

**KOMMISSIONENS FÖRORDNING (EG) nr 625/2003**

av den 2 april 2003

**om ändring av förordning (EG) nr 1623/2000 om tillämpningsföreskrifter för rådets förordning (EG) nr 1493/1999 om den gemensamma organisationen av marknaden för vin, vad beträffar marknadsmekanismerna**

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen,

med beaktande av rådets förordning (EG) nr 1493/1999 av den 17 maj 1999 om den gemensamma organisationen av marknaden för vin<sup>(1)</sup>, senast ändrad genom förordning (EG) nr 2585/2001<sup>(2)</sup>, särskilt artiklarna 26, 33 och 36 i denna, och

av följande skäl:

- (1) I avdelning I kapitel I i kommissionens förordning (EG) nr 1623/2000<sup>(3)</sup>, senast ändrad genom förordning (EG) nr 1795/2002<sup>(4)</sup>, fastställs tillämpningsföreskrifter för stödsystem för användningar av druvor, druvmust och koncentrerad druvmust eller rektifierad koncentrerad druvmust. På grundval av de erfarenheter som gjorts är det lämpligt att närmare precisera de livsmedelsprodukter som inte omfattas av det systemet, att minska den administrativa belastningen för de användare och bearbetningsföretag som hanterar saften och att införa lämpliga åtgärder för att kontrollera hur saften används. De kvantiteter livsmedelsprodukter som skall omfattas av kontrollerna bör vara större än inom andra områden eftersom produkten ofta används i en annan medlemsstat än den där stöden betalas ut.
- (2) Inom ramen för stödet för användning av must för att öka alkoholhalten i vinprodukter bör referensen till metod för fastställande av alkoholhalten rättas. För att underlätta arbetet för medlemsstaterna bör administrationen av stödansökningarna överlämnas till dessa. För att kunna genomföra noggranna och effektiva kontroller är det också lämpligt att precisera bestämmelserna för dessa.
- (3) För att garantera likvärdig behandling av tvister är det nödvändigt att harmonisera bestämmelserna för utbetalning av de stöd som föreskrivs enligt de olika stödordningar som omfattas av förordning (EG) nr 1623/2000.
- (4) För noggranna och effektiva kontroller av stödet till privat lagring av vin bör det preciseras vilka kontrollbestämmelser som gäller och vilka toleranser som är tillåtna för kontroll av alkoholhalten i druvmust, koncentrerad druvmust och rektifierad koncentrerad druvmust. För att underlätta utbetalningen av förskott inom ramen för denna åtgärd bör administrationen för detta ändras.

- (5) När det gäller destillation av biprodukter av vinframställning är det rimligt att anpassa stödnivån och priset efter typ av biprodukt och därför avskaffa det fasta stödet och det fasta priset. Som en anpassning till de strukturella förändringarna inom sektorn bör dessutom de berörda medlemsstaterna tillåtas att utvidga undantaget från kravet på leverans av biprodukter från destillationen till att omfatta vissa typer av producenter.
- (6) Om en medlemsstat beslutar att anpassa uppköpspriset för vin till producenten i förhållande till avkastningen inom ramen för den destillation som avses i artikel 28 i förordning (EG) nr 1493/1999, bör tidsfristen för att betala ut stöd till destillatören förlängas.
- (7) För att säkerställa att de finansiella transaktionerna i samband med krisdestillation enligt artikel 30 i förordning (EG) nr 1493/1999 sker korrekt, bör det bekräftas att förskottet av det pris som interventionsorganet skall betala destillatören likställs med stöden för annan destillation.
- (8) Beträffande samtliga destillationsåtgärder bör den bestämmelse utgå som berör användningen av en del av det vin som kontrollerats som representativt för allt vin som levererats till destillation. Likaså bör de förskott som betalas för krisdestillation och som likställs med stöd inbegripas i påföljdssystemet, och det bör inrättas en mekanism för alla slags destillationer som gör det möjligt att garantera producenten ett lägsta uppköpspris för vinet om destillatören inte uppfyller sina åtaganden.
- (9) Med hänsyn till de erfarenheter som gjorts är det lämpligt att anpassa reglerna för avsättning av alkohol som framställts genom olika destillationer och som innehas av interventionsorgan. Det är därför nödvändigt att i varje enskilt fall fastställa fristerna för uttag av stora mängder alkohol. För att öka avsättningsmöjligheterna bör de befintliga geografiska begränsningarna för försäljning av alkohol avskaffas. Dessutom bör villkoren preciseras för kontroller av destinationen för den alkohol som används i bränslesektorn.
- (10) Eftersom förvaltningen av interventionsåtgärder förutsätter att medlemsstaterna översänder ett stort antal uppgifter till kommissionen bör det fastställas bestämmelser för detta.

<sup>(1)</sup> EGT L 179, 14.7.1999, s. 1.

<sup>(2)</sup> EGT L 345, 29.12.2001, s. 10.

<sup>(3)</sup> EGT L 194, 31.7.2000, s. 45.

<sup>(4)</sup> EGT L 272, 10.10.2002, s. 15.

(11) Förordning (EG) nr 1623/2000 bör därför ändras.

- (12) Vissa ändringar syftar till att förtydliga befintliga bestämmelser eller att precisera dem och gynnar aktörerna på marknaden. De bör därför tillämpas med retroaktiv verkan.
- (13) Andra ändringar syftar till att förbättra villkoren för särskilda åtgärder för avyttring av alkohol. Dessa bör följaktligen tillämpas från och med offentliggörandet av denna förordning.
- (14) Den största delen av ändringarna innebär tekniska förändringar av åtgärderna för att styra marknaden. För att inte orsaka störningar under innevarande vinår bör de sista ändringarna tillämpas från och med nästa vinår.
- (15) De åtgärder som föreskrivs i denna förordning är förenliga med yttrandet från Förvaltningskommittén för vin.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

#### Artikel 1

Förordning (EG) nr 1623/2000 ändras på följande sätt:

- 1) Kapitel I i avdelning I skall ersättas med följande:

"KAPITEL I

#### FRAMSTÄLLNING AV DRUVAFT

#### Artikel 3

#### Syfte

Stöd enligt artikel 35.1 a i förordning (EG) nr 1493/1999 skall beviljas bearbetningsföretag

- a) som själva är producenter eller samproducenter, och som för att framställa druvsaft bearbetar eller låter bearbeta såväl druvor från den egna skörden som den druvmust och koncentrerade druvmust som helt och hållet framställts av denna skörd, eller
- b) som direkt eller indirekt från producenter eller samproducenter köper druvor med ursprung i gemenskapen, eller druvmust eller koncentrerad druvmust, för att bearbeta dem till druvsaft.

Den druvmust eller den koncentrerade druvmust som används skall härröra från druvor som producerats i gemenskapen.

#### Artikel 4

#### Framställning av andra druvsaftsbaserade livsmedel

Druvsaften eller den koncentrerade druvsaften får bearbetas till alla andra livsmedelsprodukter än de produkter från vinframställning som anges i bilaga 1 till förordning (EG) nr 1493/1999 eller de produkter som avses i artikel 35.1 b och c i samma förordning.

#### Artikel 5

#### Tekniska krav på produkterna

1. De råvaror för framställning av druvsaft som avses i artikel 3 skall vara av god handelsmässig kvalitet enligt relevanta normer och lämpa sig för bearbetning till druvsaft.
2. Den druvmust samt den must som framställs av de använda druvorna skall ha en densitet vid 20 °C på mellan 1,055 och 1,100 g/cm<sup>3</sup>.
3. Den druvsaft som används för framställning av livsmedel skall uppfylla kraven i rådets direktiv 2001/112/EG (\*).

#### Artikel 6

#### Administrativa bestämmelser för bearbetningsföretagen i kontrollsyfte

1. Bearbetningsföretag som kontinuerligt framställer druvsaft under hela vinåret skall före början av varje produktionsår lämna in en bearbetningsplan för druvsaften till medlemsstatens behöriga myndighet. Om det är första gången bearbetningsföretaget framställer druvsaft och produktionsåret har inletts skall planen vara fastställd innan framställningen inleds.

Bearbetningsplanen skall innehålla uppgift om

- a) typ av råvara som skall bearbetas (druvor, druvmust eller koncentrerad druvmust),
- b) lagringsplatsen för den druvmust och koncentrerade druvmust som skall bearbetas, och
- c) den plats där bearbetningen skall äga rum.

2. Bearbetningsföretag som framställer druvsaft endast på vissa bestämda datum skall senast tre arbetsdagar före framställningens början lämna in en bearbetningsdeklaration till medlemsstatens behöriga myndighet.

Bearbetningsdeklarationen skall innehålla

- a) de uppgifter som anges i punkt 1 andra stycket,
- b) uppgift om vilken kvantitet druvor, druvmust eller koncentrerad druvmust som skall bearbetas,
- c) druvmustens eller den koncentrerade druvmustens densitet,
- d) datum då bearbetningen skall inledas och hur lång tid den beräknas pågå.

Deklarationen skall omfatta minst

- a) 1,3 ton för druvor,
- b) 10 hl för druvmust,
- c) 3 hl för koncentrerad druvmust.

3. Förutom de uppgifter som avses i punkterna 1 och 2 kan medlemsstaterna be bearbetningsföretagen om kompletterande uppgifter.

4. Den behöriga myndigheten i medlemsstaten skall visa de planer eller deklARATIONER som föreskrivs i punkterna 1 och 2 och återsända en kopia till bearbetningsföretaget.

5. Genom undantag från punkterna 1, 2 och 3 får medlemsstaterna använda ett förenklat förfarande för bearbetningsföretag som per vinår använder högst 5 ton druvor eller 40 hektoliter druvmust eller 12 hektoliter koncentrerad druvmust.

6. Bearbetningsföretaget skall ha en lagerbokföring. Denna skall innehålla uppgifter från de följedokument eller register som avses i artikel 70 i förordning (EG) nr 1493/1999 om

- vilken kvantitet råvaror som tas emot på anläggningen varje dag, dess densitet och i förekommande fall säljarens namn och adress,
- vilken kvantitet råvaror som bearbetas varje dag samt dess densitet,
- vilken kvantitet druvsaft som framställs varje dag,
- vilken kvantitet druvsaft som varje dag lämnar anläggningen, tillsammans med mottagarens namn och adress, eller vilken kvantitet druvsaft som varje dag används vid bearbetningsföretaget.

Underlagen för lagerbokföringen skall vid alla kontroller hållas tillgängliga för kontrollmyndigheterna.

#### Artikel 7

#### Administrativa bestämmelser för användarna i kontrollsyfte

1. I detta kapitel avses med 'användare' alla aktörer som utför något av följande arbetsmoment: tappning, packning, emballering eller lagring av druvsaft eller koncentrerad druvsaft för försäljning till ett eller flera företag som utför arbetsmoment i ett tidigare eller senare led, eller framställning av andra livsmedelsprodukter av denna saft.

Dessa arbetsmoment kan också utföras av det bearbetningsföretag som avses i artikel 3.

2. Användaren skall ge de behöriga myndigheterna på lossningsplatsen en skriftlig försäkran om att inte bearbeta druvsaften till de produkter från vinframställning som anges i bilaga I till förordning (EG) nr 1493/1999 eller till någon av de produkter som avses i artikel 35.1 b och c i samma förordning.

Medlemsstaterna skall upprätta villkor för hur denna försäkran skall lämnas in. Försäkran skall emellertid lämnas innan druvsaften eller den koncentrerade druvsaften används och senast fyra månader efter inlämnandet av den stödansökan som avses i artikel 8 i denna förordning.

Export skall betraktas som förenligt med denna försäkran.

3. När ett bearbetningsföretag skickar druvsaft till en användare inom gemenskapen

- skall bearbetningsföretaget i det följedokument som avses i artikel 70.1 i förordning (EG) nr 1493/1999 ange om det redan har lämnat in, eller kommer att lämna in, en ansökan om stöd för framställning av druvsaft liksom det faktiska eller planerade datumet för inlämnandet av denna ansökan,
- skall användaren skicka följedokumentet till den behöriga myndigheten på lossningsplatsen senast 15 dagar efter mottagandet av produkten,
- skall användaren, om han skickar vidare den druvsaft som han mottagit till en annan aktör i gemenskapen, se till att denne aktör undertecknar en skriftlig försäkran och uppvisa denna för den behöriga myndigheten inom den tidsfrist som anges i punkt 2 andra stycket,
- skall den behöriga myndigheten, efter att ha mottagit denna skriftliga försäkran, visa följedokumentet och senast 30 dagar efter mottagandet av försäkran återsända en kopia av det viserade följedokumentet till det företag som har bearbetat druvsaften i fråga.

4. Genom tillämpning av artikel 2 i kommissionens förordning (EG) nr 2729/2000 (\*\*) skall de behöriga myndigheterna under vinåret, på grundval av en riskanalys, genomföra kontroller genom stickprov för att undersöka om den försäkran som avses i punkt 2 i den här artikeln efterlevs. Kontrollerna skall genomföras på minst 10 % av de kvantiteter som omfattas av ansökningar om visering av följedokument enligt punkt 3 d i den här artikeln och som inkommit under föregående vinår.

#### Artikel 8

#### Ansökan om stöd

1. Det bearbetningsföretag som avses i artikel 6.1 skall ansöka om stöd hos medlemsstatens behöriga myndighet senast sex månader efter vinårets slut. Till ansökan skall fogas

- en kopia av den viserade bearbetningsplanen,
- en kopia av den bokföring som avses i artikel 6.6 eller ett sammandrag av denna. Medlemsstaterna får kräva att kopian eller sammandraget visas av ett kontrollorgan.

Medlemsstaterna har rätt att begära ytterligare upplysningar.

2. Det bearbetningsföretag som avses i artikel 6.2 skall ansöka om stöd hos medlemsstatens behöriga myndighet senast sex månader efter det att bearbetningen avslutades. Till ansökan skall fogas

- en kopia av den viserade bearbetningsdeklarationen,
- en kopia av den bokföring som avses i artikel 6.6 eller ett sammandrag av denna. Medlemsstaterna får kräva att kopian eller sammandraget visas av ett kontrollorgan.

Ansökningar om stöd skall innehålla uppgift om vilken kvantitet råvaror som faktiskt har bearbetats, samt om vilken dag bearbetningen avslutades.

3. Bearbetningsföretaget skall, senast sex månader efter inlämnandet av ansökan, för medlemsstatens behöriga myndighet lägga fram

- a) en kopia av följedokumentet som viseras av den behöriga myndigheten i enlighet med artikel 7.3 d, eller
- b) en kopia av följedokumentet, med en stämpel av tullen som styrker export.

4. Genom undantag från punkterna 1 och 2 får medlemsstaterna använda ett förenklat förfarande för bearbetningsföretag som per vinår använder högst 5 ton druvor eller 40 hektoliter druvmust eller 12 hektoliter koncentrerad druvmust. Dessa förfaranden måste vara avslutade senast sex månader efter vinårets slut.

#### Artikel 9

##### Stödbelopp och regler

1. Stöd för användning av druvor, druvmust och koncentrerad druvmust skall fastställas per enhet av den faktiskt använda råvaran enligt följande:

- a) För druvor: 4,952 euro per 100 kilo
- b) För druvmust: 6,193 euro per hektoliter
- c) För koncentrerad druvmust: 21,655 euro per hektoliter

2. Inget stöd betalas ut för de kvantiteter råvara som överstiger följande förhållande mellan råvara och framställd druvsaft, utom vid force majeure:

- a) 1,3 för druvor i 100 kg per hektoliter.
- b) 1,05 för druvmust i hektoliter per hektoliter.
- c) 0,30, för koncentrerad must i hektoliter per hektoliter.

Om koncentrerad druvsaft framställs skall dessa koefficienter multipliceras med 5.

#### Artikel 10

##### Utbetalningar

Den behöriga myndigheten skall betala ut stödet inom tre månader från och med den dag då den mottog den akt med uppgifter som avses i artikel 8.

#### Artikel 11

##### Förskott

1. Under förutsättning att bearbetningsföretaget har ställt en säkerhet till förmån för interventionsorganet kan det begära utbetalning i förskott av det stödbelopp som

avses i artikel 9 och som beräknats på grundval av råvaror för vilka företaget har lämnat in handlingar som styrker att dessa varor mottagits. Säkerheten skall uppgå till 120 % av det beloppet.

2. Den behöriga myndigheten skall betala ut förskottet senast tre månader efter det att det har styrkts att säkerheten har ställts. Förskottet får emellertid inte betalas ut före den 1 januari det aktuella vinåret.

3. När den behöriga myndigheten har kontrollerat den dokumentation som krävs enligt artikel 8 i den här förordningen skall den säkerhet som avses i punkt 1 i den här artikeln frisläppas, helt eller delvis, i enlighet med förfarandet i artikel 19 i förordning (EEG) nr 2220/85.

#### Artikel 11a

##### Påföljder och fall av force majeure

1. Om bearbetningsföretaget lämnar in den dokumentation som krävs enligt artikel 8 inom sex månader efter det att den tidsfrist som anges i samma artikel löpt ut, skall stödet minskas med 30 %.

Om bearbetningsföretaget lämnar in denna dokumentation mer än sex månader för sent skall inget stöd beviljas.

2. Om det vid en kontroll visar sig att användaren inte efterlevt den försäkran som avses i artikel 7.2 och 7.3 skall stödet återkrävas från bearbetningsföretaget. Om användaren är hemmahörande i en annan medlemsstat än bearbetningsföretaget skall den berörda medlemsstaten utan dröjsmål meddela den bristande efterlevnaden till den medlemsstat där bearbetningsföretaget finns.

3. Om det konstateras att bearbetningsföretaget inte fullgjort sina förpliktelser enligt detta kapitel, fränsett åliggandet att bearbeta de råvaror som stödansökan omfattar till druvsaft, skall stödet minskas, utom vid force majeure. Den berörda medlemsstaten skall fastställa nedsättningens storlek.

4. Om den kvantitet råvara som faktiskt har bearbetats motsvarar mellan 95 och 99,9 % av den kvantitet för vilken förskott har betalats ut, skall den säkerhet som avses i artikel 11 förverkas för den andel som inte bearbetats under vinåret.

Om den kvantitet råvara som faktiskt har bearbetats är mindre än 95 % av den kvantitet för vilken förskott har betalats ut, skall ovannämnda säkerhet förverkas, utom vid force majeure.

5. I fall av force majeure skall den behöriga myndigheten i medlemsstaten fastställa vilka åtgärder den bedömer vara lämpliga beroende på de skäl som åberopas. Den skall meddela kommissionen detta.

(\*) EGT L 10, 12.1.2002, s. 58.

(\*\*) EGT L 316, 15.12.2000, s. 16."

2) Artikel 13.2 skall ersättas med följande:

"2. Den potentiella alkoholhalten i de produkter som avses i punkt 1 skall fastställas genom att uppgifterna i jämförelsetabellen i bilaga I till den här förordningen tillämpas på de värden som erhålls vid 20 °C med refraktometri enligt metoden i bilagan till kommissionens förordning (EEG) nr 558/93 (\*).

En avvikelse på 0,2 kan godkännas efter kontroll av de behöriga myndigheterna.

(\*) EGT L 58, 11.3.1993, s. 50."

3) I artikel 14 skall följande tredje stycke läggas till:

"Medlemsstaterna får dock tillåta att flera stödansökningar lämnas in för en del av processerna för att höja alkoholhalten."

4) Följande artikel skall föras in som artikel 14a:

"Artikel 14a

#### **Kontroller**

1. Medlemsstaternas behöriga myndigheter skall vidta alla de åtgärder som krävs för att säkerställa nödvändiga kontroller av i synnerhet identitet och volym för den produkt som används för att höja alkoholhalten samt efterlevnaden av bestämmelserna i bilaga V punkterna C och D till förordning (EG) nr 1493/1999.

2. Producenterna skall när som helst tillåta sådana kontroller som avses i punkt 1."

5) Artikel 16 skall ersättas med följande:

"Artikel 16

#### **Utbetalningar**

Den behöriga myndigheten skall betala ut stödet senast den 31 augusti efter det pågående vinåret."

6) Artikel 29.1 skall ersättas med följande:

"c) det gradtal som erhålls vid en temperatur på 20 °C med en refraktometer som används enligt den metod som anges i bilagan till kommissionens förordning (EEG) nr 558/93. En avvikelse är tillåten. Denna skall vara 0,5 för druvmust och 1 för koncentrerad druvmust och rektifierad koncentrerad druvmust."

7) Artikel 34.2 skall ersättas med följande:

"2. Utan att det påverkar tillämpningen av punkt 6 får de produkter som omfattas av ett lagringsavtal endast genomgå sådana oenologiska behandlingar och processer som är nödvändiga för hållbarheten. En variation av volymen som är inskriven i avtalet är tillåten. Denna skall

vara 2 % för vin och 3 % för druvmust, koncentrerad druvmust och rektifierad koncentrerad druvmust. Om byte av behållare har ägt rum, medges en variation i volym med 3 % respektive 4 %."

8) Följande artikel skall föras in som artikel 35a:

"Artikel 35a

#### **Kontroller**

1. Medlemsstaternas behöriga myndigheter skall vidta alla nödvändiga åtgärder för att säkerställa de inspektioner som krävs för att kontrollera den produkt kontraktet gäller, dess identitet och volym samt efterlevnaden av bestämmelserna i artikel 34.

2. Producenterna skall när som helst tillåta sådana kontroller som avses i punkt 1."

9) Artikel 37 skall ersättas med följande:

"Artikel 37

#### **Utbetalningar**

1. Den behöriga myndigheten skall betala ut stödet inom tre månader från och med den dag då lagringsavtalet löper ut.

2. Om ett avtal har sagts upp i enlighet med artiklarna 33 eller 35 skall stödet betalas ut i proportion till avtalets verkliga giltighetstid. Den behöriga myndigheten skall betala ut stödet inom tre månader från och med den dag då avtalet sades upp."

10) Artikel 38 skall ersättas med följande:

"Artikel 38

#### **Förskott**

1. Under förutsättning att producenten har ställt en säkerhet motsvarande 120 % av förskottsbeloppet till förmån för den behöriga myndigheten, kan han begära utbetalning av ett förskottsbelopp. Utan att det påverkar tillämpningen av artikel 32 skall förskottsbeloppet beräknas på grundval av det stödbelopp för den aktuella produkten som anges i artikel 25.

2. Den behöriga myndigheten skall betala ut förskottet senast tre månader efter det att det har styrkts att säkerheten har ställts.

3. Så snart den behöriga myndigheten betalat ut stödet skall den säkerhet som avses i punkt 1 frisläppas.

Om rätten till stöd enligt artikel 36.1 a inte föreligger, skall hela säkerheten vara förverkad.

Om tillämpningen av artikel 36.1 b leder till att stödet blir lägre än det belopp som redan har betalats ut, skall säkerheten minskas med 120 % av det utbetalade belopp som överskrider det rättmätiga stödet. En säkerhet som minskats på detta sätt skall frisläppas senast tre månader efter den dag då avtalet löper ut.

Medlemsstaterna skall företa nödvändiga justeringar vid tillämpningen av den klausul som avses i artikel 29.5 i."

11) I artikel 43 skall tredje stycket ersättas med följande:

"Medlemsstaterna skall inom ramen för de destillationer som föreskrivs i denna avdelning vidta de åtgärder som krävs för att skyldigheterna i andra stycket iakttas."

12) Artikel 45 skall ändras på följande sätt:

a) I punkt 1 skall följande andra stycke läggas till:

"Medlemsstaterna får föreskriva att denna leverans skall ske före det datum som anges i första stycket."

b) Punkt 2 skall utgå.

13) Artikel 46.3 a ii skall ersättas med följande:

"ii) i vinodlingszon C: 2 liter ren verklig och möjlig alkohol/100 kg när de härrör från sorter som i klassificeringen för den administrativa enheten i fråga endast anges som druvsorter avsedda för andra ändamål än vinframställning; 2,8 liter ren verklig och möjlig alkohol/100 kg när de härrör från en sort som i klassificeringen för den administrativa enheten i fråga endast anges som druvsorter avsedda för andra ändamål än vinframställning,"

14) Artikel 48 skall ersättas med följande:

"Artikel 48

#### Stöd till destillatörer

1. Det stöd som avses i artikel 27.11 a i förordning (EG) nr 1493/1999 skall uppgå till följande belopp per volymprocent alkohol och per hektoliter produkt som erhålls genom destillation:

a) För neutral alkohol:

- alkohol av pressrester: 0,8453 euro
- alkohol av vin och jäsningsrester: 0,4106 euro

b) För sprit framställd av druvpressrester, destillat och råalkohol framställd av pressrester med en alkoholhalt i volymprocent på minst 52 %: 0,3985 euro

c) För vinsprit och råalkohol framställd av vin och jäsningsrester: 0,2777 euro

Om destillatören visar upp handlingar som styrker att det destillat eller den råalkohol som framställts genom destillation av druvpressrester har fått en annan användning än som sprit framställd av druvpressrester, skall ett extra belopp på 0,3139 euro per volymprocent och per hektoliter utbetalas till denne.

2. Inget stöd får betalas ut för de kvantiteter vin som levererats till destillation som med mer än 2 % överskrider den skyldighet för producenten som avses i artikel 45."

15) Artikel 49 skall ändras på följande sätt:

a) Punkt 2 skall ersättas med följande:

"2. Producenter som under det aktuella vinåret inte når upp i en produktion som är större än 25 hektoliter vin eller must på den egna anläggningen, får inte leverera."

b) Följande punkt 4 skall läggas till:

"4. Med tillämpning av artikel 27.8 i förordning (EG) nr 1493/1999 får medlemsstaterna, för hela eller en del av sitt territorium, föreskriva att en producent som inte överskrider en viss produktion som skall fastställas och som han själv producerat på den egna anläggningen, kan befrias från skyldigheten att leverera de biprodukter som avses i punkterna 3 och 6 i samma artikel genom att undanskaffa dessa produkter under kontrollerade former. Produktionsnivån får dock inte överstiga 80 hektoliter vin eller must."

16) I artikel 58 skall första stycket ersättas med följande:

"Producenter som har en av de leveransskyldigheter som avses i artiklarna 45 och 54 och som senast den 15 juli innevarande vinår har levererat minst 90 % av den kvantitet som de är skyldiga att leverera får fullgöra sina skyldigheter genom att leverera återstoden före ett visst datum som skall fastställas av den behöriga myndigheten i medlemsstaten. Detta datum kan inte förläggas efter den 31 juli det efterföljande vinåret."

17) Artikel 60 skall ändras på följande sätt:

a) I punkt 5 skall följande andra stycke läggas till:

"För den destillation som avses i artikel 28 i förordning (EG) nr 1493/1999 skall, om medlemsstaten tillämpar en differentiering av uppköpspriset beroende på avkastningen per hektar enligt artikel 55.2, den tidsfrist som avses i första stycket vara sju månader."

b) Punkt 6 skall utgå.

18) Artikel 62 skall ändras på följande sätt:

a) Punkt 2 skall ersättas med följande:

"2. Det pris som den behöriga myndigheten skall betala destillatören för den levererade produkten skall uppgå till följande belopp per volymprocent och per hektoliter:

a) Destillation enligt artikel 27 i förordning (EG) nr 1493/1999:

- råalkohol som framställts av druvpressrester: 1,872 euro
- råalkohol som framställts av vin och jäsningsrester: 1,437 euro

b) Destillation enligt artikel 28 i förordning (EG) nr 1493/1999:

- råalkohol som framställts av vin: 1,799 euro

När alkoholen lagras på den anläggning där den har framställts, skall dessa priser sänkas med 0,5 euro per hektoliter."

b) Punkt 3 skall utgå.

19) I artikel 67.1 skall följande tredje stycke läggas till:

"Förskott av det pris som interventionsorganet skall betala destillatören, vilket kan föreskrivas inom ramen för tillämpningen av den destillation som avses i artikel 30 i förordning (EG) nr 1493/1999, skall likställas med de stöd som avses i andra stycket."

20) Artikel 73.2 skall utgå.

21) Artikel 74 skall ändras på följande sätt:

a) Punkt 4 skall ersättas med följande:

"4. Interventionsorganet skall från producenten återkräva hela eller delar av ett belopp som motsvarar stödet eller förskottet till destillatören, om producenten inte uppfyller kraven i gemenskapslagstiftningen för destillationen i fråga, av en av följande orsaker:

a) Producenten har inte lämnat in någon deklARATION för skörd, produktion eller lager inom den fastställda tidsfristen.

b) Producenten har lämnat in en deklARATION om skörd, produktion eller lager som den behöriga myndigheten i medlemsstaten bedömer som ofullständig eller felaktig, och de uppgifter som saknas eller är felaktiga är nödvändiga för åtgärden i fråga.

c) Producenten har inte uppfyllt kraven i artikel 37 i förordning (EG) nr 1493/1999 och överträdelsen har konstaterats eller meddelats destillatören efter betalning av det minimipris som fastställts på grundval av tidigare deklARATIONER.

I det fall som avses i a i första stycket skall det belopp som skall återkrävas fastställas enligt artikel 12 i kommissionens förordning (EG) nr 1282/2001 (\*).

I det fall som avses i b i första stycket skall det belopp som skall återkrävas fastställas enligt artikel 13 i kommissionens förordning (EG) nr 1282/2001.

I det fall som avses i c i första stycket skall det belopp som skall återkrävas motsvara hela stödet eller hela det förskott som betalats ut till destillatören.

(\* EGT L 176, 29.6.2001, s. 14."

b) Följande punkt 5 skall läggas till:

"5. Om det visar sig att destillatören inte har betalat producenten uppköpspriset inom den tidsfrist som föreskrivs i artikel 65.7 skall interventionsorganet före den 1 juni efter vinåret i fråga betala producenten ett belopp som motsvarar stödet eller förskottet, vilket kan ske via interventionsorganet i den medlemsstat där producenten hör hemma. I detta fall har destillatören inte rätt till något stöd eller förskott."

22) Artikel 86 skall ersättas med följande:

"Artikel 86

**Inledande av anbudsinfördran**

Kommissionen får i enlighet med förfarandet i artikel 75 i förordning (EG) nr 1493/1999 kvartalsvis inleda en eller flera anbudsinfördringar för export till vissa tredje länder för slutlig användning endast inom bränslesektorn. Alkoholen måste importeras till och dehydratiseras i ett tredje land och endast användas inom bränslesektorn i ett tredje land."

23) Artikel 91 skall ändras på följande sätt:

a) I punkt 7 skall tredje stycket ersättas med följande:

"I uttagsordern skall den tidsfrist inom vilken alkoholen skall ha flyttats från det berörda interventionsorganets lager anges. Tidsfristen för uttaget får inte vara längre än åtta dagar räknat från det datum då uttagsorden utfärdades. Om uttagsordern omfattar mer än 25 000 hektoliter får tidsfristen emellertid vara längre än åtta dagar, dock inte längre än 15 dagar."

b) Punkt 10 skall ersättas med följande:

"10. Avhämtningen av alkoholen från respektive interventionsorgans lager skall ske inom en tidsfrist som skall fastställas enligt förfarandet i artikel 75 i förordning (EG) nr 1493/1999 då ett anbudsförfarande inleds."

24) Artikel 93.6 skall ersättas med följande:

"6. Avhämtningen av alkohol från respektive interventionsorgans lager skall ske inom en tidsfrist som skall fastställas enligt förfarandet i artikel 75 i förordning (EG) nr 1493/1999 då en offentlig auktion inleds."

25) Artikel 95.3 skall utgå.

26) I artikel 101 skall följande läggas till som punkt 4:

"4. När alkohol avsätts för att användas enbart inom bränslesektorn i tredje länder skall, utan att det påverkar tillämpningen av punkt 1, de kontroller som avser alkoholens faktiska användning genomföras intill dess att alkoholen blandas med ett denatureringsmedel i bestämmande landet.

För avsättning av alkohol för användning som bioetanol i gemenskapen skall dessa kontroller genomföras till dess att denna alkohol tas emot av ett oljeföretag som använder bioetanol eller av ett godkänt företag enligt artikel 92, om det finns garantier för de kontroller som avses i tredje stycket så snart som detta godkända företag mottar vinalkoholen.

I de fall som avses i första och andra styckena skall alkoholen i fråga fortsätta att kontrolleras av ett officiellt organ som garanterar att den används inom bränslesektorn genom tillämpning av ett särskilt skattesystem som förutsätter denna slutanvändning."

27) Följande skall läggas till som artikel 102a i avdelning IV:

"Artikel 102a

#### Undantag från tidsfristerna för betalning

Genom undantag från bestämmelserna om de tidsfrister för betalningarna som beviljas medlemsstaternas behöriga myndighet enligt denna förordning kan denna myndighet, om den skulle hysa tvivel när det gäller rätten till stöd, genomföra nödvändiga kontroller och skjuta upp utbetalningen till dess att rätten till stöd har erkänts."

28) Artikel 103 skall ersättas med följande:

"Artikel 103

#### Meddelanden till kommissionen

1. När det gäller stöd för privat lagring av vin och must enligt avdelning III kapitel I i förordning (EG) nr 1493/1999 skall medlemsstaterna meddela följande:

a) Senast den 31 december vinåret efter det att avtalen har ingåtts, de kvantiteter druvmust som bearbetats till koncentrerad druvmust eller rektifierad koncentrerad druvmust under avtalets giltighetstid, samt de kvantiteter som framställts.

b) Senast den 5 mars innevarande vinår, de kvantiteter produkter som omfattades av avtal den 16 februari.

2. När det gäller destillationer enligt artiklarna 27, 28 och 30 i förordning (EG) nr 1493/1999 skall medlemsstaterna i slutet av oktober, december, februari, april, juni och augusti meddela följande:

a) De kvantiteter vin, jäsningsrester av vin och vin som tillsatts alkohol, som har destillerats under de två föregående månaderna.

b) De kvantiteter alkohol, fördelade på neutral alkohol, råalkohol och sprit

— som producerats under föregående period,

— som övertagits av interventionsorganen under föregående period,

— som avyttrades av interventionsorganen under föregående period samt den del av dessa kvantiteter som exporterats med uppgift om försäljningspris,

— som innehades av interventionsorganen i slutet av föregående period.

3. När det gäller avsättning av alkohol som övertagits av interventionsorgan enligt artikel 31 i förordning (EG) nr 1493/1999, skall medlemsstaterna senast i slutet av varje månad meddela följande:

a) De kvantiteter alkohol som avhämtats under föregående månad efter ett anbudsförfarande.

b) De kvantiteter alkohol som avhämtats under föregående månad efter offentlig auktion.

4. När det gäller destillation enligt artikel 29 i förordning (EG) nr 1493/1999 skall medlemsstaterna i slutet av varje månad meddela följande:

a) De kvantiteter vin som destillerats under föregående månad.

b) De kvantiteter alkohol som under föregående månad omfattats av sekundärt stöd.

5. När det gäller stöd enligt artikel 34 i förordning (EG) nr 1493/1999 för koncentrerad must och rektifierad koncentrerad must som används för berikning skall medlemsstaterna senast den 31 december året efter innevarande vinår meddela följande:

a) Antal producenter som beviljats stöd.

b) De kvantiteter vin som berikats.

c) De kvantiteter koncentrerad druvmust och rektifierad koncentrerad druvmust som använts för detta, uttryckta i potentiell alkoholhalt i volymprocent och per hektoliter, och fördelade efter den vinodlingszon där de har sitt ursprung.

6. När det gäller stöden för framställning av druvsaft och andra livsmedel som framställts av sådan druvsaft enligt artikel 35.1 a i förordning (EG) nr 1493/1999 skall medlemsstaterna senast den 30 april för föregående vinår meddela följande:

a) De kvantiteter råvaror för vilka en stödansökan har lämnats in, fördelade på råvaruslag.

b) De kvantiteter råvaror för vilka en stödansökan har beviljats, fördelade på råvaruslag.

7. När det gäller stöden för framställning av vissa produkter i Förenade kungariket och Irland enligt artikel 35.1 b och c i förordning (EG) nr 1493/1999 skall medlemsstaterna senast den 30 april för föregående vinår meddela följande:

a) De kvantiteter druvmust och koncentrerad druvmust för vilka en stödansökan har lämnats in, fördelade per vinodlingszon där de har sitt ursprung.

b) De kvantiteter druvmust och koncentrerad druvmust för vilka stöd har beviljats, fördelade per vinodlingszon där de har sitt ursprung.

c) De priser som producenter och andra aktörer har betalat för druvmusten och den koncentrerade druvmusten.

8. Medlemsstaterna skall meddela

a) senast den 30 april beträffande föregående vinår, de fall där destillatörer eller producenter av vin som tillsatts alkohol inte har fullgjort sina skyldigheter, samt vilka åtgärder som då har vidtagits,

b) tio dagar före varje kvartalsslut, vilka beslut som har fattats i de fall där klausulen om force majeure har åberopats, samt vilka åtgärder de behöriga myndigheterna då har vidtagit i de fall som avses i den här förordningen."



29) Titeln till bilaga I skall ersättas med följande:

”Jämförande tabell för potentiell alkoholhalt och värden som erhålls vid 20 °C med refraktometri enligt metoden i bilagan till förordning (EEG) nr 558/93.”

30) Bilaga IV skall ersättas med texten i bilagan till den här förordningen.

*Artikel 2*

Denna förordning träder i kraft samma dag som den offentliggörs i *Europeiska unionens officiella tidning*.

Artikel 1.7, 1.16, 1.19, 1.20, 1.21 och 1.29 skall tillämpas från och med den 1 augusti 2000.

Artikel 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5, 1.6, 1.8, 1.9, 1.10, 1.11, 1.12, 1.13, 1.14, 1.15, 1.17, 1.18, 1.27 och 1.28 skall tillämpas från och med den 1 augusti 2003.

Denna förordning är till alla delar bindande och direkt tillämplig i alla medlemsstater.

Utfärdad i Bryssel den 2 april 2003.

*På kommissionens vägnar*

Franz FISCHLER

*Ledamot av kommissionen*

---

## BILAGA

## "BILAGA IV

## GEMENSKAPSMETOD FÖR ANALYS AV NEUTRAL ALKOHOL

## I. ALLMÄNNA BESTÄMMELSER

Vid tillämpningen av denna bilaga skall följande gälla:

- a) Med repeterbarhetsgräns avses det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två individuella resultat som har uppnåtts i prov som har genomförts under samma förhållanden (samma person, samma apparatur, samma laboratorium och ett kort tidsintervall) kan förväntas ligga inom en given sannolikhet.
- b) Med reproducerbarhetsgräns avses det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två individuella resultat som har erhållits under olika förhållanden (olika personer, olika apparatur, olika laboratorier eller olika tidsintervall) kan förväntas ligga inom en given sannolikhet.

Med begreppet 'individuellt provresultat' avses det värde som erhålls när den standardiserade analysmetoden tillämpas fullständigt och en gång på ett enda prov. Om inte annat anges, skall sannolikheten vara 95 %.

## II. METODER

## Inledning

## 1. FÖRBEREDELSE AV PROVET

## 1.1 Allmänt

Det laboratorieprov som skall analyseras skall normalt vara på 1,5 l såvida det inte krävs en större mängd för en viss analys.

## 1.2 Förbehandling av provet

Provet skall göras homogent före analys.

## 1.3 Lagring

Det färdiga provet skall alltid förvaras i en lufttät och fuktät behållare och lagras på ett sådant sätt att det inte försämras. Bland annat bör inte proppar av kork, gummi eller plast komma i direkt beröring med alkoholen och användning av lack till försegling är uttryckligen förbjuden.

## 2. REAGENSER

## 2.1 Vatten

## 2.1.1 Det vatten som skall användas för upplösning, utspädning eller tvätt skall vara destillerat vatten eller avjoniserat vatten av minst motsvarande renhetsgrad.

## 2.1.2 Med lösning eller utspädning skall, om det inte är fråga om en reagens, förstås en vattenlösning.

## 2.2 Kemikalier

Om inte annat anges, skall alla kemikalier vara av analytisk kvalitet.

## 3. APPARATUR

## 3.1 Apparaturlista

Apparaturlistan omfattar endast apparatur för särskilda ändamål eller med en särskild specifikation.

## 3.2 Analysvåg

Med analysvåg förstås en våg med en känslighet av minst 0,1 mg.

#### 4. REDOVISNING AV RESULTATEN

##### 4.1 Resultat

Resultaten i analysrapporten skall vara genomsnittet av minst två bestämningar med tillräcklig repeterbarhet (r).

##### 4.2 Beräkning av resultaten

Om inte annat anges, skall resultaten beräknas som g/hl etanol (100 volymprocent).

##### 4.3 Antal decimaler

Resultatet skall inte innehålla fler decimaler än vad som är motiverat med hänsyn till den använda analysmetodens noggrannhet.

### Metod 1: Bestämning av alkoholhalten

Alkoholhalten i volymprocent bestäms i enlighet med gällande nationella bestämmelser eller vid oenighet med hjälp av alkoholmätare eller hydrometrar sådana dessa definieras i rådets direktiv 76/765/EEG av den 27 juli 1976 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om alkoholmätare och hydrometrar för alkohol <sup>(1)</sup>.

Den skall uttryckas i volymprocent i enlighet med rådets direktiv 76/766/EEG av den 27 juli 1976 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om alkoholtabeller <sup>(2)</sup>.

### Metod 2: Bedömning av färg och/eller klarhet

#### 1. RÄCKVIDD OCH TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Metoden gör det möjligt att bedöma neutral alkohols färg och/eller klarhet.

#### 2. DEFINITION

Färg och klarhet: färgen och/eller klarheten enligt bedömning med hjälp av den beskrivna metoden.

#### 3. PRINCIP

Färgen och klarheten bedöms visuellt genom jämförelse med vatten mot vit respektive svart bakgrund.

#### 4. APPARATUR

Ofärgade glascylindrar, minst 40 cm höga.

#### 5. METOD

Två glascylindrar (4) ställs på den vita eller svarta bakgrunden. Den ena cylindern fylls med provet till en höjd av cirka 40 cm och den andra med vatten till samma höjd.

Provet observeras ovanifrån, dvs. i glascylinderns längdaxel, och jämförs med den cylinder som innehåller vatten.

<sup>(1)</sup> EGT L 262, 27.9.1976, s. 143.

<sup>(2)</sup> EGT L 262, 27.9.1976, s. 149.

## 6. TOLKNING

Provets färg och/eller klarhet bedöms genom observation i enlighet med 5.

**Metod 3: Bestämning av avfärgningstiden för permanganat**

## 1. RÄCKVIDD OCH TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Med denna metod bestäms avfärgningstiden för permanganat i neutral alkohol.

## 2. DEFINITION

Avfärgningstiden för permanganat: avfärgningstiden för permanganat enligt denna metod är det antal minuter som går innan 10 ml av provet efter tillsättning av 1 ml 1 mmol/l kaliumpermanganatlösning har antagit standardens färg.

## 3. PRINCIP

Den tid som går innan provet efter tillsättning av kaliumpermanganatlösningen har antagit en färg som svarar mot färgstandardens bestäms och definieras som avfärgningstiden för permanganat.

## 4. REAGENSER

## 4.1 1 mmol/l kaliumpermanganatlösning bereds omedelbart före användning.

## 4.2 Färglösning A (röd)

— 59,50 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  vägs noggrant.

— En blandning av 25 ml saltsyra ( $\rho^{20} = 1,19$  g/ml) och 975 ml vatten bereds.

— Koboltkloriden tillsätts en del av HCl/vattenblandningen i en 1 000 ml mätkolv och resten av blandningen vid 20 °C fylls på upp till strecket.

## 4.3 Färglösning B (gul)

— 45,00 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  vägs noggrant.

— En blandning av 25 ml saltsyra ( $\rho^{20} = 1,19$  g/ml) och 975 ml vatten bereds och sedan förfärs på samma sätt med den vägda mängden ferriklorid som när det gäller lösning A.

## 4.4 Färgstandardlösning

13 ml färglösning A och 5,5 ml färglösning B pipetteras i en 100 ml mätkolv och vatten vid 20 °C fylls på upp till strecket.

*Anmärkning:*

Färglösningarna A och B kan lagras i mörker vid 4 °C i flera månader. Färgstandardens bör förnyas emellanåt.

## 5. APPARATUR

## 5.1 Ofärgade Nesslerör, 100 ml, graderade i 50 ml, med proppar av slipat glas, eller färglösa provrör, ca 20 mm i diameter.

## 5.2 Pipetter, 1, 2, 5, 10 och 50 ml.

## 5.3 Termometer med skala upp till 50 °C graderad i 0,1 eller 0,2 °C.

## 5.4 Analysvåg.

5.5 Vattenbad, termostatstyrt vid  $20 \pm 0,5$  °C.

## 5.6 Mätkolvar, 100 och 1 000 ml, med proppar av slipat glas.

6. METOD
- 6.1 — 10 ml av provlösningen pipetteras i ett provrör eller 50 ml i ett Nesslerrör.
  - Röret ställs i vattenbad vid 20 °C.
  - Beroende på mängden provlösning tillsätts 1 ml eller 5 ml 1 mmol/l  $\text{KMnO}_4$ -lösning, som blandas och lämnas i vattenbadet vid 20 °C.
  - Tiden antecknas.
  - 10 ml färgstandard pipetteras i ett provrör med samma diameter eller 50 ml i ett Nesslerrör.
  - Ändringen i provlösningens färg observeras och jämförs med färgstandarden mot vit bakgrund med vissa mellanrum.
  - Tidpunkten när provlösningen får samma färg som färgstandarden antecknas.

*Anmärkning:*

Provlösningen får inte utsättas för direkt solljus under provet.

7. REDOVISNING AV RESULTATEN

- 7.1 Tolkning

Avfärgningstiden skall tolkas som den tid som det tar tills färgen på provet i röret svarar mot färgen på standarden. För en neutral alkohol skall denna tid vara minst 18 minuter vid 20 °C.

- 7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan de tider som mäts i två prov som utförs samtidigt eller omedelbart efter varandra av samma person och under samma förhållanden får inte överskrida två minuter.

8. ANMÄRKNINGAR

- 8.1 Rester av mangandioxid verkar katalytiskt på reaktionen. Det måste därför ses till att de pipetter och provrör som används har rengjorts noga och används endast för detta ändamål. De skall rengöras med saltsyra och sköljas grundligt med vatten. Det får inte finnas någon synlig brunfärgning på glasapparaturen.
- 8.2 Kvaliteten på det vatten som används för att späda ut permanganatlösningen (4.1) skall kontrolleras noga. Det får inte förbrukas något permanganat. Om den önskade kvaliteten inte kan erhållas, bör destillerat vatten kokas upp och en liten mängd permanganat tillsätts för att få en mycket svag rosafärgning. Detta avkyls och används till utspädning.
- 8.3 I vissa prov kan avfärgning ske utan att färgen på permanganatlösningen exakt motsvarar referenslösningens färgton.
- 8.4 Permanganatprovet är opålitligt om det alkoholprov som skall analyseras inte har förvarats i en fullständigt ren glasflaska försluten med en propp av slipat glas som har rengjorts med alkohol eller en annan propp inkapslad i tenn eller aluminium.

#### Metod 4: Bestämning av aldehyder

1. RÄCKVIDD OCH TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Med denna metod bestäms halten av aldehyder, uttryckt som acetaldehyd, i neutral alkohol.

2. DEFINITION

Aldehydhalten: den halt av aldehyder, uttryckt som acetaldehyd, som bestäms med den angivna metoden.

## 3. PRINCIP

Den färg som provet antar efter reaktion med Schiffs reagens jämförs med standardlösningar med känd acetaldehydhalt.

## 4. REAGENSER

p-rosanilinhydroklorid (basisk fuchsin).

Natriumsulfit eller vattenfri natriumdisulfit.

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

Aktivt kol i pulverform.

Stärkelselösning framställd av 1 g löslig stärkelse och 5 mg  $\text{HgI}_2$  (konserveringsmedel) som slammas upp i litet kallt vatten, blandas med 500 ml kokande vatten, kokas i 5 minuter och filtreras efter avkyllning.

Jodlösning, 0,05 mol/l.

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

Schiffs reagens:

- 5 g pulvrerat p-rosanilinhydroklorid löses upp i en 2 000 ml mätkolv med ca 1 000 ml varmt vatten.
- Lösningen lämnas i vattenbadet till dess att den är helt upplöst.
- 30 g vattenfri natriumsulfit (eller en motsvarande kvantitet natriumdisulfit) löses i ca 200 ml vatten och tillsätts den avkylda p-rosanilinlösningen.
- Lösningen får stå ca 10 minuter.
- 60 ml saltsyra ( $\rho^{20} = 1,19$  g/ml) tillsätts.
- Om lösningen är färglös — en obetydlig brunfärgning kan bortses ifrån — fylls vatten på upp till strecket.
- Vid behov filtreras med lite aktivt kol på ett veckfilter så att lösningen blir färglös.

Anmärkningar:

- 1) Schiffs reagens bör beredas minst 14 dagar före användning.
- 2) Halten av fri  $\text{SO}_2$  reagentet bör vara mellan 2,8 och 6,0 mmol/100 ml och pH-värdet skall vara 1.

Bestämning av fri  $\text{SO}_2$ :

- 10 ml Schiffs reagens pipetteras i en 250 ml Erlenmeyerkolv.
- 200 ml vatten tillsätts.
- 5 ml stärkelselösning tillsätts.
- Titreras med 0,05 mol/l jodlösning till omslagspunkten.

Om halten av fri  $\text{SO}_2$  ligger utanför de angivna gränserna bör den

- ökas med en beräknad mängd natriumdisulfit (0,126 g  $\text{Na}_2\text{SO}_3/100$  ml reagens per mmol  $\text{SO}_2$  för var mmol  $\text{SO}_2$  som fattas), eller
- minskas genom att luft blåses igenom reagentet.

Beräkning av fri  $\text{SO}_2$  i reagentet:

mmol fri  $\text{SO}_2/100$  ml reagens

$$= \frac{\text{förbrukad ml jodlösning (0,05 mol/l)} \cdot 3,2 \cdot 100}{64 \cdot 10}$$

$$= \frac{\text{förbrukad ml jodlösning (0,05 mol/l)}}{2}$$

Viktigt:

Om Schiffs reagens framställs på annat sätt, skall reagensets känslighet kontrolleras så att den uppfyller följande krav under provet:

- ingen färgning får förekomma med den aldehydfria standardalkoholen,
- rosafärgningen skall vara synlig från 0,1 g acetaldehyd/hl etanol (100 volymprocent).

## 3) Rening av 1-amino-etanol av handelskvalitet:

- 5 g 1-amino-etanol löses helt i ca 15 ml absolut etanol.
- 50 ml torr dietyleter tillsätts (utfällning av 1-amino-etanol).
- Lämnas i kylskåp några timmar.
- Kristallerna filtreras bort och sköljs med torr dietyleter.
- Torkas i exsickator under partiellt vakuum över svavelsyra i 3–4 timmar.

*Anmärkning:*

Den reade 1-amino-etanolen skall vara vit, annars skall omkristalliseringen upprepas.

## 5. APPARATUR

- 5.1 Reagensglas med proppar av slipat glas, 20 ml.
- 5.2 Pipetter, 1, 2, 3, 4, 5, och 10 ml.
- 5.3 Vattenbad, termostatstyrt vid  $20 \pm 0,5$  °C.
- 5.4 Spektrofotometerkuvetter med 50 mm längd.

## 6. METOD

## 6.1 Inledande anmärkning

Vid bestämning av aldehydhalten med denna metod måste man se till att provets alkoholhalt är minst 90,0 volymprocent. Annars måste alkoholhalten höjas genom tillsättning av aldehydfri etanol.

## 6.2 Kalibreringskurva

- 1,3860 g renad torr 1-amino-etanol vägs noggrant på en analysväg.
- Överförs till en 1 000 ml mätkolv och aldehydfri etanol fylls på upp till strecket vid 20 °C. Lösningen innehåller 1 g/l acetaldehyd.
- Utspädningsserien bereds i två steg så att man får 10 referenslösningar med ett innehåll på 0,1–1,0 mg acetaldehyd per 100 ml lösning.
- Referenslösningarnas absorbansvärden enligt 6,3 bestäms och kurvan ritas.

## 6.3 Bestämning av aldehydhalten

- 5 ml av provlösningen pipetteras i ett reagensglas.
- 5 ml vatten tillsätts, blandas och hålls vid en konstant temperatur av 20 °C.
- Samtidigt bereds ett blindprov med 5 ml 96 volymprocent aldehydfri etanol som tillsätts 5 ml vatten och hålls vid en konstant temperatur av 20 °C.
- Därefter hålls 5 ml Schiffs reagens i varje glas som försluts med proppar av slipat glas och omskakas väl.
- Lösningarna ställs i vattenbad i 20 minuter vid 20 °C.
- Innehållet hålls i kuvetter.
- Absorbansvärdena bestäms vid 546 nm.

*Anmärknings:*

1. Vid bestämning av aldehydvärdena är det nödvändigt att kontrollera kalibreringskurvan genom att jämföra med provlösningarna. Annars måste kalibreringskurvan ritas på nytt.
2. Blindprovet skall alltid vara färglöst.

## 7. REDOVISNING AV RESULTATEN

## 7.1 Formel och beräkningsmetod

En kurva ritas med optisk densitet mot acetaldehydkoncentrationen och provets koncentration bestäms genom jämförelse med denna kurva.

Halten av aldehyder, uttryckt som acetaldehyd, i g/hl etanol (100 volymprocent) anges som

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

där

A = är halten i g/hl av acetaldehyd i provlösningen, som bestäms genom jämförelse med standardkurvan,

T = är provets alkoholhalt i volymprocent bestämd enligt metod 1.

## 7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten av två bestämningar som utförs samtidigt eller omedelbart efter varandra av samma person och under samma förhållanden får inte överskrida 0,1 g aldehyd/hl etanol (100 volymprocent), på samma prov.

**Metod 5: Bestämning av högre alkoholer**

## 1. RÄCKVIDD OCH TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Med denna metod bestäms halten av högre alkoholer, uttryckt som 2-metylpropan-1-ol, i neutral alkohol.

## 2. DEFINITION

Halten av högre alkoholer: den halt av högre alkoholer, uttryckt som 2-metylpropan-1-ol, som bestäms med den angivna metoden.

## 3. PRINCIP

Absorbansen av de färgade ämnen som bildas vid reaktion mellan högre alkoholer och en aromatisk aldehyd i varm svavelsyra (Komarovskij-reaktion) bestäms vid 560 nm korrigerat för förekomst av aldehyd i provet och jämförs därefter med absorbansen hos 2-metylpropan-1-ol vid reaktion under samma förhållanden.

## 4. REAGENSER

4.1 Salicylaldehydlösning, 1 viktprocent. Bereds genom tillsättning av 1 g salicylaldehyd till 99 g etanol 96 volymprocent (fri från finkelolja).

4.2 Svavelsyra, koncentrerad ( $\rho = 1,84$  g/ml).

4.3 2-metylpropan-1-ol.

4.4 Standardlösningar med 2-metylpropan-1-ol.

2-metylpropan-1-ol (4.3) späds ut med 96 volymprocent etanol för att få en serie standarder med ett innehåll på 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 respektive 1,0 g 2-metylpropan-1-ol per hl lösning.

4.5 Standardlösningar av acetaldehyd

Bered standardlösningar av acetaldehyd i enlighet med metod 4 (6.2).

4.6 Etanol, 96 volymprocent, fri från högre alkoholer och aldehyder.



## 5. APPARATUR

- 5.1 UV-VIS-spektrofotometer för bestämning av lösningarnas absorbans vid 560 nm.
- 5.2 Spektrofotometerkuvetter med 10, 20 och 50 mm längd.
- 5.3 Vattenbad, termostatstyrt vid  $20 \pm 0,5$  °C.
- 5.4 Tjockväggade reagensglas (Pyrex eller liknande) med proppar av slipat glas, ca 50 ml.

## 6. METOD

### 6.1 Aldehydhalt

Halten av aldehyder, uttryckt som acetaldehyd, bestäms enligt metod 4.

### 6.2 Kalibreringskurva: 2-metylpropan-1-ol

10 ml av var och en av standardlösningarna med 2-metylpropan-1-ol (4.4) pipetteras i 50 ml cylinderglas som alla är försedda med proppar av slipat glas. 1 ml av salicylaldehydlösningen (4.1) och därefter 20 ml svavelsyra (4.2) pipetteras i glaset. Innehållet blandas noga genom att reagensglaset försiktigt vippas fram och tillbaka flera gånger (proppen lyfts ut och sätts tillbaka ett par gånger). Glaset lämnas i 10 min i rumstemperatur och ställs sedan i vattenbadet (5.3) vid  $20 \pm 0,5$  °C. Efter 20 minuter hålls innehållet i en serie spektrofotometerkuvetter.

Exakt 30 minuter efter att svavelsyran har tillsatts bestäms lösningarnas absorbans vid 560 nm med vatten i spektrofotonieters referenskuvert.

En kalibreringskurva ritas med absorbansen som funktion av 2-metylpropan-1-ol-koncentrationen.

### 6.3 Kalibreringskurva: aldehyder

6.2 upprepas, men 10 ml av var och en av standardlösningarna med 2-metylpropan-1-ol ersätts med 10 ml av standardlösningarna med acetaldehyd.

En kalibreringskurva ritas med absorbansen vid 560 nm mot acetaldehydkoncentrationen.

### 6.4 Bestämning av provet

6.2 upprepas, men 10 ml av var och en av standardlösningarna med 2-metylpropan-1-ol ersätts med 10 ml av provet.

Provets absorbans bestäms.

## 7. REDOVISNING AV RESULTATEN

### 7.1 Formel och beräkningsmetod

7.1.1 Provets absorbans korrigeras genom subtraktion av det absorbansvärde som motsvarar provets aldehydkoncentration (enligt den kalibreringskurva som ritades i enlighet med 6.3).

7.1.2 Provets koncentration av högre alkoholer, uttryckt som 2-metylpropan-1-ol, bestäms utifrån kalibreringskurvan enligt 6.2 men med användning av den korrigerade absorbansen (7.1.1).

7.1.3 Koncentrationen av högre alkoholer, uttryckt som 2-metylpropan-1-ol i g/hl etanol (100 volymprocent), anges som

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

där

A = är provets koncentration av högre alkoholer beräknat enligt 7.1.2,

T = är provets alkoholhalt i volymprocent enligt bestämning med metod 1.

### 7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten av två bestämningar som utförs samtidigt eller omedelbart efter varandra av samma person, på samma prov och under samma förhållanden får inte överskrida 0,2 g/hl etanol (100 volymprocent).

**Metod 6: Bestämning av den totala syrahalten**

## 1. RÄCKVIDD OCH TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Med denna metod bestäms den totala syrahalten, uttryckt som ättiksyra, i neutral alkohol.

## 2. DEFINITION

Den totala syrahalten: den totala syrahalt, uttryckt som ättiksyra, som bestäms med den angivna metoden.

## 3. PRINCIP

Efter avgasning titreras provet med en standardlösning av natriumhydroxid och den totala syrahalten beräknas som ättiksyra.

## 4. REAGENSER

## 4.1 Natriumhydroxidlösningar, 0,01 mol/l och 0,1 mol/l, förvarade på så sätt att kontakten med luftens koldioxid är minimal.

## 4.2 Indigokarminlösning (A)

— 0,2 g indigokarmin vägs.

— Det löses upp i 40 ml vatten och etanol fylls på upp till 100 g.Fenolröttlösning (B)

— 0,2 g fenolrött vägs.

— Det löses upp i 6 ml natriumhydroxid 0,1 mol/l och vatten fylls på upp till strecket i en 100 ml mätkolv.

## 5. APPARATUR

## 5.1 Byrett eller automatisk titreringsapparat.

## 5.2 Pipett, 100 ml.

## 5.3 Rundbottnad kolv med en propp av slipat glas, 250 ml.

## 5.4 Återloppskylare med en propp av slipat glas.

## 6. METOD

— 100 ml av provlösningen pipetteras i en rundbottnad kolv, 250 ml.

— Kokstenar tillsätts och provet kokas hastigt upp i återloppskylaren.

— En droppe var av indikatorlösningarna A och B tillsätts den varma lösningen,

— Därefter titreras med natriumhydroxid 0,01 mol/l till dess att den första färgskiftningen från gröngult till violett framträder.

## 7. REDOVISNING AV RESULTATEN

## 7.1 Formel och beräkningsmetod

Den totala syrahalten, uttryckt som ättiksyra, i g/hl etanol (100 volymprocent) anges som

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

där

V = är det antal ml 0,01 mol/l natriumhydroxid som behövs för neutralisering,

T = är provets alkoholhalt i volymprocent bestämd enligt metod 1.

## 7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten av två bestämningar som utförs samtidigt eller omedelbart efter varandra av samma person, på samma prov och under samma förhållanden får inte överskrida 0,1 g/hl etanol (100 volymprocent).

**Metod 7: Bestämning av estrar**

## 1. RÄCKVIDD OCH TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Med denna metod bestäms halten av estrar, uttryckt som etylacetat, i neutral alkohol.

## 2. DEFINITION

Esterhalt: den halt av estrar, uttryckt som etylacetat, som bestäms med den angivna metoden.

## 3. PRINCIP

Estrar reagerar kvantitativt med hydroxylaminhydroklorid i basisk lösning under bildning av hydroxylaminsyror. Dessa bildar färgade komplex med järn(III)klorid i sur lösning. Komplexens absorbans mäts vid 525 nm.

## 4. REAGENSER

4.1 Saltsyra 4 mol/l.

4.2 Järn(III)kloridlösning: 0,37 mol/l i 1 mol/l sltsyra.

4.3 Hydroxylaminhydrokloridlösning, 2 mol/l. Förvaras i kylskåp.

4.4 Natriumhydroxidlösning, 3,5 mol/l.

4.5 Standardlösningar med etylacetat med ett innehåll på 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 respektive 1,0 g per hl i 96 volymprocent esterfri etanol.

## 5. APPARATUR

5.1 Spektrofotometerkuvetter med 50 mm längd.

## 6. METOD

## 6.1 Kalibreringskurva

— 1,0 g etylacetat vägs noggrant på en analysvåg.

— Etylacetatet överförs till en 1 000 ml mätkolv med esterfri alkohol som fylls på upp till strecket vid 20 °C.

— Utspädningsserier bereds i två steg så att man får 20 referenslösningar med ett innehåll på 0,1-2,0 mg etylacetat per 100 ml lösning.

— Referenslösningarnas absorbansvärden enligt 6.2 bestäms och kurvan ritas.

## 6.2 Bestämning av esterhalten

— 10 ml esterfri etanol pipetteras i provrör försedda med proppar av slipat glas.

— 2 ml hydroxylaminhydrokloridlösning tillsätts.

— Samtidigt bereds ett blindprov med 10 ml 96 volymprocent esterfri etanol och 2 ml hydroxylaminhydrokloridlösning.

— Därefter tillsätts 2 ml natriumhydroxid till varje rör som försluts med proppar av slipat glas och omskakas väl.

— Rören ställs i vattenbad i 15 minuter vid 20 °C.

— Till varje rör tillsätts 2 ml saltsyra och röret omskakas hastigt.

— 2 ml järn(III)kloridlösning tillsätts och lösningen blandas grundligt.

— Innehållet hålls i kuvetter.

— Absorbansvärdena bestäms vid 525 nm.

## 7. REDOVISNING AV RESULTATEN

## 7.1 Formel och beräkningsmetod

En kalibreringskurva ritas med standardlösningarnas absorptionsvärden som funktion av deras koncentration.

Den esterhalt som svarar mot absorptionsvärdet (uttryckt som etylacetat = A) avläses på kurvan och beräknas enligt formeln

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

och anges i g/hl etanol (100 %)

T = provets alkoholhalt i volymprocent vid bestämning enligt metod 1.

## 7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten av två bestämningar som utförs samtidigt eller omedelbart efter varandra av samma person, på samma prov och under samma förhållanden får inte överskrida 0,1 g estrar (etylacetat) per hl etanol (100 volymprocent).

**Metod 8: Bestämning av flyktiga kvävebaser**

## 1. RÄCKVIDD OCH TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Med denna metod bestäms flyktiga kvävebaser, uttryckt som kväve, i neutral alkohol.

## 2. DEFINITION

Halten av flyktiga kvävebaser: den halt av flyktiga kvävebaser, uttryckt som kväve, som bestäms med den angivna metoden.

## 3. PRINCIP

Provet indunstras till liten volym i närvaro av svavelsyra och ammoniakhalten bestäms med Conways mikrodifusionsmetod.

## 4. REAGENSER

## 4.1 Svavelsyra, 1 mol/l.

## 4.2 Borsyreindikatorlösning. 10 g borsyra, 8 mg bromkresolgrönt och 4 mg metylrött löses upp i 30 % vol. 2-propanol och fylls på upp till 1 000 ml med 30 % vol. 2-propanol.

## 4.3 Kaliumhydroxidlösning: 500 g/l, koldioxidfri.

## 4.4 Saltsyra: 0,02 mol/l.

## 5. APPARATUR

## 5.1 Indunstningsskål som har tillräcklig kapacitet för att rymma 50 ml av provet.

## 5.2 Vattenbad.

## 5.3 Conwayskål med tättslutande lock; se figur 1 för beskrivning och föreslagna dimensioner.

## 5.4 Mikroburet, 2-5 ml, graderad i 0,01 ml.

## 6. METOD

## 6.1 50 ml av provet (med en förväntad kvävehalt på mindre än 0,2 g/hl av provet) tages 200 ml av provet pipetteras i en glasskål och tillsätts 1 ml 1 mol/l svavelsyra (4.1). Skålen (5.1) ställs i vattenbad (5.2) och vätskan tillåts indunstra tills det återstår ca 1 ml.

- 6.2 1 ml borsyreindikatorlösning (4.2) pipetteras i Conwayskålens inre kammare (5.3) och restvätskan från indunstningsprocessen (6.1) överförs till den yttre kammaren. Conwayskålen hålls svagt lutande och ca 1 ml kaliumhydroxidlösning (4.3) tillsätts den yttre kammaren så snabbt som möjligt, men så långt som möjligt från vätskan i den yttre kammaren. Conwayskålen tillsluts genast med det tättslutande locket som skall vara insmört med fett.
- 6.3 De två lösningarna i den yttre kammaren blandas, varvid det skall tillses att det inte löper vätska från den ena kammaren över i den andra. Låt stå i två timmar.
- 6.4 Med hjälp av mikrobyretten (5.4) titreras ammoniakerna till neutral med 0,02 mol/l saltsyra (4.4). Det skall användas mellan 0,2 och 0,9 ml syra. Den använda syramängden sätts till  $V_1$  ml.
- 6.5 En kontrolltitrering utförs genom att 6.1-6.4 upprepas men de 50 ml prov i 6.1 ersätts med samma mängd vatten. Saltsyramängden sätts till  $V_2$  ml.

## 7. REDOVISNING AV RESULTATEN

### 7.1 Formel och beräkningsmetod

Halten av flyktiga kvävebaser i g/hl etanol (100 % vol.), beräknad och uttryckt som kväve, anges som

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

där

$V_1$  = är den mängd saltsyra i ml som används för att neutralisera provet,

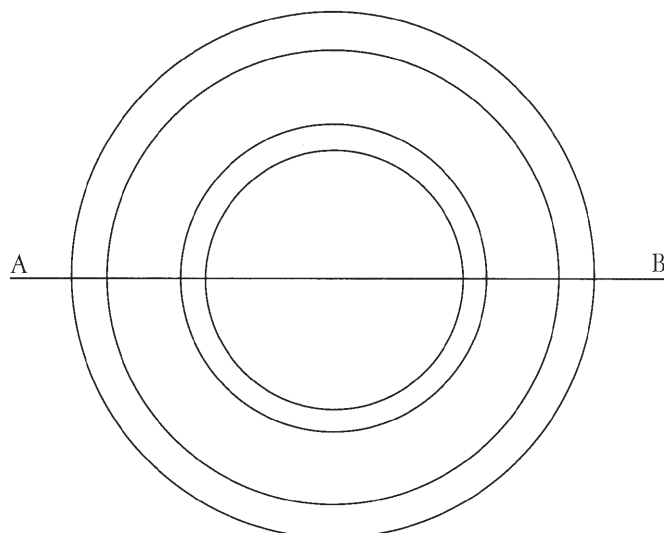
$V_2$  = är den mängd saltsyra i ml som används till blindprovet,

T = är provets alkoholhalt i volymprocent bestämd enligt med 1,

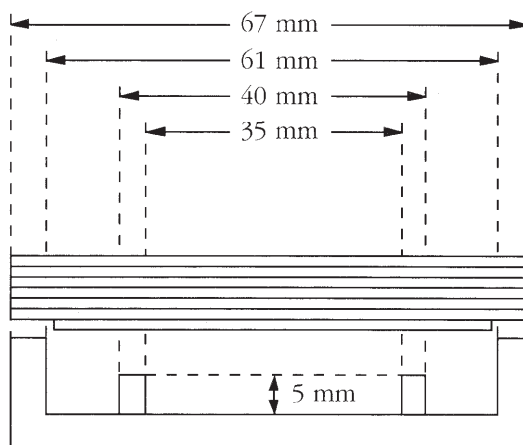
E = är den använda provmängden i ml.

### 7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten av två bestämningar som utförs samtidigt eller omedelbart efter varandra av samma person, på samma prov och under samma förhållanden får inte överskrida 0,05 g/hl etanol (100 volymprocent).



Skålen sedd ovanifrån



Lodrätt tvärsnitt A-B

Några typiska dimensioner anges

Figur 1 – Conwayskål

### Metod 9: Bestämning av metanol

#### 1. RÄCKVIDD OCH TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Med denna metod bestäms metanolhalten i neutral alkohol.

#### 2. DEFINITION

Metanolhalt: den halt av metanol som bestäms med den angivna metoden.

#### 3. PRINCIP

Metanolkoncentrationen bestäms genom direktinsprutning av provet i en gaskromatograf (GLC).

#### 4. METOD

Varje GLC-metod kan användas, förutsatt att den använda gaskromatografiska kolonnen och analysförhållanden gör det möjligt att skilja klart mellan metanol, acetaldehyd, etanol och etylacetat. Detektionsgränsen för metanol i etanol skall vara lägre än 2 g/hl.

## 5. REPETERBARHET

Skillnaden mellan resultaten av två bestämningar som utförs samtidigt eller omedelbart efter varandra av samma person, på samma prov och under samma förhållanden får inte överskrida 2 g metanol per hl etanol (100 % volymprocent).

**Metod 10: Bestämning av torrsubstans**

## 1. RÄCKVIDD OCH TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Med denna metod bestäms torrsubstanshalten i neutral alkohol.

## 2. DEFINITION

Torrsubstanshalten: den torrsubstanshalt som bestäms med den angivna metoden.

## 3. PRINCIP

En delmängd av provet torkas vid 103 °C och återstoden bestäms gravimetriskt.

## 4. APPARATUR

4.1 Vattenbad, kokande.

4.2 Indunstningsskål av lämplig volym.

4.3 En exsickator som innehåller nyaktiverad kiselgel (eller motsvarande torkmedel) med en indikator för fukthalten.

4.4 Analysväg.

4.5 Ugn, inställd vid 103 ± 2 °C.

## 5. METOD

En ren torr skål (4.2) ( $M_0$ ) vägs med en noggrannhet av 0,1 mg. En lämplig mängd prov pipetteras, omnödvändigt i flera omgångar, i skålen (100–250 ml) ( $V_0$  ml). Skålen med provet ställs i ett kokande vattenbad (4.1) och lämnas att torka. Skålen sätts i ugnen (4.5) vid 103 ± 2 °C i 30 minuter och läggs därefter i en exsickator (4.3). Skålen avkyls i 30 minuter. Sedan vägs den med restmängden ( $M$ ) med en noggrannhet av 0,1 mg.

## 6. REDOVISNING AV RESULTATEN

## 6.1 Formel och beräkningsmetoder

Halten av resttorrsubstans i g/hl etanol (100 % vol.) anges som

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

där

$M_0$  = är vikten i g av den rena torra skålen,

$M_1$  = är vikten i g av skålen och indunstningresten,

$V_0$  = är den mängd prov som har uttagits till torkning.

$T$  = är provets alkoholhalt i volymprocent bestämd enligt metod 1.

## 6.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten av två bestämningar som utförs samtidigt eller omedelbart efter varandra av samma person, på samma prov och under samma förhållanden får inte överskrida 0,5 g/hl etanol (100 volymprocent).

**Metod 11: Bestämning av furfural**

1. RÄCKVIDD OCH TILLÄMPNINGSOMRÅDE  
Med denna metod bestäms furfural i neutral alkohol.
2. DEFINITION  
Detektion av furfuralkoncentrationen i gränsvärdesprovet: resultatet av gränsvärdesprovet enligt den angivna metoden.
3. PRINCIP  
Alkoholprovet blandas med anilin och isättika. Närvaron av furfural visar sig därigenom att det inom 20 minuter efter blandning framkommer en laxfärgad ton i lösningen.
4. REAGENSER
  - 4.1 Anilin, färskdestillerad.
  - 4.2 Isättika
5. APPARATUR  
Provrör försedda med proppar av slipat glas.
6. METOD  
10 ml pipetteras i ett provrör (5). 0,5 ml anilin och 2 ml isättika tillsätts. Provröret skakas så att innehållet blandas.
7. REDOVISNING AV RESULTATEN
  - 7.1 Tolkning av gränsvärdesprovet  
Om den tid det tar för den laxfärgade tonen att framträda i röret är kortare än 20 minuter är testet positivt och provet innehåller furfural.
  - 7.2 Anmärkningar  
Resultaten av två gränsvärdesprov som utförs samtidigt eller omedelbart efter varandra av samma person, på samma prov och under samma förhållanden skall vara identiska.

**Metod 12: UV-prov**

1. RÄCKVIDD  
Med denna metod bestäms absorbansen i neutral alkohol.
2. PRINCIP  
Provets absorbans i våglängdsområdet 220–270 nm mäts genom jämförelse med en definierad substans med stor transparens.
3. APPARATUR
  - 3.1 UV-VIS-spektrofotometer.
  - 3.2 Kvartskuvetter, 10 mm längd, med samma spektrala transmission.
4. REAGENSER  
n-hexan för spektroskopi.
5. METOD
  - Rena kuvetter sköljs först med provlösningen, varefter provet hålls i. Kuvetterna torkas utvändigt.
  - Referenskuvetten behandlas med n-hexan på samma sätt och fylls.
  - Absorbansvärdet bestäms och en kurva ritas.



## 6. TOLKNING AV RESULTATEN

De absorptionsvärden som avläses vid 270, 240, 230 och 220 nm får inte överstiga följande gränser: 0,02; 0,08; 0,18 och 0,3.

Absorptionskurvan skall ha ett jämnt och regelmässigt förlopp.

### Metod 13: Bestämning av <sup>14</sup>C-halten i etanol

#### 1. METOD FÖR BESTÄMNING AV ALKOHOLTYP

Bestämning av <sup>14</sup>C-halten i etanol gör det möjligt att skilja mellan alkohol av fossila råmaterial (s.k. syntetisk alkohol) och alkohol av förnybara råmaterial (s.k. jäsningsalkohol).

#### 2. DEFINITION

Med <sup>14</sup>C-halten i etanol förstås den <sup>14</sup>C-halt som bestäms med den här beskrivna metoden.

Den naturliga <sup>14</sup>C-halt i atmosfären (referensvärdet) som upptas av levande växter vid assimilation är inte något konstant värde. Därför bestäms referensvärdet alltid av etanol som härrör från råmaterial från den senaste växtperioden. Detta referensvärde, som kallas det årliga referensvärdet, fastställs varje år genom samordnade analyser organiserade av Gemenskapens referensbyrå och Gemensamma forskningscentret, ISPRA.

#### 3. PRINCIP

<sup>14</sup>C-halten bestäms direkt med hjälp av en vätskescintillometer i alkoholhaltiga prov med minst 85 viktprocent alkohol.

#### 4. REAGENSER

##### 4.1 Toluenscintillator

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

0,5 g p-bis-[4-metyl-5-fenyloxazolyl(2)]-bensol (dimetyl-POPOP) i 1 l analytiskt ren toluen.

Bruksklara toluenscintillatorer med denna sammansättning som finns i handeln kan också användas.

##### 4.2 <sup>14</sup>C-standard

n-hexadecan <sup>14</sup>C med en aktivitet på ca  $1 \times 10^6$  dpm/g (ca  $1,67 \times 10^6$  cBq/g) och en garanterad noggrannhet vad gäller den bestämda aktiviteten på  $\pm 2$  % rel.

##### 4.3 <sup>14</sup>C-fri etanol

Syntetisk alkohol av fossila råmaterial med minst 85 viktprocent etanol för bestämning av bakgrundsvärdet.

##### 4.4 Alkohol av förnybara råmaterial från de senaste växtperioden med minst 85 viktprocent etanol som referensmaterial.

#### 5. APPARATUR

##### 5.1 Flerkanaliga vätskescintillationspektrometrar med processorer och automatisk extern standardisering samt indikatorer för det s.k. externstandardkanalförhållandet (normalutförande: tre mätkanaler och två externstandardkanaler).

##### 5.2 Kaliumfattiga rårör som passar till spektrometrarna, med mörka skruvlock med polyeteninlägg.

##### 5.3 Pipetter, 10 ml.

##### 5.4 Automatisk doseringsanordning, 10 ml.

##### 5.5 250 ml rundbottnad kolv av slipat glas.

- 5.6 Apparatur till destillering av alkohol med värmekappa, t. ex. Micko.
- 5.7 Mikroliterspruta, 50 µl.
- 5.8 Pyknometertratt, pyknometrar, 25 ml och 50 ml.
- 5.9 Termostat med en temperaturstabilitet på  $\pm 0,01$  °C.
- 5.10 Officiella alkoholometriska tabeller som är i överensstämmelse med rådets direktiv 76/766/EEG av den 27 juli 1976 om inbördes tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om alkoholtabeller, offentliggjort av Europeiska kommissionen (ISBN 92-825-0146-9).

## 6. METOD

### 6.1 Inställning av apparaturen

Apparaturen bör ställas in enligt fabrikantens anvisningar. Mätförhållandena är optimala när värdet  $E_2/B$  – kvalitetsindexet – är maximalt.

E = Efficiency (verkningsgrad),

B = Bakgrundsvärde.

Endast två mätkanaler optimeras. Den tredje mätkanalen lämnas helt öppen för kontrolländamål.

### 6.2 Urval av räknerör

Ett större antal räknerör än vad som kommer att behövas fylls med  $^{14}\text{C}$ -fri syntetisk etanol och 10 ml toluenscintillator och mäts under minst  $4 \times 100$  minuter. Rör med bakgrundsvärden som avviker med mer än  $\pm 1$  % rel. från medelvärdet kasseras. Endast fabriksnya räknerör från samma produktionsserie används för samma urval.

### 6.3 Bestämning av externstandard/kanalförhållandet (ESKF)

Vid kanalinställningen (6.1) bestäms ESKF med hjälp av det relevanta datorprogrammet samtidigt med kontrollen av verkningsgraden. Som extern standard används cesium, som redan har byggts in av tillverkaren.

### 6.4 Beredning av provet

Prov med en etanolhalt av minst 85 viktprocent och fria från orenheter som absorberar vid lägre våglängder än 450 nm kan analyseras. Den obetydliga resthalten av aldehyder och estrar utgör inget problem. Efter det att de första ml har kastats bort destilleras direkt i pyknometern och provets alkoholhalt bestäms pyknometriskt. De värden som skall bestämmas tas från de officiella alkoholtablerna.

## 7. MÄTNING AV PROVEN MED EXTERNSTANDARD

- 7.1 Prov med ringa absorbans, t. ex. de som beskrivs i 6.4, med ett ESKF-värde på ca 1,8, kan mätas via ESKF, som ger ett mått på verkningsgraden.

### 7.2 Mätning

10 ml av de prov som har beretts enligt 6.4 pipetteras i en utvald mätkolv, vars bakgrundsvärde har kontrollerats, och 10 ml toluenscintillator tillsätts med hjälp av en automatisk doseringsanordning. Med roterande rörelser homogeniseras proven i rören. Vätskan får inte fukta polyeteninlägget i skruvlocket. På samma sätt bereds ett räknerör med  $^{14}\text{C}$ -fri fossiletanol för bestämning av bakgrundsvärdet. För kontroll av  $^{14}\text{C}$ -årsvärdet bereds ett dubbelprov av etanol av förnybara råmaterial från den senaste växtperioden genom att ett räknerör blandas med internstandard enligt punkt 8.

Kontroll- och bakgrundsproven placeras först i mätningsserien. Mätningsserien bör inte omfatta mer än tio analysprov. Den samlade mättiden per prov är minst  $2 \times 100$  minuter, varvid mätningen av varje prov utförs i faser på 100 minuter var för att göra det möjligt att fastslå eventuell drift eller annat fel. (En cykel omfattar således ett mättingsintervall på 100 minuter per prov.)

Bakgrunds- och kontrollprov skall förnyas efter fyra veckor.

Denna mätmetod är föga tids- och materialkrävande och är särskilt lämplig för icke-specialiserade laboratorier som utför rutinundersökningar av många prov.

När det gäller prov med ringa absorptions (ESKF-värde ca 1,8) påverkas verkningsgraden endast obetydligt av en ändring i detta värde. Om ändringen ligger inom  $\pm 5\%$  rel., kan samma verkningsgrad förväntas. Vad gäller prov med större absorptions, t. ex. denaturerad alkohol, kan verkningsgraden fastställas med hjälp av korrektionskurvan för absorptions. I avsaknad av ett lämpligt datorprogram måste mätningen utföras med internstandard, som ger en otvetydig bestämning av verkningsgraden.

## 8. MÄTNING AV PROVEN MED INTERNSTANDARD-HEXADEKAN<sup>14</sup>C

### 8.1 Metod

Kontroll- och bakgrundsprov (fossiletanol och etanol av förnybara råmaterial) och det okända materialet mäts som dubbelprov. Det ena av dubbelproven bereds i ett icke utvalt rör, som tillsätts en noggrant doserad mängd (30  $\mu$ l) hexadekan<sup>14</sup>C (tillsatt aktivitet ca 26269 dpm/g C, ca 43782 cBq/g C). Vad gäller den övriga provberedningen och mättiden förfars på det sätt som beskrivs i punkt 7.2, dock kan mättiden för proven med internstandard begränsas till ca fem minuter genom förinställning på  $10^5$  impulser. Ett dubbelprov av kontroll- och bakgrundsproven bereds för varje mätserie och dessa placeras först i mätserien.

### 8.2 Hantering av den interna standarden och räknerören

För att undvika föroreningar vid mätning med internstandard skall lagring och hantering äga rum i lokaler som är noggrant skilda från de lokaler där beredning och mätning av analysproven äger rum. Efter mätning kan de bakgrundskontrollerade kolvarna återanvändas. Skruvlocken och kolvarna innehållande internstandard skall kastas.

## 9. REDOVISNING AV RESULTATEN

### 9.1 Aktiviteten i ett radioaktivt ämne uttrycks i becquerel. 1 Bq = 1 sönderfall/sek.

Den specifika radioaktiviteten anges i becquerel för 1 g kol = Bq/gC.

För att uppnå mera realistiska värden är det bättre att ange resultaten i centibecquerel = cBq/gC.

De beteckningar och beräkningsformler som hittills har använts i litteraturen, och som bygger på dpm, kan bibehållas tills vidare. För att erhålla motsvarande värden i cBq skall man multiplicera det uppnådda dpm-resultatet med faktor 100/60.

### 9.2 Redovisning av resultaten med externstandard:

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

### 9.3 Redovisning av resultaten med internstandard:

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

### 9.4 Förkortningar:

$\text{cpm}_{\text{pr}}$  = det genomsnittliga impulstalet för provet under hela mätningstiden.

$\text{cpm}_{\text{NE}}$  = impulstalet för bakgrundsvärdet beräknat på samma sätt.

$\text{cpm}_{\text{IS}}$  = impulstalet för prov med tillsatt internstandard.

$\text{dpm}_{\text{IS}}$  = mängden tillsatt internstandard (kalibrerad radioaktivitet dpm).

V = provvolymen i ml.

F = den halt i g av ren alkohol per ml som motsvarar koncentrationen.

Z = den verkningsgrad som motsvarar ESKF-värdet.

1,918 = g alkohol/l g kol.

## 10. METODENS PÅLITLIGHET

### 10.1 Repeterbarhet (r)

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

10.2 Jämförbarhet (R)

$$R = 0,821 \text{ cBq/gC } S_{(R)} = \pm 0,290 \text{ cBq/gC}^*$$

---