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească două minute.

8. NOTE

- 8.1. Urmele de dioxid de mangan au un efect catalizator asupra reacției; trebuie să se asigure utilizarea unor pipete și eprubete care au fost curățate temeinic și utilizate exclusiv în acest scop. Acestea se curăță cu acid clorhidric și se clătesc din abundență cu apă; sticla nu trebuie să aibă nici o urmă de colorație brună.

- 8.2. Trebuie să se verifice cu atenție calitatea apei utilizate pentru prepararea soluției diluate de permanganat (4.1); aceasta nu trebuie să absoarbă permanganat. În cazul în care nu se poate obține calitatea necesară, se poate fierbe apă distilată, adăugându-se o cantitate mică de permanganat, pentru a obține o foarte slabă colorație roz. Această soluție trebuie apoi răcită și utilizată la diluare.

- 8.3. În cazul anumitor probe, decolorarea poate să apară fără a se trece prin nuanța exactă a soluției de referință.

- 8.4. Testul cu permanganat poate fi denaturat în cazul în care proba de alcool pentru analiză nu a fost depozitată într-un balon de sticlă perfect curat, închis ermetic fie cu un dop din sticlă rodată, care a fost clătit cu alcool, fie cu alt dop învelit în staniu sau aluminiu.

Metoda 4: Determinarea conținutului de aldehide

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Metoda determină conținutul de aldehide, exprimat în acetaldehidă, al alcoolului neutru.

2. DEFINIȚIE

Conținutul de aldehide: conținutul de aldehide, exprimat în acetaldehidă, determinat prin metoda specificată.

3. PRINCIPIU

Culoarea obținută în urma reacției probei cu reactivul Schiff se compară cu soluții etalon care au un conținut de acetaldehidă cunoscut.

4. REACTIVI

Clorhidrat de p-rozanilină (fucsină bazică)

Sulfid de sodiu sau metabisulfid de sodiu anhidru

Acid clorhidric, cu densitatea $\rho^{20} = 1,19$ g/ml

Pulbere de carbon activ

Soluție de amidon, preparată din 1 g de amidon solubil și 5 mg HgI_2 (conservant), puse în suspensie în puțină apă rece, amestecate cu 500 ml de apă clocotită, fierte timp de 5 minute și filtrate după răcire

Soluție de iod, 0,05 mol/l

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

Reactivul Schiff

— se dizolvă 5,0 g de clorhidrat de p-rozanilină pulbere în aproximativ 1 000 ml de apă caldă, într-un balon volumetric de 2 000 ml;

— după caz, se lasă în baie de apă până la dizolvarea completă;

— se dizolvă 30 g de sulfid de sodiu anhidru (sau o cantitate echivalentă de metabisulfid de sodiu) în circa 200 ml de apă și se adaugă la soluția răcită de p-rozanilină;

— se lasă în repaus timp de aproximativ 10 minute;

— se adaugă 60 ml de acid clorhidric ($\rho^{20} = 1,19$ g/ml);

— în cazul în care soluția a devenit incoloră - o ușoară colorație brună poate fi ignorată -, se completează cu apă până la reper;

— după caz, se filtrează cu puțin carbon activ pe un filtru cutat, pentru ca soluția să devină incoloră.

Observații:

(1) Reactivul Schiff trebuie preparat cu cel puțin 14 zile înainte de utilizare.

(2) Conținutul de SO_2 liber din reactiv trebuie să fie cuprins între 2,8 și 6,00 mmol/100ml, iar pH-ul trebuie să fie 1.

Determinarea conținutului de SO_2 liber

— se introduc cu pipeta 10 ml de reactiv Schiff într-un balon Erlenmeyer de 250 ml;

— se adaugă 200 ml de apă;

— se adaugă 5 ml de soluție de amidon;

— se titrează cu ajutorul unei soluții de iod 0,05 mol/l până la punctul de echivalență al amidonului.

În cazul în care conținutul de SO_2 liber nu este cuprins între limitele indicate, atunci:

— se ridică până la o valoare acceptabilă cu ajutorul unei cantități calculate de metabisulfid de sodiu (0,126 g de Na_2SO_3 /100 ml de reactiv pentru fiecare mmol de SO_2 lipsă) sau

— se reduce conținutul prin barbotare de aer în reactiv.

Calcularea SO_2 liber din reactiv.

mmol de SO_2 liber/100 ml de reactiv:

$$= \frac{\text{ml de soluție de iod consumați (0,05 mol/l)} \cdot 3,2 \cdot 100}{64 \cdot 10}$$

$$= \frac{\text{ml de soluție de iod consumați (0,05 mol/l)}}{2}$$

Important:

În cazul în care se utilizează alte metode de preparare a reactivului Schiff, trebuie să se verifice sensibilitatea reactivului, astfel încât, în timpul testului:

— să nu apară nici o colorare cu alcoolul de referință fără aldehide;

— colorarea în roz să fie vizibilă de la 0,1 g de acetaldehidă per hl de alcool de 100 % vol.

- (3) Purificarea 1-amino-etanolului comercial
- Se dizolvă complet 5 g de 1-amino-etanol în circa 15 ml de etanol absolut;
 - se adaugă circa 50 ml de eter dietilic anhidru (precipitat de 1-amino-etanol);
 - se lasă câteva ore la frigider;
 - se filtrează cristalele și se spală cu eter dietilic anhidru;
 - se usucă timp de 3-4 ore într-un exsicator în vid parțial, în prezența acidului sulfuric.

Notă:

1-amino-etanolul curățat trebuie să fie alb; în caz contrar, se repetă procesul de recristalizare.

5. APARATURĂ

- 5.1. Tuburi colorimetrice cu capacitatea de 20 ml, prevăzute fiecare cu dopuri din sticlă rodată.
- 5.2. Pipete de 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml și 10 ml.
- 5.3. Baie de apă reglată termostatic la $20 \pm 0,5$ °C.
- 5.4. Spectrofotometru prevăzut cu cuve cu grosimea stratului optic de 50 mm.

6. PROCEDURĂ

6.1. Observație preliminară

La utilizarea acestei metode pentru determinarea conținutului de aldehide, conținutul de alcool al probei trebuie să fie de cel puțin 90,0 % vol. În caz contrar, acesta se ridică prin adăugarea unor cantități corespunzătoare de etanol fără conținut de aldehide.

6.2. Curba de etalonare

- Se cântăresc cu precizie, pe balanța analitică, 1,3860 g de 1-amino-etanol anhidru purificat.
- Acesta se introduce într-un balon volumetric de 1 000 ml și se adaugă etanol fără conținut de aldehide, se completează până la reper la temperatura de 20 °C. Soluția conține 1 g de acetaldehidă per litru.
- Se prepară seria de diluții în două etape, astfel încât să se obțină 10 soluții de referință, cu un conținut de 0, 1 – 1,0 mg de acetaldehidă la 100 ml soluție.
- Se determină valorile de absorbantă pentru aceste soluții de referință, în conformitate cu punctul 6.3 și se construiește un grafic.

6.3. Determinarea conținutului de aldehide

- Se introduc cu pipeta 5 ml de probă într-un tub colorimetric.
- Se adaugă 5 ml de apă, se amestecă și se păstrează la o temperatură constantă de 20 °C.
- Se prepară, în același timp, o probă martor, din 5 ml de etanol fără aldehide, la care se adaugă 5 ml de apă și se păstrează la o temperatură de 20 °C.
- Se adaugă apoi 5 ml de reactiv Schiff în fiecare tub, se închid tuburile cu dopuri din sticlă rodată și se agită bine.
- Se țin în baie de apă timp de 20 de minute, la o temperatură de 20 °C.
- Se toarnă conținutul în cuve.
- Se determină valorile de absorbantă la 546 nm.

Observații:

- (1) Pentru a determina valorile alchidelor, este necesar să se verifice validitatea curbelor de etalonare prin comparație cu soluția de referință; în caz contrar, curba de etalonare trebuie preparată din nou.
- (2) Se asigură ca proba martor să fie întotdeauna incoloră.

7. EXPRIMAREA REZULTATELOR

7.1. Formula și metoda de calcul

Se construiește un grafic reprezentând variația densității optice în funcție de concentrația de acetaldehide și se determină concentrația probei cu ajutorul acestui grafic.

Conținutul de aldehide, exprimat în g de acetaldehidă per hl de etanol de 100 % vol., se obține prin formula:

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

unde:

A = conținutul, exprimat în g/hl, de acetaldehidă din probă, determinat prin raportare la curba de etalonare;

T = tăria alcoolică în volume a probei, determinată prin metoda 1.

7.2. Repetabilitate

Diferența dintre rezultatele a două determinări, efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, asupra aceleiași probe și în aceleași condiții, nu poate să depășească 0,1 g de aldehydă la hl de etanol de 100 % vol.

Metoda 5: Determinarea conținutului de alcooli superiori

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Metoda determină conținutul de alcooli superiori, exprimat în metil-2-propanol-1, al alcoolului neutru.

2. DEFINIȚIE

Conținutul de alcooli superiori: conținutul de alcooli superiori, exprimat în metil-2-propanol-1, determinat prin metoda specificată.

3. PRINCIPIU

Absorbanța produșilor colorați obținuți în urma reacției alcoolilor superiori cu o aldehydă aromatică în acid sulfuric diluat la cald (reacția Komarowsky) se determină la 560 nm, cu o corecție în cazul prezenței de aldehide în probă, și se compară apoi cu cea obținută prin reacția metil-2-propanol-1 în aceleași condiții.

4. REACTIVI

4.1. Soluție de aldehydă salicilică de 1 % m/m. Se prepară prin adăugarea a 1 g de aldehydă salicilică la 99 g de etanol de 96 % vol (care nu conține ulei de fuzel).

4.2. Acid sulfuric concentrat, cu densitatea de 1,84 g/m².

4.3. metil-2-propanol-1.

4.4. Soluții etalon de metil-2-propanol-1.

Se diluează metil-2-propanol-1 (4.3) într-o soluție apoasă de etanol de 96 % vol, în vederea obținerii unei serii de soluții etalon cu conținuturi de 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 și 1,0 g de metil-2-propanol-1 per hl de soluție.

4.5. Soluții etalon de acetaldehydă.

Se prepară soluțiile etalon de acetaldehydă în conformitate cu descrierea din metoda 4 secțiunea 6.2.

4.6. Etanol de 96 % vol, fără conținut de alcooli superiori și aldehide.

5. APARATURĂ

- 5.1. Spectrofotometru UV/VIS, care permite determinarea absorbăței soluțiilor la 560 nm.
- 5.2. Cuve spectrofotometrice, cu grosimea stratului optic de 10, 20 și 50 mm.
- 5.3. Baie de apă, reglată termostatic la $20 \pm 0,5$ °C.
- 5.4. Tuburi colorimetrice din sticlă compactă Pyrex sau similară, prevăzute cu dopuri din sticlă rodată, având o capacitate de circa 50 ml.

6. PROCEDURĂ

6.1. Conținutul de aldehide

Se determină conținutul de aldehide al probei, exprimat în acetaldehidă, prin metoda 4.

6.2. Curba de etalonare: metil-2-propanol-1

Se introduc cu pipeta 10 ml din fiecare soluție etalon de metil-2-propanol-1 (punctul 4.4) în cilindri de sticlă de 50 ml, prevăzuți fiecare cu un dop din sticlă rodată. Se introduce cu pipeta 1 ml de soluție de aldehydă salicilică (punctul 4.1) în cilindri, apoi se introduc 20 ml de acid sulfuric (punctul 4.2). Se amestecă temeinic conținutul, înclinând cu grijă cilindrii în ambele direcții de mai multe ori (avându-se grijă să se ridice dopul din când în când). Se lasă 10 minute la temperatura camerei, apoi se introduc în baia de apă (punctul 5.3) la $20 \pm 0,5$ °C. După 20 minute, se toarnă conținutul într-o serie de cuve spectrofotometrice.

După exact 30 minute de la adăugarea acidului sulfuric, se determină absorbăța soluțiilor la 560 nm, utilizând apa din cuva de referință a spectrofotometrului.

Se construiește o curbă de etalonare a absorbăței în funcție de concentrația de metil-2-propanol-1.

6.3. Curba de etalonare – aldehide

Se repetă operația de la punctul 6.2, însă înlocuind cei 10 ml din fiecare soluție etalon de metil-2-propanol-1 cu 10 ml din fiecare soluție etalon de acetaldehydă.

Se construiește o curbă de etalonare a absorbăței la 560 nm în funcție de concentrația de acetaldehydă.

6.4. Determinarea probei

Se repetă operația de la punctul 6.2, însă înlocuind cei 10 ml din soluțiile etalon de metil-2-propanol-1 cu 10 ml de probă.

Se determină absorbăța probei.

7. EXPRIMAREA REZULTATELOR

7.1. Formula și metoda de calcul

- 7.1.1. Se corectează absorbăța probei prin scăderea valorii absorbăței corespunzătoare concentrației de aldehydă din probă (determinată pe baza curbei de etalonare construite în conformitate cu punctul 6.3).
- 7.1.2. Se determină concentrația de alcooli superiori, exprimată în metil-2-propanol-1, din probă, cu ajutorul curbei de etalonare construite în conformitate cu punctul 6.2, însă utilizând absorbăța corectată (7.1.1).
- 7.1.3. Concentrația de alcooli superiori, exprimată în g de metil-2-propanol-1 per hl de etanol de 100 % vol, este dată de următoarea formulă:

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

unde:

A = concentrația de alcooli superiori din probă, calculată la punctul 7.1.2;

T = tăria alcoolică în volume a probei, determinată prin metoda 1.

7.2. Repetabilitate

Diferența dintre rezultatele a două determinări, efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, asupra aceleiași probe și în aceleași condiții nu poate să depășească 0,2 g/hl de etanol de 100 % vol.

Metoda 6: Determinarea acidității totale

1. **OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE**
Metoda determină aciditatea totală, exprimată în acid acetic, a alcoolului neutru.
2. **DEFINIȚIE**
Aciditatea totală, exprimată în acid acetic: aciditatea totală, exprimată în acid acetic, determinată prin metoda specificată.
3. **PRINCIPIU**
După degazificare, proba se titrează cu ajutorul unei soluții etalon de hidroxid de sodiu și aciditatea se calculează ca acid acetic.
4. **REACTIVI**
 - 4.1. Soluții de hidroxid de sodiu, 0,01 mol/l și 0,1 mol/l, depozitate în condiții care să reducă la minimum contactul cu dioxidul de carbon.
 - 4.2. Soluție de carmin indigo (A)
 - se cântăresc 0,2 g de carmin indigo;
 - se dizolvă în 40 ml de apă și se completează până la 100 g cu etanol.Soluție de roșu de fenol (B);
 - se cântăresc 0,2 g de roșu de fenol;
 - se dizolvă în 6 ml de hidroxid de sodiu 0,1 mol/l și se completează cu apă până la reper într-un balon volumetric.
5. **APARATURĂ**
 - 5.1. Biuretă sau aparat de titrat.
 - 5.2. Pipetă de 100 ml.
 - 5.3. Balon cu fund rotund de 250 ml, cu dop din sticlă rodată.
 - 5.4. Condensator cu reflux, cu dop din sticlă rodată.
6. **PROCEDURĂ**
 - Se introduc cu pipeta 100 ml de probă într-un balon cu fund rotund de 250 ml;
 - se adaugă pietre care facilitează fierberea și se încălzesc rapid până la fierbere în condensatorul cu reflux;
 - se adaugă la soluția fierbinte o picătură din fiecare din soluțiile indicatoare A și B;
 - se titrează apoi cu hidroxid de sodiu 0,01 mol/l, până la primele semne de schimbare a culorii din galben-verzui spre violet.
7. **EXPRIMAREA REZULTATELOR**
 - 7.1. Formula și metoda de calcul
Aciditatea totală, exprimată în g de acid acetic per hl de etanol de 100 % vol, este dată de următoarea formulă:
$$\frac{V \cdot 60}{T}$$
unde:
V = numărul de ml de soluție de hidroxid de sodiu 0,01 mol/l necesari pentru neutralizare;
T = tăria alcoolică în volume a probei, determinată prin metoda 1.
 - 7.2. Repetabilitate
Diferența dintre rezultatele a două determinări, efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, asupra aceleiași probe și în aceleași condiții nu poate să depășească 0,1 g/hl de etanol de 100 % vol.

Metoda 7: Determinarea conținutului de esteri

1. **OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE**
Metoda determină conținutul de esteri, exprimat în acetat de etil, a alcoolului neutru.
2. **DEFINIȚIE**
Conținutul de esteri: conținutul de esteri, exprimat în acetat de etil, determinat prin metoda specificată.
3. **PRINCIPIU**
Esterii reacționează cantitativ cu clorhidratul de hidroxilamină în soluție alcalină pentru a forma acizi hidroxamici. Aceștia formează apoi complecși colorați, în prezența ionilor ferici în soluție acidă. Densitățile optice ale acestor complecși se măsoară la 525 nm.
4. **REACTIVI**
 - 4.1. Acid clorhidric, 4 mol/l.
 - 4.2. Soluție de clorură ferică, 0,37 mol/l în acid clorhidric 1 mol/l.
 - 4.3. Clorhidrat de hidroxilamină, 2 mol/l. Se păstrează la frigider.
 - 4.4. Soluție de hidroxid de sodiu, 3,5 mol/l.
 - 4.5. Soluții etalon de acetat de etil care conțin 0,0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 și 1,0 g de acetat de etil per hl de etanol de 96 % vol, fără conținut de esteri.
5. **APARATURĂ**
 - 5.1. Spectrofotometru prevăzut cu cuve cu grosimea stratului optic de 50 mm.
6. **PROCEDURĂ**
 - 6.1. Curba de etalonare
 - Se cântărește cu precizie 1,0 g de acetat de etil pe o balanță analitică;
 - se adaugă alcool fără esteri într-un balon volumetric de 1 000 ml și se completează până la reper, la temperatura de 20 °C;
 - se prepară o serie de diluții în două etape, pentru a obține 20 de soluții de referință cu un conținut de etanol de 0,1-2,0 mg de acetat de etil la 100 ml de soluție;
 - se determină valorile de absorbanță pentru soluția de referință, în conformitate cu punctul 6.2, și se construiește un grafic.
 - 6.2. Determinarea conținutului de esteri
 - Se introduc cu pipeta 10 ml de probă în eprubete prevăzute cu dopuri din sticlă rotată;
 - se adaugă 2 ml de soluție de clorhidrat de hidroxilamină;
 - se prepară, între timp, o probă martor, utilizând 10 ml de etanol de 96 % vol. fără conținut de esteri și 2 ml de soluție de clorhidrat de hidroxilamină;
 - se adaugă apoi 2 ml de hidroxid de sodiu la fiecare soluție, se închid cu dopurile din sticlă rotată și se agită bine;
 - se lasă timp de 15 minute într-o baie de apă la temperatura de 20 °C;
 - se adaugă 2 ml de acid clorhidric în fiecare eprubetă, se agită ușor;
 - se adaugă 2 ml de soluție de clorură ferică, se amestecă bine;
 - se toarnă conținutul în cuve;
 - se determină valorile de absorbanță la 525 nm.

7. EXPRIMAREA REZULTATELOR

7.1. Formula și metoda de calcul

Se reprezintă pe un grafic densitățile optice ale soluțiilor etalon în funcție de concentrație.

Conținutul de esteri (exprimat în acetat de etil = A) corespunzător valorii de absorbantă se obține din grafic, se calculează pe baza formulei:

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

și se indică în g/hl de etanol de 100 % vol., unde:

T = conținutul de alcool al probei în % vol., determinat în conformitate cu metoda 1.

7.2. Repetabilitate

Diferența dintre rezultatele a două determinări, efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, asupra aceleiași probe și în aceleași condiții nu trebuie să depășească 0,1 g de ester, exprimat în acetat de etil, per hl de etanol de 100 % vol.

Metoda 8: Determinarea conținutului de baze azotate volatile

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Metoda constă în determinarea bazelor azotate volatile, exprimate în azot, din alcoolul neutru.

2. DEFINIȚIE

Conținutul de baze azotate volatile: conținutul de baze azotate volatile, exprimat în azot, determinat prin metoda specificată.

3. PRINCIPIU

Proba se evaporă până la obținerea unui volum mic, în prezența acidului sulfuric, și se determină apoi conținutul de amoniac, prin tehnica de microdifuzie Conway.

4. REACTIVI

4.1. Acid sulfuric, 1 mol/l.

4.2. Soluție indicatoare de acid boric. Se dizolvă 10 g de acid boric, 8 mg de verde de bromcrezol și 4 mg de roșu de metil în propanol-2 de 30 % vol. și se completează până la 1 000 ml cu propanol-2 de 30 % vol.

4.3. Soluție de hidroxid de potasiu, 500 g/l; fără conținut de dioxid de carbon.

4.4. Acid clorhidric, 0,02 mol/l.

5. APARATURĂ

5.1. Capsulă de evaporare, cu o capacitate suficientă pentru 50 ml de probă.

5.2. Baie de apă.

5.3. Balon Conway, prevăzut cu capac ermetic; a se vedea figura 1 pentru descriere și dimensiuni recomandate.

5.4. Microbiuretă cu capacitatea de 2-5 ml, gradată în 0,01 ml.

6. PROCEDURĂ

6.1. Se introduc cu pipeta 50 ml de probă (pentru un conținut estimat de azot de sub 0,2 g/hl de probă, se introduc 200 ml de probă) într-o capsulă de sticlă, se adaugă 1 ml de acid sulfuric 1 mol/l (punctul 4.1), se așază capsula (punctul 5.1) pe o baie de apă (5.2) și se lasă să se evapore până când rămâne aproximativ 1 ml.

- 6.2. Se introduce cu pipeta 1 ml de soluție indicatoare de acid boric (punctul 4.2) în vasul interior al balonului Conway (5.3) și se clătește în vasul exterior reziduul lichid obținut în urma procesului de evaporare (6.1). Se înclină ușor balonul Conway și se adaugă aproximativ 1 ml de soluție de hidroxid de potasiu (4.3) în vasul exterior, cât mai repede posibil, însă cât mai departe de majoritatea lichidului din vasul exterior. Se închide de îndată balonul Conway cu un capac ermetic gresat.
- 6.3. Se amestecă cele două soluții din vasul exterior, avându-se grijă să se evite scurgerea de lichid dintr-un vas în altul. Se lasă în repaus timp de două ore.
- 6.4. Se titrează amoniacul în vasul interior, cu ajutorul unei soluții de acid clorhidric 0,02 mol/l (4.4), utilizând o microbiuretă (5.4) pentru neutralizare. Volumul de acid utilizat trebuie să fie cuprins între 0,2 – 0,9 ml; fie V_1 volumul acidului utilizat, exprimat în ml.
- 6.5. Se efectuează o dozare cu proba martor, prin repetarea operațiilor de la punctele 6.1 – 6.4, însă înlocuind cei 50 ml de probă de la punctul 6.1 cu un volum echivalent de apă. Fie V_2 volumul acidului clorhidric utilizat, exprimat în ml.

7. PRIMĂRII REZULTATELOR

7.1. Formula și metoda de calcul

Conținutul de baze azotate volatile, calculat și exprimat în azot în g/hl de etanol de 100 % vol, este dat de formula:

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

unde:

V_1 = volumul în ml de acid clorhidric utilizat pentru neutralizarea probei.

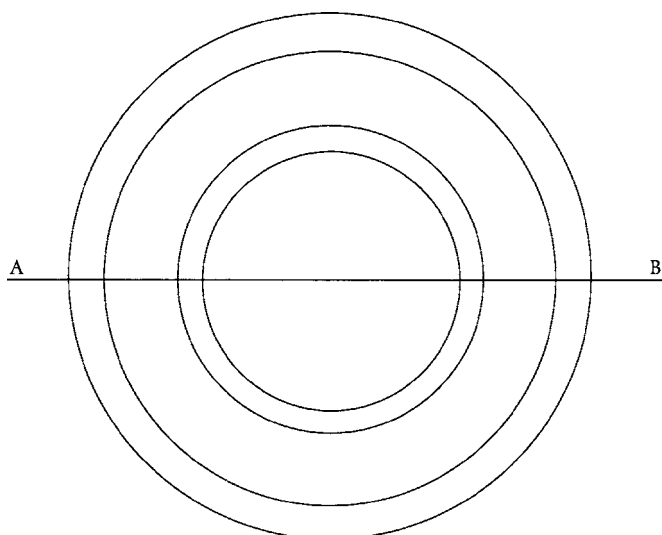
V_2 = volumul în ml de acid clorhidric utilizat în proba martor.

T = tăria alcoolică în volume a probei, determinată prin metoda 1.

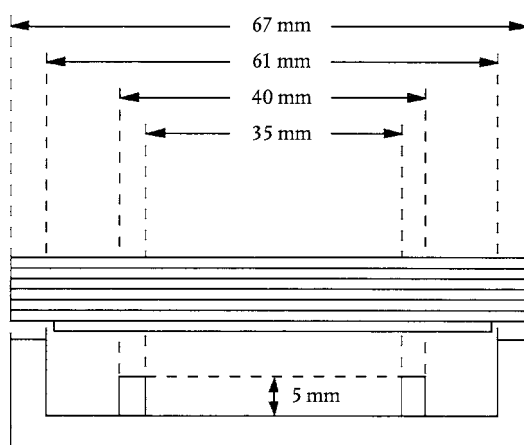
E = cantitatea de probă utilizată, în ml.

7.2. Repetabilitate

Diferența dintre rezultatele a două determinări, efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, asupra aceleiași probe și în aceleași condiții nu trebuie să depășească 0,05 g/hl de etanol de 100 % vol.



Balonul reactor, vedere de sus



Secțiune verticală pe axa A - B

Dimensiunile indicate sunt cele standard

Figura 1: Balonul Conway

Metoda 9: Determinarea conținutului de metanol

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Metoda determină conținutul de metanol al alcoolului neutru.

2. DEFINIȚIE

Conținutul de metanol: conținutul de metanol determinat prin metoda specificată.

3. PRINCIPIU

Concentrația de metanol se determină prin injectarea directă a probei într-un dispozitiv de cromatografie în fază gazoasă și lichidă.

4. PROCEDURĂ

Orice metodă de cromatografie în fază gazoasă și lichidă este corespunzătoare, în cazul în care coloana de cromatografie în fază gazoasă și condițiile de operare să permită obținerea unei separări clare între metanol, acetaldehidă, etanol și acetat de etil. Limita de detecție a metanolului în etanol trebuie să fie de sub 2 g/l.

5. REPETABILITATE

Diferența dintre rezultatele a două determinări, efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, asupra aceleiași probe și în aceleași condiții nu poate să depășească 2 g de metanol per hl de etanol de 100 % vol.

Metoda 10: Determinarea reziduuului uscat

1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE

Metoda determină conținutul de reziduu uscat al alcoolului neutru.

2. DEFINIȚIE

Conținutul de reziduu uscat: conținutul de materie uscată, determinat prin metoda specificată.

3. PRINCIPIU

O fracțiune de probă se usucă la 103 °C și se determină concentrația în reziduu prin metoda gravimetrică.

4. APARATURĂ

4.1. Baie de apă clocotită.

4.2. Capsulă de evaporare cu o capacitate suficientă.

4.3. Excicator care conține gel de silice proaspăt activat (sau un deshidratant echivalent), prevăzut cu un indicator al conținutului de umiditate.

4.4. Balanță analitică.

4.5. Etuvă reglată termostatic la 103 ± 2 °C.

5. PROCEDURĂ

Se cântărește, cu precizie de 0,1 mg, o capsulă de evaporare curată și uscată (punctul 4.2) (M_0). Se introduce cu pipeta, eventual în mai multe reprize, un volum corespunzător de probă în capsulă (100–250 ml) (V_0 ml). Se introduce capsula conținând proba în baia de apă clocotită (4.1) și se lasă să se evapore. Se introduce în etuvă (4.5) 30 minute, la 103 ± 2 °C și apoi se transferă capsula cu reziduuul într-un excicator (4.3). Se lasă capsula să se răcească 30 minute și apoi se cântărește, cu precizie de 0,1 mg, capsula împreună cu reziduuul (M_1).

6. EXPRIMAREA REZULTATELOR

6.1. Formula și metoda de calcul

Conținutul de reziduu uscat, exprimat în g per hl de etanol de 100 % vol., este dat de formula:

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

unde:

M_0 = masa, exprimată în grame, a capsulei curate și uscate.

M_1 = masa, exprimată în grame, a capsulei conținând reziduuul după deshidratare.

V_0 = volumul probei supuse deshidratării.

T = tăria alcoolică în volume a probei, determinată prin metoda 1.

6.2. Repetabilitate

Diferența dintre rezultatele a două determinări, efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, asupra aceleiași probe și în aceleași condiții nu poate să depășească 0,5 g per hl de etanol de 100 % vol.

Metoda 11: Test de detectare a absenței furfuroului

1. **OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE**
Metoda detectează furfurotul în alcoolul neutru.
2. **DEFINIȚIE**
Detectarea concentrației limită a furfurotului: valoarea limită determinată prin metoda specificată.
3. **PRINCIPIU**
Proba de alcool se amestecă cu anilină și cu acid acetic glacial. Prezența furfurotului este indicată de apariția în soluție a unei colorații roz somon, la 20 de minute de la amestecare.
4. **REACTIVI**
 - 4.1. Anilină proaspăt distilată.
 - 4.2. Acid acetic glacial.
5. **APARATURĂ**
Eprubete prevăzute cu dopuri din sticlă rodată.
6. **PROCEDURĂ**
Se introduc cu pipeta 10 ml de probă într-o eprubetă (punctul 5); se adaugă 0,5 ml de anilină și 2 ml de acid acetic glacial. Se agită eprubeta pentru amestecarea conținutului.
7. **EXPRIMAREA REZULTATELOR**
 - 7.1. Interpretarea testului la valori limită
În cazul în care colorația roz somon în eprubetă apare în mai puțin de 20 de minute, testul este pozitiv și proba conține furfurot.
 - 7.2. Observații
Rezultatele a două teste de detectare, efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, asupra aceleiași probe și în aceleași condiții, trebuie să fie identice.

Metoda 12: Testul UV

1. **OBIECT**
Această metodă determină transparența optică a alcoolului neutru.
2. **PRINCIPIU**
Transparența optică a probei în gama de lungimi de undă cuprinsă între 220-270 nm se măsoară în raport cu o substanță de referință definită care prezintă o transparență optică ridicată.
3. **APARATURĂ**
 - 3.1. Spectrofotometru UV-VIS.
 - 3.2. Cuve din cuarț, cu grosimea stratului optic de 10 nm și transmisie spectrală identică.
4. **REACTIVI**
n-hexan pentru spectroscopie.
5. **PROCEDURĂ**
 - Se clătesc cuvele curate cu soluție de probă și apoi se toarnă proba; se usucă exteriorul cuvelor;
 - se efectuează aceeași operație cu cuva de referință, însă folosind n-hexan, și se umple;
 - se determină valorile de absorbanță și se construiește graficul.

6. EXPRIMAREA REZULTATELOR

Valorile de absorbantă constatate la 270, 240, 230, respectiv 220 nm nu pot să depășească următoarele valori: 0,02, 0,08, 0,18 și 0,3.

Curba de absorbantă trebuie să fie lină și regulată.

Metoda 13: Determinarea conținutului de ^{14}C în etanol

1. METODA DE DETERMINARE A TIPULUI DE ALCOOL

Determinarea conținutului de ^{14}C în etanol permite distincția între alcool pe bază de combustibili fosili (alcool de sinteză) și alcool pe bază de materii prime recente (alcool de fermentație).

2. DEFINIȚIE

Conținutul de ^{14}C în etanol desemnează conținutul de ^{14}C determinat prin metoda descrisă.

Conținutul natural de ^{14}C în atmosferă (valoarea de referință), care este absorbit de vegetația vie prin asimilare, nu este o valoare constantă. Valoarea de referință se determină, așadar, pe etanolul din materii prime provenite din cea mai recentă perioadă de vegetație. Această valoare de referință anuală se determină în fiecare an prin analize colaborative organizate de Biroul Comunitar de Referință și Centrul Comun de Cercetare de la Ispra.

3. PRINCIPIU

Conținutul de ^{14}C al probelor care conțin alcool cu cel puțin 85 % m/m etanol se determină direct prin numărare prin scintilație lichidă.

4. REACTIVI

4.1. Scintilator cu toluen

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

0,5 g de p-bis-[4-metil-5-feniloxazol (2)]-benzen (dimetil-POPOP) într-un litru de toluen pur pentru analiză.

Se pot utiliza și scintilatoare cu toluen cu această compoziție disponibile în comerț, gata preparate.

4.2. ^{14}C etalon

^{14}C n-hexadecan cu o activitate de aproximativ 1×10^6 dpm/g (circa $1,67 \times 10^6$ cBq/g) și cu o precizie garantată a activității determinate de ± 2 % rel.

4.3. Etanol fără ^{14}C

Alcool de sinteză din materii prime de origine fosilă, cu cel puțin 85 % în procente de masă de etanol, pentru determinarea zgomotului de fond.

4.4. Alcool pe bază de materii prime recente din ultima perioadă de vegetație, cu cel puțin 85 % m/m etanol ca soluție de referință.

5. APARATURĂ

5.1. Spectrometru cu scintilație lichidă cu mai multe canale, cu procesor și standardizare externă automată și afișaj al raportului canal/standard extern (construcție standard: trei canale de măsurat și două canale standard externe).

5.2. Flacoane contor, sărace în potasiu, adaptate pentru spectrometru, cu dopuri filetate în culori închise, prevăzute cu un înveliș de polietilenă.

5.3. Pipete volumetrice de 10 ml.

5.4. Dispozitiv de dozare automată de 10 ml.

5.5. Balon cu fund rotund de 250 ml, prevăzut cu dop din sticlă rodată.

- 5.6. Dispozitiv de distilare a alcoolului prevăzut cu manta de încălzire, de exemplu de tip Micko.
- 5.7. Injector microlitru de 50 μ l.
- 5.8. Pâlnie de picnometru, picnometre de 25 ml și 50 ml.
- 5.9. Termostat cu temperatură constantă de $\pm 0,01$ °C.
- 5.10. Tabele alcoolmetrice oficiale, în conformitate cu Directiva Consiliului din 27 iulie 1976 de apropiere a legislațiilor statelor membre privind tabelele alcoolmetrice, publicată de Comisia Comunităților Europene (ISBN 92-825-0146-9).

6. PROCEDURĂ

6.1. Reglarea aparatului

Aparatura trebuie reglată în conformitate cu instrucțiunile producătorului. Condițiile de măsurare sunt optime atunci când valoarea E_2/B , factorul de merit, este la maximum.

E = efficiency (randament)

B = background (zgomot de fond)

Numai două canale de măsurat se optimizează. Cel de-al treilea se lasă complet deschis pentru a permite controlul.

6.2. Selecția flacoanelor contor

Se umplu mai multe flacoane contor decât vor fi necesare ulterior cu 10 ml de etanol de sinteză fără conținut de ^{14}C și 10 ml de scintilator cu toluen. Se măsoară fiecare timp de cel puțin 4×100 de minute. Tuburile al căror zgomot de fond se abate cu mai mult de ± 1 % rel. de la medie se aruncă. Se utilizează numai flacoane noi, provenite din același lot de fabricație.

6.3. Determinarea raportului canal/standard extern (RCSE)

În timpul procesului de reglare a canalelor (punctul 6.1), se determină RCSE cu ajutorul programului de calcul corespunzător, atunci când se determină coeficientul de eficiență. Standardul extern utilizat este 137 cesiu, integrat din fabricație.

6.4. Pregătirea probei

Se pot măsura probele cu un conținut de etanol de cel puțin 85 % m/m, fără impurități, cu o absorbantă de sub 450 nm. Un reziduu slab de esteri și aldehide nu reprezintă o problemă. După aruncarea primilor ml, proba se distilează direct în picnometru, iar conținutul de alcool al probei se determină prin picnometrie. Valorile care trebuie determinate sunt preluate din tabelele alcoolmetrice oficiale.

7. MĂSURAREA PROBELOR PRIN UTILIZAREA UNUI STANDARD EXTERN

- 7.1. Probele cu absorbantă redusă, cum ar fi cele descrise la punctul 6.4, cu o valoare RCSE în jur de 1,8, pot fi măsurate prin RCSE, ceea ce constituie o măsură a coeficientului de eficiență.

7.2. Măsurare

Se introduc cu pipeta câte 10 ml din fiecare probă preparată în conformitate cu punctul 6.4 într-un flacon contor controlat pentru zgomot de fond și se adaugă 10 ml de scintilator cu toluen, cu ajutorul unui dispozitiv de dozare automată. Probele din flacoane se omogenizează prin mișcări circulare corespunzătoare; lichidul nu trebuie să umezească învelișul de polietilenă din dopul filetat. Se prepară în același mod un flacon etalon cu etanol fosil fără conținut de ^{14}C pentru a determina zgomotul de fond. Pentru a verifica valoarea anuală corespunzătoare a ^{14}C , se prepară o probă duplicat din etanol recent, provenit din ultima perioadă de vegetație, amestecându-se un flacon contor cu standardul extern, în conformitate cu punctul 8.

Proba martor și proba pentru zgomot de fond se așază la începutul seriei de măsurători, care ar trebui să conțină cel mult 10 probe de analiză. Timpul total de măsurare per probă este de cel puțin 2×100 de minute, probele individuale fiind măsurate în etape parțiale de 100 de minute fiecare, pentru a permite detectarea eventualelor dereglări sau defecțiuni ale aparatului (Un ciclu corespunde, așadar, unui interval de măsurare de 100 de minute per probă.).

Probele martor și probele pentru zgomot de fond trebuie preparate din nou din patru în patru săptămâni.

Această metodă necesită un timp scurt și o cantitate redusă de material, fiind în special adecvată laboratoarelor nespecializate care prelucreză un mare număr de probe.

În cazul probelor cu absorbantă redusă (cu RCSE de aproximativ 1,8), randamentul este afectat în mod neglijabil de modificarea acestei valori. În cazul în care modificarea se încadrează în intervalul $\pm 5\%$ rel., este probabil să se obțină același randament. În cazul probelor cu absorbantă mai ridicată, cum ar fi alcoolii denaturați, randamentul se poate determina pe graficul de corecție a absorbantei. În cazul în care nu există un program de calcul disponibil, trebuie să se utilizeze standardul intern, ceea ce conduce la un rezultat fără echivoc.

8. MĂSURAREA PROBELOR PRIN UTILIZAREA UNUI STANDARD INTERN HEXADECAN ^{14}C

8.1. Procedură

Probele martor și probele pentru zgomot de fond (etanol recent și etanol fosil), precum și materialul necunoscut, se măsoară fiecare în duplicat. O probă duplicat se prepară într-un flacon neselectat, adăugându-se o cantitate dozată cu precizie (30 μl) de hexadecan ^{14}C ca standard intern (activitate suplimentară de aproximativ 26 269 dpm/gC, circa 43 782 cBq/gC). Pentru prepararea celorlalte probe și timpii de măsurare, a se vedea punctul 7.2, însă timpul de măsurare pentru probele cu standard intern poate fi redus la aproximativ cinci minute printr-un prerogaj la 10^5 impulsuri. Pe o serie de măsurători, se utilizează câte un duplicat al probei martor și al probei pentru zgomot de fond; acestea se așază la începutul seriei de măsurători.

8.2. Utilizarea standardului intern și a flacoanelor contor

Pentru a preveni contaminarea în cazul măsurărilor cu un standard intern, aceste standarde trebuie depozitate și manipulate în afara spațiului în care se prepară și se măsoară probele pentru analiză. După măsurare, tuburile controlate pentru zgomot de fond pot fi reutilizate. Dopurile filetate și tuburile care conțin standarde interne se aruncă.

9. EXPRIMAREA REZULTATELOR

9.1. Unitatea activității unei substanțe radioactive este becquerel; 1 Bq = 1 dezintegrare/sec.

Indicarea radioactivității specifice se exprimă în becquereli în raport cu un gram de carbon = Bq/gC.

Pentru a obține mai multe rezultate practice, este preferabil să se exprime rezultatele în centibecquereli = cBq/gC.

Descrierile și formulele utilizate în literatură, bazate pe dpm, pot fi deocamdată menținute. Pentru a obține valorile corespunzătoare în cBq, se înmulțește valoarea dpm cu 100/60.

9.2. Exprimarea rezultatelor cu un standard extern

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

9.3. Exprimarea rezultatelor cu un standard intern

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

9.4. Abrevieri:

cpm_{pr} = media ratei de numărare a probelor, calculată pentru toată durata măsurării.

cpm_{NE} = media ratei impulsurilor de fond, calculată în același mod.

cpm_{IS} = rata de numărare a probelor, prevăzută cu un standard intern

dpm_{IS} = cantitatea de standard intern adăugată (radioactivitate etalonată dpm).

V = volumul probelor utilizate, în ml.

F = conținutul în grame de alcool pur per ml, în funcție de concentrație.

Z = coeficientul de eficiență corespunzător valorii RCSE.

1,918 = numărul de grame de alcool per gram de carbon.

10. FIABILITATEA METODEI

10.1. Repetabilitate (r)

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

10.2. Reproductibilitate (R)

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

(¹) JO L 262, 27.9.1976, p. 143.

(²) JO L 262, 27.9.1976, p. 149.”
