

VYKONÁVACIE NARIADENIE KOMISIE (EÚ) 2023/383

zo 16. februára 2023

ktorým sa mení nariadenie (ES) č. 2870/2000, ktorým sa stanovujú referenčné metódy analýzy liehovín v Spoločenstve a zrušuje nariadenie (EHS) č. 2009/92 stanovujúce analytické metódy Spoločenstva pre etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu, používaný pri príprave liehovín, aromatizovaných vín, nápojov na báze aromatizovaných vín a koktailov z výrobkov z aromatizovaných vín

EURÓPSKA KOMISIA,

so zreteľom na Zmluvu o fungovaní Európskej únie,

so zreteľom na nariadenie Európskeho parlamentu a Rady (EÚ) 2019/787 zo 17. apríla 2019 o definovaní, popise, prezentácii a označovaní liehovín, používaní názvov liehovín pri prezentácii a označovaní iných potravín, ochrane zemepisných označení liehovín, používaní etylalkoholu a destilátov poľnohospodárskeho pôvodu v alkoholických nápojoch a o zrušení nariadenia (ES) č. 110/2008 ⁽¹⁾, a najmä na jeho článok 20 prvý odsek písm. d),

keďže:

- (1) Definícia a požiadavky na etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu stanovené v článku 5 nariadenia (EÚ) 2019/787 boli zmenené delegovaným nariadením Komisie (EÚ) 2022/1303 ⁽²⁾ okrem iného s cieľom zosúladiť maximálnu úroveň určitých reziduí s technickými parametrami, ktoré sa v súčasnosti používajú v danom odvetví a vo väčšine analytických laboratórií.
- (2) V tejto súvislosti sa považuje za potrebné zmeniť nariadenie Komisie (ES) č. 2870/2000 ⁽³⁾ s cieľom rozšíriť referenčné metódy stanovené v prílohe k uvedenému nariadeniu na analýzu etylalkoholu poľnohospodárskeho pôvodu.
- (3) Obsah alkoholu vyjadrený v objemových percentách (ďalej len „obj. %“) by sa mal v prípade etylalkoholu poľnohospodárskeho pôvodu stanovovať na základe referenčnej metódy stanovenej v kapitole I prílohy k nariadeniu (ES) č. 2870/2000, keďže ide o zavedenú metódu, ktorá sa v súčasnosti používa na analýzu liehovín. Na tento účel je vhodné stanoviť, že etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu by sa mal považovať za destilát, ktorého obsah alkoholu v obj. % sa má merať priamo, a nie po destilácii. Keďže automatické hustomery ukazujú nespoľahlivé číslo, ak vstrekaný alkohol nie je číry, je vhodné stanoviť, že vzorka sa má v takom prípade destilovať.
- (4) S cieľom určiť pôvod etylalkoholu, najmä to, či bol získaný z produktov uvedených v prílohe I k zmluve, je vhodné obnoviť metódu 13 stanovenú v nariadení Komisie (ES) č. 625/2003 ⁽⁴⁾, ktorá je v súčasnosti zastaraná a ktorej cieľom je stanoviť obsah ¹⁴C v etanole a umožniť tak rozlíšenie medzi syntetickým alkoholom a alkoholom získaným kvasením.
- (5) Meranie obsahu etylacetátu, acetaldehydu, vyšších alkoholov a metanolu v etylalkohole poľnohospodárskeho pôvodu by sa malo zakladať na referenčných metódach stanovených v kapitole III bode III.2 prílohy k nariadeniu (ES) č. 2870/2000, keďže ide o zavedené metódy, ktoré sa v súčasnosti používajú na analýzu mnohých liehovín.

⁽¹⁾ Ú. v. EÚ L 130, 17.5.2019, s. 1.

⁽²⁾ Delegované nariadenie Komisie (EÚ) 2022/1303 z 25. apríla 2022, ktorým sa mení nariadenie Európskeho parlamentu a Rady (EÚ) 2019/787, pokiaľ ide o definíciu a požiadavky na etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu (Ú. v. EÚ L 197, 26.7.2022, s. 71).

⁽³⁾ Nariadenie Komisie (ES) č. 2870/2000 z 19. decembra 2000, ktorým sa stanovujú referenčné metódy analýzy liehovín v Spoločenstve (Ú. v. ES L 333, 29.12.2000, s. 20).

⁽⁴⁾ Nariadenie Komisie (ES) č. 625/2003 z 2. apríla 2003, ktoré mení a dopĺňa nariadenie (ES) č. 1623/2000, ktoré stanovuje podrobné pravidlá uplatňovania nariadenia Rady (ES) č. 1493/1999 o spoločnom organizovaní trhu s vínom s ohľadom na trhové mechanizmy (Ú. v. EÚ L 90, 8.4.2003, s. 4).

- (6) Pokiaľ ide o furfural, referenčná metóda na jeho meranie by mala byť založená na zavedenej metóde stanovenej na analýzu furfuralu v liehovinách, ktorou je metóda kvapalinovej chromatografie pre zložky dreva stanovená v kapitole X prílohy k nariadeniu (ES) č. 2870/2000.
- (7) Keďže existuje rozdiel medzi obsahom alkoholu v etylalkohole poľnohospodárskeho pôvodu a obsahom alkoholu v liehovinách, v prípade ktorých existujú referenčné analytické metódy stanovené v prílohe k nariadeniu (ES) č. 2870/2000, a vzhľadom na to, že koncentrácie prchavých látok (esterov, aldehydov, vyšších alkoholov), ktoré sa predpokladajú v prípade etylalkoholu poľnohospodárskeho pôvodu, sú výrazne nižšie ako v prípade niektorých liehovín, je vhodné stanoviť menšie úpravy týchto metód, aby sa tieto rozdiely zohľadnili.
- (8) Nariadenie (ES) č. 2870/2000 by sa preto malo zodpovedajúcim spôsobom zmeniť.
- (9) Nariadenie Komisie (EHS) č. 2009/92 ⁽ⁱ⁾ sa týka analýzy etylalkoholu poľnohospodárskeho pôvodu. Pravidlá týkajúce sa týchto metód analýzy sa od jeho prijatia vyvinuli, a to pokiaľ ide o analýzu neutrálneho alkoholu zrušením nariadenia Komisie (EHS) č. 1238/92 ^(e) nariadením Komisie (ES) č. 1623/2000 ^(j), ako aj prijatím definície a požiadaviek na etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu v článku 5 nariadenia (EÚ) 2019/787. Nariadenie (EHS) č. 2009/92 preto zastaráva.
- (10) V záujme jednoznačnosti a právnej istoty by sa nariadenie (EHS) č. 2009/92 malo zrušiť.
- (11) Opatrenia stanovené v tomto nariadení sú v súlade so stanoviskom Výboru pre liehoviny,

PRIJALA TOTO NARIADENIE:

Článok 1

Zmeny nariadenia (ES) č. 2870/2000

Nariadenie (ES) č. 2870/2000 sa mení takto:

- (1) Vkladá sa tento článok 1a:

„Článok 1a

1. Toto nariadenie sa vzťahuje na etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu v zmysle vymedzenia v článku 5 nariadenia Európskeho parlamentu a Rady (EÚ) 2019/787 ^(*).
2. Referenčné metódy Únie na analýzu etylalkoholu poľnohospodárskeho pôvodu sa stanovujú v prílohe k tomuto nariadeniu.
3. Na účely tohto nariadenia sa etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu považuje za destilát, ktorého obsah alkoholu v obj. % sa meria priamo podľa dodatku II kapitoly I prílohy.

Ak však vzorka alkoholu nie je číra alebo sa v nej nachádzajú viditeľné suspendované častice, vzorka sa destiluje.

4. Na stanovenie prchavých látok sa vyžaduje kalibrácia so štandardným roztokom C pripraveným v absolútnom etanole, aby sa dosiahla vhodná matica zodpovedajúca vzorkám a štandardným roztokom uvedeným v kapitole III.2 prílohy.

⁽ⁱ⁾ Nariadenie Komisie (EHS) č. 2009/92 z 20. júla 1992 stanovujúce analytické metódy Spoločenstva pre etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu, používaný pri príprave liehovín, aromatizovaných vín, nápojov na báze aromatizovaných vín a koktailov z výrobkov z aromatizovaných vín (Ú. v. ES L 203, 21.7.1992, s. 10).

^(e) Commission Regulation (EEC) No 1238/92 of 8 May 1992 determining the Community methods applicable in the wine sector for the analysis of neutral alcohol [nariadenie Komisie (EHS) č. 1238/92 z 8. mája 1992, ktorým sa stanovujú metódy Spoločenstva uplatniteľné vo vinárskom sektore na analýzu neutrálneho alkoholu] (Ú. v. ES L 130, 15.5.1992, s. 13).

^(j) Nariadenie Komisie (ES) č. 1623/2000 z 25. júla 2000 stanovujúce podrobné pravidlá uplatňovania nariadenia (ES) č. 1493/1999 o spoločnej organizácii trhu s vínom vzhľadom na trhový mechanizmus (Ú. v. ES L 194, 31.7.2000, s. 45).

5. Na stanovenie furfuralu, ako sa podrobne uvádza v kapitole X prílohy, sa etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu dvojnásobne zriedi pridaním vody tak, aby sa zdvojnásobil jeho počiatočný objem a dosiahol obsah alkoholu v obj. % zlučiteľný s kalibračnými roztokmi. Výsledky analýzy furfuralu sa prepočítajú na gramy na hektoliter pre 100 obj. % alkoholu v súlade s rovnicou „koncentrácia furfuralu v gramoch na hektoliter 100 obj. % alkoholu = koncentrácia furfuralu v mg/l $\times$ 10/obsah alkoholu v objemových percentách (obj. %)“, kde obsah alkoholu v objemových percentách (obj. %) je obsah alkoholu meranej vzorky stanovený v kapitole I prílohy.

6. Na stanovenie obsahu ^{14}C v etanole sa použije metóda stanovená v kapitole XI prílohy.

(*) Nariadenie Európskeho parlamentu a Rady (EÚ) 2019/787 zo 17. apríla 2019 o definovaní, popise, prezentácii a označovaní liehovín, používaní názvov liehovín pri prezentácii a označovaní iných potravín, ochrane zemepisných označení liehovín, používaní etylalkoholu a destilátov poľnohospodárskeho pôvodu v alkoholických nápojoch a o zrušení nariadenia (ES) č. 110/2008 (Ú. v. EÚ L 130, 17.5.2019, s. 1).“

(2) Príloha sa mení v súlade s prílohou k tomuto nariadeniu.

Článok 2

Zrušenie nariadenia (EHS) č. 2009/92

Nariadenie (EHS) č. 2009/92 sa zrušuje.

Článok 3

Nadobudnutie účinnosti

Toto nariadenie nadobúda účinnosť dvadsiatym dňom po jeho uverejnení v Úradnom vestníku Európskej únie.

Toto nariadenie je záväzné v celom rozsahu a priamo uplatniteľné vo všetkých členských štátoch.

V Bruseli 16. februára 2023

Za Komisiu
predsedníčka
Ursula VON DER LEYEN

PRÍLOHA

Príloha k nariadeniu (ES) č. 2870/2000 sa mení takto:

1. V obsahu sa dopĺňa tento bod:

„XI. Stanovenie obsahu ^{14}C v etanole“.

2. V kapitole III časti III.2 (Stanovenie prchavých zložiek: aldehydov, vyšších alkoholov, etylacetátu a metanolu metódou plynovej chromatografie) bode 5 (Reagenty a materiály) sa vkladajú tieto body:

„5.13a Len v prípade etylalkoholu poľnohospodárskeho pôvodu: absolútny etanol (CAS 64-17-5).“;

„5.14.1a Len v prípade etylalkoholu poľnohospodárskeho pôvodu: štandardný roztok A sa pripraví pipetovaním reagentov so zníženým objemom vyšších alkoholov s cieľom získať štandardné roztoky s koncentraciami blízкими zákonným limitom pre etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu.“;

„5.14.2a Len v prípade etylalkoholu poľnohospodárskeho pôvodu: štandardný roztok B sa pripraví pipetovaním vhodného vnútorného štandardu so zníženými objemami s cieľom získať štandardné roztoky s koncentraciami blízкими zákonným limitom pre etylalkohol poľnohospodárskeho pôvodu.“;

3. Dopĺňa sa táto kapitola XI:

„XI. STANOVENIE OBSAHU ^{14}C V ETANOLE

1. Úvod

Stanovenie obsahu ^{14}C v etanole umožňuje rozlišovať medzi alkoholom z fosílnych palív (syntetickým alkoholom) a alkoholom zo súčasných surovín (alkoholom získaným kvasením).

2. Vymedzenie pojmov

Obsah ^{14}C etanolu sa považuje za obsah ^{14}C stanovený metódou opísanou v tomto dokumente alebo metódou opísanou v norme EN 16640: metóda C.

Prirodzený obsah ^{14}C v atmosfére (referenčná hodnota), ktorý asimiláciou absorbuje živá vegetácia, nie je konštantnou hodnotou. Referenčná hodnota sa preto v etanole stanovuje zo surovín z posledného vegetačného obdobia. Táto ročná referenčná hodnota sa určuje podľa normy EN 16640. Možno však akceptovať aj inú referenčnú hodnotu, pokiaľ ju certifikuje akreditovaný orgán.

3. Princíp

Obsah ^{14}C vo vzorkách s obsahom alkoholu najmenej s 85 hm. % etanolu sa stanovuje priamo kvapalinovým scintilačným spektrometrom.

4. Reagenty

4.1. Toulénový scintilátor

5,0 g 2,5-difenyloxazol (PPO)

0,5 g p-bis-[4-metyl-5-fenyloxazolyl(2)]-benzén (dimetyl-POPOP) v 1 litri toluénu analytickej triedy čistoty.

Môžu sa použiť aj komerčne distribuované hotové toluénové scintilátory, ktoré majú také isté zloženie.

4.2. Štandard ^{14}C

n-hexadekánový ^{14}C s aktivitou približne 1×10^6 dpm/g (približne $1,67 \times 10^6$ cBq/g) a s garantovanou presnosťou stanovenej aktivity ± 2 % rel.

4.3. Etanol bez ^{14}C

Syntetický alkohol pochádzajúci z fosílnych surovín najmenej s 85 hm. % etanolu na stanovenie pozadia.

4.4. Alkohol zo súčasných surovín z posledného vegetačného obdobia najmenej s 85 hm. % etanolu ako referenčný materiál.

5. Prístroje

- 5.1. Multikanálový roztokový scintilačný spektrometer s procesorom a automatickou vonkajšou štandardizáciou a displejom vonkajšieho pomeru štandard/kanál (bežný tvar: tri meracie kanály a dva vonkajšie štandardné kanály).
- 5.2. Trubice s nízkym obsahom draslíka vhodné pre spektrometer, s tmavými uzávermi na závit s polyetylénovou vložkou.
- 5.3. Pipety s objemom 10 ml.
- 5.4. Automatický dávkovač 10 ml.
- 5.5. Banka s okrúhlym dnom a so sklenou zátkou, 250 ml.
- 5.6. Destilačná aparátúra s vyhrievaním, napr. typ Micko.
- 5.7. Mikrostriekačka, 50 µl.
- 5.8. Nálevka pyknometra, pyknometer na 25 ml a 50 ml. Alternatívne by sa malo povoliť použitie rovnocenného vybavenia, ako je elektronický hustomer.
- 5.9. Termostat s tepelnou stabilitou $\pm 0,01$ °C.

6. Postup

6.1. Nastavenie prístrojov

Prístroje sa nastavujú podľa pokynov výrobcu. Podmienky merania sú optimálne, keď je hodnota E_2/B , index kvality, na maximálnej úrovni.

E = účinnosť

B = pozadie

Optimalizujú sa iba dva meracie kanály. Tretí je úplne otvorený na účely kontroly.

6.2. Výber trubíc

Väčší počet trubíc, ktoré budú neskôr potrebné, sa naplní 10 ml syntetického etanolu bez ^{14}C a 10 ml toluénového scintilátora. Každá z nich sa meria najmenej počas 4 cyklov $\times$ 100 minút. Trubice, ktorých pozadie kolíše viac ako ± 1 % relatívne od priemeru, sa vylúčia. Použiť sa môžu iba celkom nové trubice od výrobcu a z tej istej šarže.

6.3. Stanovenie vonkajšieho pomeru štandard/kanál (ESCR)

Počas procesov nastavovania kanálov (bod 6.1.) sa ESCR stanoví s použitím vhodného počítačového programu, kde sa stanoví účinnosť. Ako vonkajší štandard sa použije cézium¹³⁷, ktoré je už zabudované výrobcom.

6.4. Príprava vzorky

Vzorky s obsahom etanolu najmenej 85 hm. % a bez nečistôt, ktoré absorbujú pri vlnových dĺžkach menej ako 450 nm, sa môžu merať. Nízka hladina reziduí esterov a aldehydov nemá žiadny rušivý účinok. Vopred sa stanoví obsah alkoholu vo vzorke s toleranciou 0,1 %.

7. Meranie vzoriek s použitím vonkajšieho štandardu

- 7.1. Vzorky s nízkou absorbanciou opísané v bode 6.4 s hodnotou ESCR približne 1,8 sa môžu merať prostredníctvom ESCR, čím sa uskutoční meranie pomeru účinnosti.

7.2. Meranie

10 ml každej vzorky pripravenej podľa bodu 6.4 sa pipetuje do vybranej trubice, skontrolovanej na pozadí, a cez automatické dávkovacie zariadenie sa pridá 10 ml toluénového scintilátora. Vzorky v trubiciach sa homogenizujú vhodným rotačným pohybom; roztok nesmie zvlhčiť polyetylén vložený do vrchných uzáverov. Rovnakým postupom sa pripraví trubica s obsahom fosílného etanolu bez ^{14}C na meranie pozadia. Na kontrolu príslušnej ročnej hodnoty ^{14}C sa pripraví duplikát zo súčasného etanolu z posledného vegetačného obdobia, pričom obsah trubice sa mieša s vnútorným štandardom podľa bodu 8.

Kontrolná vzorka a vzorka pozadia sa umiestnia na začiatok meraných sérií, ktoré obsahujú najviac 10 vzoriek na analýzu. Celkový čas merania na každú vzorku je najmenej 2×100 minút, s individuálnymi vzorkami meranými v čiastočných štádiách 100 minút tak, aby sa žiadne zariadenie neposunulo alebo aby sa neprejavil iný vplyv. (Jeden cyklus teda zodpovedá meraciemu intervalu 100 minút na vzorku.)

Vzorky pozadia a kontrolné vzorky sa musia pripravovať ako čerstvé každé štyri týždne.

V prípade slabo naplnených vzoriek (ESCR asi 1,8) je účinnosť iba zanedbateľne ovplyvnená zmenou tejto hodnoty. Pokiaľ je zmena v $\pm 5\%$ rel., možno očakávať rovnakú účinnosť. Pre oveľa viac ovplyvnené vzorky, ako sú denaturované alkoholy, možno účinnosť zabezpečiť pomocou korekčného grafu na odstránenie ovplyvnení. Ak nie je dostupný vhodný počítačový program, použije sa vnútorný štandard, a to vedie k nejednoznačnému výsledku.

8. Meranie vzoriek s použitím hexadekánu- ^{14}C ako vnútorného štandardu

8.1. Postup

Kontrolná vzorka a vzorka pozadia (súčasný a fosílny etanol) a neznámy materiál sa merajú dvojmo. Jedna vzorka duplikátu sa pripraví v nevybranej trubici a s presne stanoveným množstvom (30 μl) hexadekánu- ^{14}C , ktorý sa pridá ako vnútorný štandard (pridaná aktivita približne 26 269 dpm/g C približne 43 782 cBq/g C). Príprava vzorky a čas merania pre ďalšie vzorky sú opísané v bode 7.2, ale čas merania vzoriek s vnútorným štandardom sa môže skrátiť približne na päť minút s prednastavením na 10^5 pulzov. V každej meracej sérii sa použije jeden duplikát každej vzorky pozadia a každej kontrolnej vzorky; tieto sa umiestnia na začiatok meracích sérií.

8.2. Nakladanie s vnútorným štandardom a počítacími trubicami

Aby sa predišlo kontaminácii pri meraní pomocou vnútorného štandardu, musia sa trubice uskladiť a musí sa s nimi manipulovať dostatočne ďaleko od pripravovaných a meraných vzoriek. Po meraní možno trubice skontrolované z hľadiska pozadia znova použiť. Skrutkovacie uzávery a trubice obsahujúce vnútorný štandard sa zahodia.

9. Vyjadrenie výsledkov

9.1. Jednotkou aktivity rádioaktívnej substancie je becquerel; 1 Bq = 1 impulz za sekundu.

Indikácia špecifickej rádioaktivity sa vyjadrí ako pomerné becquerely na jeden gram uhlíka = Bq/g C.

Na získanie praktickejších výsledkov sa tieto výsledky vyjadria v centibecquereloch = cBq/gC.

Môžu sa použiť aj opisy a vzorce použité v literatúre, založené na dpm. Na získanie zodpovedajúcich hodnôt v cBq stačí hodnotu uvedenú v dpm vynásobiť zlomkom $100/60$.

9.2. Vyjadrenie výsledkov s vonkajším štandardom

$$\text{cBq/g C} = \frac{(\text{cpm}_{\text{prchar}})_{2013} \cdot \text{cpm}_{\text{NE}}}{V \cdot F \cdot Z \cdot 60} \cdot 1,918 \cdot 100$$

9.3. Vyjadrenie výsledkov s vnútorným štandardom

$$\text{cBq/g C} = \frac{(\text{cpm}_{\text{prchar}})_{2013} \cdot \text{cpm}_{\text{NE}} \cdot \text{dpm}_{\text{IS}}}{(\text{cpm}_{\text{ISchar}})_{2013} \cdot \text{cpm}_{\text{pr}} \cdot V \cdot F \cdot 60} \cdot 1,918 \cdot 100$$

9.4. Skratky

cpm_{pr} = stredný počet pulzov vzorky napočítaný počas celkového času merania

cpmNE = stredný počet pulzov pozadia vypočítaný rovnakým spôsobom

cpmIS = počet pulzov s vnútorným štandardom

dpmIS = množstvo pridaného vnútorného štandardu (kalibračná rádioaktivita dpm)

V = objem použitých vzoriek v ml

F = obsah čistého alkoholu v gramoch na ml danej koncentrácie

Z = účinnosť zodpovedajúca hodnote ESCR

1,918 = počet gramov alkoholu na gram uhlíka

10. Spôľahlivosť metódy

10.1. Opakovateľnosť (r)

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

10.2. Reprodukovateľnosť (R)

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