

**REGLAMENTO (CE) Nº 625/2003 DE LA COMISIÓN  
de 2 de abril de 2003**

**que modifica el Reglamento (CE) nº 1623/2000 por el que se fijan las disposiciones de aplicación del Reglamento (CE) nº 1493/1999 del Consejo por el que se establece la organización común del mercado vitivinícola, en lo que respecta a los mecanismos de mercado**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Visto el Reglamento (CE) nº 1493/1999 del Consejo, de 17 de mayo de 1999, por el que se establece la organización común del mercado vitivinícola <sup>(1)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) nº 2585/2001 <sup>(2)</sup>, y, en particular, sus artículos 26, 33 y 36,

Considerando lo siguiente:

- (1) El capítulo I del título I del Reglamento (CE) nº 1623/2000 de la Comisión <sup>(3)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) nº 1795/2002 <sup>(4)</sup>, establece las normas por las que se rige el régimen de ayudas en favor de la utilización de uvas, mosto de uva, mosto de uva concentrado o mosto de uva concentrado rectificado. Basándose en la experiencia adquirida, procede precisar con más claridad los productos comestibles que no pueden optar a ese régimen, reducir los trámites administrativos de los usuarios y transformadores de zumo e introducir medidas adecuadas de control del uso del zumo. La proporción de cantidades de productos comestibles que deben pasar las medidas de control debe ser más elevada que en otros ámbitos debido a que, con frecuencia, el producto se utiliza en un Estado miembro diferente de aquél en que se abonan las ayudas.
- (2) En el contexto de la ayuda por utilización de mosto para aumentar el grado alcohólico de los productos vitícolas, es necesario corregir la referencia relativa al método de determinación del grado alcohólico volumétrico. Con objeto de facilitar la labor de los Estados miembros, es conveniente que sean ellos quienes se encarguen de la gestión de las solicitudes de ayuda. Asimismo, resulta conveniente precisar las disposiciones con arreglo a las cuales deben realizarse los controles para que sean pormenorizados y eficaces.
- (3) Con objeto de que todos los casos litigiosos se resuelvan de forma comparable, es necesario armonizar las disposiciones referentes al pago de las ayudas previstas en los diferentes regímenes de ayuda que se rigen por el Reglamento (CE) nº 1623/2000.
- (4) Con objeto de permitir la realización de controles pormenorizados y eficaces de las ayudas al almacenamiento privado de vino, es necesario precisar las disposiciones de control y los márgenes de tolerancia aceptados para la comprobación del grado alcohólico volumétrico del mosto de uva, del mosto de uva concentrado y del mosto de uva concentrado y rectificado. Para agilizar el pago de los anticipos correspondientes a esta medida, es necesario cambiar el procedimiento administrativo que se aplica.
- (5) En el régimen de destilación de subproductos de la vinificación, procede modular el nivel de las ayudas y de los precios en función del tipo de subproducto y suprimir, por consiguiente, la ayuda global y el precio a tanto alzado. Además, habida cuenta de los cambios estructurales del sector, es oportuno permitir que los Estados miembros hagan extensiva a determinadas categorías de productores la dispensa de la obligación de entregar los subproductos para la destilación.
- (6) En el contexto de la destilación contemplada en el artículo 28 del Reglamento (CE) nº 1493/1999, procede disponer la posibilidad de ampliar el plazo de pago de la ayuda al destilador cuando el Estado miembro decida modular el precio de compra del vino al productor en función del rendimiento.
- (7) Para que, en las destilaciones de crisis contempladas en el artículo 30 del Reglamento (CE) nº 1493/1999, las transacciones financieras se lleven a cabo correctamente, es preciso confirmar que el anticipo sobre el precio que debe abonar el organismo de intervención al destilador se asimila a las ayudas previstas para las demás destilaciones.
- (8) En todas las medidas de destilación, es oportuno suprimir la disposición según la cual el resultado del examen de una parte del vino se considera representativo de la totalidad del vino entregado para la destilación. También procede incluir los anticipos pagados en caso de destilación de crisis y asimilados a ayudas en el sistema de sanciones y prever un mecanismo común para todas las destilaciones que garantice al productor el precio mínimo de compra del vino en caso de incumplimiento del destilador.
- (9) Atendiendo a la experiencia, resulta conveniente adaptar las normas de venta del alcohol obtenido en las distintas destilaciones que obren en poder de los organismos de intervención. En particular, es necesario fijar caso por caso los plazos de retirada del alcohol cuando se trate de cantidades importantes. Al objeto de mejorar las posibilidades de salida, es necesario abandonar las limitaciones geográficas que se aplican en la venta de alcohol. Además, resulta conveniente precisar las condiciones de control del destino del alcohol utilizado en el sector de los carburantes.
- (10) Resulta preciso establecer las normas de comunicación a la Comisión, por los Estados miembros, de los numerosos datos que necesita para la gestión de las medidas de intervención.
- (11) Procede modificar el Reglamento (CE) nº 1623/2000 según todo ello.

<sup>(1)</sup> DO L 179 de 14.7.1999, p. 1.

<sup>(2)</sup> DO L 345 de 29.12.2001, p. 10.

<sup>(3)</sup> DO L 194 de 31.7.2000, p. 45.

<sup>(4)</sup> DO L 272 de 10.10.2002, p. 15.

- (12) Algunas modificaciones aclaran disposiciones ya existentes o aportan precisiones y son favorables a los agentes económicos, por lo que deben aplicarse con efecto retroactivo.
- (13) Otras modificaciones están encaminadas a mejorar las condiciones por las que se rigen las ventas aisladas de alcohol, por lo que deben aplicarse a partir de la publicación del presente Reglamento.
- (14) La mayoría de las modificaciones entrañan cambios técnicos de las medidas de gestión del mercado. Con objeto de no alterar el desarrollo de la campaña actual, estas últimas modificaciones deben aplicarse desde la próxima campaña vitivinícola.
- (15) Las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité de gestión del vino.

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

#### Artículo 1

El Reglamento (CE) n° 1623/2000 quedará modificado como sigue:

- 1) El capítulo I del título I se sustituirá por el texto siguiente:

«CAPÍTULO I

#### ELABORACIÓN DE ZUMO DE UVA

##### Artículo 3

#### Objeto de la ayuda

La ayuda contemplada en la letra a) del apartado 1 del artículo 35 del Reglamento (CE) n° 1493/1999 se concederá a los transformadores que:

- a) siendo ellos mismos productores o productores asociados, transformen o manden transformar en zumo de uva las uvas de su cosecha o el mosto de uva y el mosto de uva concentrado obtenidos en su totalidad a partir de su cosecha de uvas, o
- b) compren directa o indirectamente a productores o a productores asociados uvas producidas en la Comunidad, mosto de uva o mosto de uva concentrado con miras a transformarlos en zumo de uva.

El mosto de uva y el mosto de uva concentrado utilizados deberán proceder de uva producida en la Comunidad.

##### Artículo 4

#### Elaboración de otros productos comestibles a partir de zumo de uva

El zumo de uva o zumo de uva concentrado que se obtenga podrá transformarse en cualquier otro producto comestible distinto de los productos obtenidos por vinificación indicados en el anexo I del Reglamento (CE) n° 1493/1999 y de los productos a que se refieren las letras b) y c) del apartado 1 del artículo 35 del citado Reglamento.

#### Artículo 5

#### Requisitos técnicos relativos a los productos

1. Las materias primas contempladas en el artículo 3 que se empleen para la elaboración de zumo de uva deberán ser de calidad sana, cabal, comercial y adecuadas para la transformación en zumo de uva.
2. El mosto de uva que se utilice y el mosto procedente de la uva utilizada deberán tener una masa volúmica, a 20 °C, comprendida entre 1,055 y 1,100 gramos por centímetro cúbico.
3. Cuando se utilice para elaborar productos comestibles, el zumo de uva deberá ajustarse a lo dispuesto en la Directiva 2001/112/CE del Consejo (\*).

#### Artículo 6

#### Normas administrativas impuestas a los transformadores con fines de control

1. El transformador que realice operaciones de elaboración de zumo de uva a lo largo de toda la campaña presentará un programa de transformación en zumo de uva a la autoridad competente del Estado miembro antes del comienzo de cada campaña. Cuando el transformador inicie por primera vez la actividad de elaboración de zumo de uva una vez comenzada la campaña, deberá presentar el programa antes de iniciar esta actividad.

El programa de transformación incluirá los datos siguientes:

- a) tipo de materia prima destinada a la transformación (uva, mosto de uva o mosto de uva concentrado);
- b) lugar de almacenamiento del mosto de uva y del mosto de uva concentrado destinado a la transformación;
- c) lugar donde vaya a efectuarse la transformación.

2. El transformador que sólo realice operaciones de elaboración de zumo de uva en fechas fijas presentará una declaración de transformación a la autoridad competente del Estado miembro al menos tres días antes del inicio de dichas operaciones.

La declaración de transformación incluirá los datos siguientes:

- a) los datos exigidos en el párrafo segundo del apartado 1;
- b) la cantidad de uvas, mosto de uva o mosto de uva concentrado prevista para la transformación;
- c) la masa volúmica del mosto de uva y del mosto de uva concentrado;
- d) la fecha de comienzo de las operaciones de transformación y la duración previsible de las mismas.

La declaración deberá referirse a una cantidad mínima de:

- a) 1,3 toneladas en el caso de la uva;
- b) 10 hectolitros, en el del mosto;
- c) 3 hectolitros, en el del mosto de uva concentrado.

3. Además de los datos indicados en los apartados 1 y 2, los Estados miembros podrán pedir a los transformadores información complementaria.

4. La autoridad competente del Estado miembro visará los programas o declaraciones contemplados en los apartados 1 y 2, y enviará una copia de los mismos al transformador.

5. No obstante lo dispuesto en los apartados 1, 2 y 3, los Estados miembros podrán establecer procedimientos simplificados para los transformadores que sólo utilicen como máximo una cantidad de 5 toneladas de uva, 40 hectolitros de mosto de uva o 12 hectolitros de mosto de uva concentrado por campaña.

6. Los transformadores llevarán una contabilidad de existencias. En ella, aparecerán los siguientes datos, extraídos de los documentos de acompañamiento o de los registros a que se refiere el artículo 70 del Reglamento (CE) nº 1493/1999:

- la cantidad y la masa volúmica de la materia prima que entre diariamente en sus instalaciones y, en su caso, el nombre y la dirección del vendedor;
- la cantidad y la masa volúmica de la materia prima utilizada diariamente;
- la cantidad de zumo de uva producida diariamente;
- la cantidad de zumo de uva que salga diariamente de sus instalaciones y el nombre y la dirección del destinatario o la cantidad de zumo de uva utilizada diariamente por ellos mismos.

Los justificantes de la contabilidad de existencias se pondrán a disposición de las instancias de control cada vez que haya una comprobación.

#### Artículo 7

#### **Normas administrativas impuestas a los usuarios con fines de control**

1. A efectos del presente capítulo, se entenderá por "usuario" cualquier agente económico que realice una de las operaciones siguientes: embotellar, empaquetar o envasar zumo de uva o zumo de uva concentrado, almacenarlo con vistas a la venta a una o varias empresas encargadas de las operaciones anteriores o posteriores, o bien preparar otros productos comestibles a partir de ese zumo.

Estas operaciones también podrán ser realizadas por el transformador a que se refiere el artículo 3.

2. El usuario presentará a la autoridad competente del lugar de descarga un compromiso escrito por el que se obligue a no transformar el zumo de uva en ninguno de los productos de vinificación a que se refiere el anexo I del Reglamento (CE) nº 1493/1999 ni en ninguno de los productos contemplados en las letras b) y c) del apartado 1 del artículo 35 del citado Reglamento.

Los Estados miembros establecerán las normas para la presentación de ese compromiso. No obstante, el mismo deberá presentarse antes de utilizar el zumo de uva o el zumo de uva concentrado y, como muy tarde, cuatro meses después de presentar la solicitud de ayuda a que se refiere el artículo 8 del presente Reglamento.

La exportación se considerará compatible con ese compromiso.

3. Cuando un transformador expida zumo de uva a un usuario dentro de la Comunidad:

- el transformador indicará en el documento de acompañamiento referido en el apartado 1 del artículo 70 del Reglamento (CE) nº 1493/1999 si ha presentado ya o va a presentar una solicitud de ayuda y señalará la fecha en que lo haya hecho o prevea hacerlo;
- el usuario enviará ese documento de acompañamiento a la autoridad competente del lugar de descarga a más tardar quince días después de haber recibido el producto;
- en caso de que un usuario reexpida el zumo que haya recibido a otro agente económico de la Comunidad, se encargará de que éste firme el compromiso escrito y lo presentará a la autoridad competente en el plazo indicado en el párrafo segundo del apartado 2;
- una vez recibido el compromiso escrito, la autoridad competente visará el documento de acompañamiento y devolverá al transformador del zumo de uva la copia visada del documento de acompañamiento a más tardar treinta días después de la recepción del compromiso.

4. En aplicación del artículo 2 del Reglamento (CE) nº 2729/2000 de la Comisión (\*\*), durante la campaña las autoridades competentes efectuarán controles por muestreo, basándose en un análisis de riesgo, con objeto de cerciorarse de la observancia del compromiso indicado en el apartado 2 del presente artículo. Estos controles deberán representar cuando menos el 10 % de las cantidades que correspondan a las solicitudes de visado de documentos de acompañamiento contempladas en la letra d) del apartado 3 del presente artículo que se hubieran recibido en la campaña anterior.

#### Artículo 8

#### **Solicitud de ayuda**

1. El transformador contemplado en el apartado 1 del artículo 6 presentará la solicitud de ayuda a la autoridad competente del Estado miembro a más tardar seis meses después del final de la campaña. Deberá adjuntar a ella los siguientes documentos:

- una copia del programa de transformación visado;
- una copia o extracto de la documentación contable contemplada en el apartado 6 del artículo 6; los Estados miembros podrán exigir que dicha copia o extracto sea visado por una instancia de control.

Los Estados miembros podrán exigir documentación adicional.

2. El transformador contemplado en el apartado 2 del artículo 6 presentará la solicitud de ayuda a la autoridad competente del Estado miembro a más tardar seis meses después del final de las operaciones de transformación. Deberá adjuntar a ella los siguientes documentos:

- una copia de la declaración de transformación visada;
- una copia o extracto de la documentación contable contemplada en el apartado 6 del artículo 6; los Estados miembros podrán exigir que dicha copia o extracto sea visado por una instancia de control.

En la solicitud de ayuda se indicará la cantidad de materia prima efectivamente transformada y el día en que hayan terminado las operaciones de transformación.

3. El transformador presentará a la autoridad competente del Estado miembro, a más tardar seis meses después de la presentación de la solicitud de ayuda:

- a) la copia del documento de acompañamiento contemplado en la letra d) del apartado 3 del artículo 7, visada por la autoridad competente;
- b) la copia del documento de acompañamiento sellada por la aduana para acreditar la exportación.

4. No obstante lo dispuesto en los apartados 1 y 2, los Estados miembros podrán establecer procedimientos simplificados para los transformadores que sólo utilicen como máximo 5 toneladas de uva, 40 hectolitros de mosto de uva o 12 hectolitros de mosto de uva concentrado por campaña. Estos procedimientos deberán finalizar seis meses después del final de la campaña, como máximo.

#### Artículo 9

##### Importe de la ayuda

1. Las ayudas para la utilización de uva, mosto de uva y mosto de uva concentrado quedan fijadas del modo siguiente, por unidad de cantidad de la materia prima utilizada:

- a) uva: 4,952 euros por 100 kilogramos;
- b) mosto de uva: 6,193 euros por hectolitro;
- c) mosto de uva concentrado: 21,655 euros por hectolitro.

2. Salvo en caso de fuerza mayor, no se abonará ayuda alguna por las cantidades de materia prima que rebasen la relación siguiente entre la materia prima y el zumo de uva obtenido:

- a) 1,3 para la uva, en 100 kilogramos/hectolitro;
- b) 1,05 para el mosto, en hectolitro/hectolitro;
- c) 0,30 para el mosto concentrado, en hectolitro/hectolitro.

En caso de obtención de zumo de uva concentrado, estos coeficientes se multiplicarán por 5.

#### Artículo 10

##### Pago de la ayuda

La autoridad competente pagará la ayuda en el plazo de tres meses a partir del día de presentación de la documentación exigida que se indica en el artículo 8.

#### Artículo 11

##### Concesión de un anticipo

1. El transformador podrá solicitar que se le abone un anticipo, por un importe igual a la ayuda a que se refiere el artículo 9, por la materia prima con respecto a la cual demuestre que ha entrado en sus instalaciones, a condición de que haya constituido una garantía en favor de la autoridad competente. Esta garantía será igual al 120 % del citado importe.

2. La autoridad competente abonará el anticipo dentro de los tres meses siguientes a la presentación de la prueba de constitución de la garantía, si bien no antes del 1 de enero de la campaña de que se trate.

3. Una vez que la autoridad competente haya comprobado toda la documentación exigida indicada en el artículo 8 del presente Reglamento, la garantía indicada en el apartado 1 del presente artículo se liberará total o parcialmente siguiendo el procedimiento establecido en el artículo 19 del Reglamento (CEE) nº 2220/85.

#### Artículo 11 bis

##### Sanciones y casos de fuerza mayor

1. Si el transformador presenta la documentación exigida indicada en el artículo 8 con un retraso de seis meses o menos a partir del vencimiento del plazo fijado en ese mismo artículo, la ayuda se reducirá un 30 %.

Si el transformador presenta la citada documentación con un retraso de más de seis meses, no se abonará ayuda alguna.

2. Si se observa en algún control que el usuario ha incumplido los compromisos indicados en los apartados 2 y 3 del artículo 7, el transformador reintegrará la ayuda. Si el usuario reside en un Estado miembro diferente del de residencia del transformador, el Estado miembro de que se trate comunicará de inmediato el incumplimiento al Estado miembro en que resida el transformador.

3. Salvo en caso de fuerza mayor, si se comprueba que el transformador ha incumplido las obligaciones que le incumben en virtud del presente capítulo, al margen de la obligación de transformar en zumo de uva la materia prima que figure en la solicitud de ayuda, se disminuirá la ayuda. El Estado miembro de que se trate determinará la cuantía de la disminución.

4. Si la cantidad de materia prima realmente utilizada está comprendida entre el 95 y el 99,9 % de la cantidad por la que se haya abonado el anticipo, sólo se ejecutará la proporción de la garantía contemplada en el artículo 11 que corresponda a la parte no transformada en la campaña.

Salvo en caso de fuerza mayor, si la cantidad de materia prima realmente utilizada es inferior al 95 % de la cantidad por la que se haya abonado el anticipo, se ejecutará la totalidad de la garantía.

5. En caso de fuerza mayor, la autoridad competente del Estado miembro adoptará las medidas que considere adecuadas en función de los motivos alegados e informará de ello a la Comisión.

(\*) DO L 10 de 12.1.2002, p. 58.

(\*\*) DO L 316 de 15.12.2000, p. 16.».

2) El apartado 2 del artículo 13 se sustituirá por el texto siguiente:

«2. El grado alcohólico en potencia de los productos mencionados en el apartado 1 se determinará aplicando los datos del cuadro de correspondencia que figura en el anexo I del presente Reglamento a las indicaciones cifradas que se registren a la temperatura de 20 °C en el refractómetro, utilizado según el método establecido en el anexo del Reglamento (CEE) n° 558/93 de la Comisión (\*).

Las autoridades competentes admitirán una tolerancia de 0,2 en sus controles.

(\*) DO L 58 de 11.3.1993, p. 50.».

3) En el artículo 14, se añadirá el párrafo tercero siguiente:

«No obstante, los Estados miembros podrán prever la posibilidad de presentar varias solicitudes de ayuda para una parte de las operaciones de aumento del grado alcohólico.».

4) Se añadirá el artículo 14 bis siguiente:

«Artículo 14 bis

#### Controles

1. Las autoridades competentes de los Estados miembros adoptarán todas las medidas que sean necesarias para la realización de los controles dirigidos a comprobar, en particular, la identidad y el volumen del producto utilizado para la operación de aumento del grado alcohólico volumétrico y la observancia de lo dispuesto en las letras C y D del anexo V del Reglamento (CE) n° 1493/1999.

2. Los productores están obligados a permitir en todo momento la realización de los controles a que se refiere el apartado 1.».

5) El artículo 16 se sustituirá por el texto siguiente:

«Artículo 16

#### Pago de la ayuda

La autoridad competente pagará la ayuda a más tardar el 31 de agosto siguiente al final de la campaña que esté en curso.».

6) La letra c) del apartado 1 del artículo 29 se sustituirá por el texto siguiente:

«c) la indicación cifrada que registre a una temperatura de 20 °C el refractómetro, utilizado conforme al método contemplado en el anexo del Reglamento (CEE) n° 558/93. Se admitirá una tolerancia de 0,5 en el mosto de uva y de 1 en el mosto de uva concentrado y en el mosto de uva concentrado rectificado.».

7) El apartado 2 del artículo 34 se sustituye por el siguiente:

«2. Sin perjuicio de lo dispuesto en el apartado 6, los productos objeto del contrato sólo podrán someterse a los tratamientos o a los procedimientos enológicos necesarios

para su buena conservación. Se admitirá una variación del volumen estipulado en el contrato. Esta variación será del 2 % en el vino y del 3 % en el mosto de uva, el mosto de uva concentrado y el mosto de uva concentrado rectificado. Cuando haya habido un cambio de cubas, la variación admitida se eleva a 3 % e 4 % respectivamente.».

8) Se añadirá el artículo 35 bis siguiente:

«Artículo 35 bis

#### Controles

1. Las autoridades competentes de los Estados miembros adoptarán las medidas de control necesarias para comprobar la identidad y el volumen del producto objeto del contrato y el cumplimiento de las disposiciones del artículo 34.

2. Los productores estarán obligados en todo momento a permitir la realización de los controles a que se refiere el apartado 1.».

9) El artículo 37 se sustituirá por el texto siguiente:

«Artículo 37

#### Pago de la ayuda

1. La autoridad competente pagará la ayuda en un plazo de tres meses a partir de la fecha de vencimiento del contrato de almacenamiento.

2. En caso de que se ponga término al contrato conforme al artículo 33 o 35, la ayuda que se abonará será proporcional a la duración efectiva del contrato. La autoridad competente pagará la ayuda en un plazo de tres meses a partir de la fecha en que se haya puesto término al contrato.».

10) El artículo 38 se sustituirá por el texto siguiente:

«Artículo 38

#### Concesión de un anticipo

1. Los productores podrán solicitar un anticipo a condición de haber constituido una garantía en favor de la autoridad competente por un importe igual al 120 % del importe del anticipo. Sin perjuicio de lo dispuesto en el artículo 32, el importe del anticipo se calculará basándose en el de la ayuda que corresponda al producto, según lo dispuesto en el artículo 25.

2. La autoridad competente abonará el anticipo a más tardar tres meses después de que se haya acreditado la constitución de la garantía.

3. En cuanto la autoridad competente abone la ayuda, se procederá a liberar la garantía a que se refiere el apartado 1.

En caso de que, de acuerdo con lo dispuesto en la letra a) del apartado 1 del artículo 36, la ayuda no sea pagadera, la garantía se ejecutará en su totalidad.

En los casos en que la aplicación de la letra b) del apartado 1 del artículo 36 dé lugar a que el importe de la ayuda sea inferior al anticipo ya abonado, se restará al monto de la garantía un 120 % del importe pagado que rebase la ayuda debida. La garantía así reducida se liberará a más tardar tres meses después del día de vencimiento del contrato.

En caso de aplicación de lo dispuesto en el inciso i) del apartado 5 del artículo 29, los Estados miembros realizarán los ajustes necesarios.»

- 11) El párrafo tercero del artículo 43 se sustituirá por el texto siguiente:
- «En el contexto de la aplicación de las destilaciones a que se refiere el presente título, los Estados miembros adoptarán las medidas necesarias para garantizar el cumplimiento de la obligación mencionada en el párrafo segundo.»
- 12) El artículo 45 se modificará del modo siguiente:
- a) en el apartado 1, se añadirá el párrafo segundo siguiente:
- «Los Estados miembros podrán disponer que la entrega se efectúe antes de la fecha indicada en el párrafo primero.»;
- b) se suprimirá el apartado 2.
- 13) El inciso ii) de la letra a) del apartado 3 del artículo 46 se sustituirá por el texto siguiente:
- «ii) en la zona vitícola C: 2 litros de alcohol puro, adquirido o en potencia, por cada 100 kilogramos cuando procedan de variedades de vid que en la clasificación de la unidad administrativa considerada figuren como variedades distintas de las de vinificación; 2,8 litros de alcohol puro, adquirido o en potencia, por cada 100 kilogramos, cuando procedan de variedades que en la clasificación de la unidad administrativa considerada figuren únicamente como variedades de uva de vinificación.».
- 14) El artículo 48 se sustituirá por el texto siguiente:
- «Artículo 48
- Ayuda pagadera al destilador**
1. El importe de la ayuda contemplada en la letra a) del apartado 11 del artículo 27 del Reglamento (CE) nº 1493/1999, por % vol. de alcohol y hectolitro de producto obtenido por destilación, queda fijado del modo siguiente:
- a) alcohol neutro:
- de orujo: 0,8453 euros,
  - de vino y lías: 0,4106 euros;
- b) aguardiente de orujo, destilados y alcohol bruto de orujo con un grado alcohólico volumétrico mínimo de 52 % vol.: 0,3985 euros;
- c) aguardiente de vino y alcohol bruto de vino y lías: 0,2777 euros.
- En caso de que el destilador demuestre que el destilado o el alcohol bruto que haya obtenido destilando orujo no se ha utilizado como aguardiente de orujo, se le abonará un importe suplementario de 0,3139 euros por % vol. y hectolitro.
2. No se abonará ninguna ayuda por las cantidades de vino entregadas para la destilación que sobrepasen en más de un 2 % la obligación del productor prevista en el artículo 45.».
- 15) El artículo 49 se modificará del modo siguiente:
- a) el apartado 2 se sustituirá por el texto siguiente:
- «2. Los productores que, en la campaña de producción de que se trate, tengan una producción de vino o de mosto de 25 hectolitros o menos, obtenida por ellos mismos en sus instalaciones personales, podrán no efectuar entregas.»;
- b) se añadirá el apartado 4 siguiente:
- «4. En aplicación del apartado 8 del artículo 27 del Reglamento (CE) nº 1493/1999, los Estados miembros podrán disponer, para todo su territorio o una parte del mismo, que los productores que no rebasen una producción dada, obtenida por ellos mismos en sus instalaciones personales, puedan cumplir la obligación de entrega de los subproductos contemplados en los apartados 3 y 6 de ese mismo artículo mediante la retirada de esos productos, bajo control. No obstante, esa producción no podrá ser superior a 80 hectolitros de vino o de mosto.».
- 16) El primer párrafo del artículo 58 se sustituirá por el texto siguiente:
- «Los productores sujetos a alguna de las obligaciones de entrega mencionadas en los artículos 45 y 54 que hayan entregado, a más tardar el 15 de julio de la campaña en curso, al menos el 90 % de la cantidad de producto correspondiente a su obligación, podrán cumplir esta obligación entregando la cantidad restante antes de una fecha que fijará la autoridad competente del Estado miembro. Esta fecha no podrá ser posterior al 31 de julio de la campaña siguiente.».
- 17) El artículo 60 se modificará del modo siguiente:
- a) en el apartado 5, se añadirá el párrafo segundo siguiente:
- «En la destilación contemplada en el artículo 28 del Reglamento (CE) nº 1493/1999, y en caso de que el Estado miembro haga uso de la posibilidad de establecer diferencias en el precio de compra en función del rendimiento por hectárea, establecida en el apartado 2 del artículo 55, el plazo a que se refiere el párrafo primero será de siete meses.»;
- b) se suprimirá el apartado 6.
- 18) El artículo 62 se modificará del modo siguiente:
- a) el apartado 2 se sustituirá por el texto siguiente:
- «2. El precio pagadero al destilador por la autoridad competente por el producto entregado queda fijado del modo siguiente, en % vol. de alcohol y por hectolitro:
- a) destilación contemplada en el artículo 27 del Reglamento (CE) nº 1493/1999:
- alcohol bruto de orujo: 1,872 euros,
  - alcohol bruto de vino y lías: 1,437 euros;
- b) destilación contemplada en el artículo 28 del Reglamento (CE) nº 1493/1999:
- alcohol bruto de vino: 1,799 euros.
- Cuando el alcohol se almacene en las instalaciones en las que se haya obtenido, estos precios se reducirán en 0,5 euros por hectolitro de producto.»;
- b) se suprimirá el apartado 3.

19) En el apartado 1 del artículo 67 se añadirá el párrafo tercero siguiente:

«El anticipo sobre el precio que debe abonar el organismo de intervención al destilador, que puede fijarse en el contexto de la aplicación de la destilación indicada en el artículo 30 del Reglamento (CE) n° 1493/1999, se asimilará a las ayudas contempladas en el párrafo segundo.».

20) Se suprimirá el apartado 2 del artículo 73.

21) El artículo 74 se modificará del modo siguiente:

a) el apartado 4 se sustituye por el siguiente:

«4. El organismo de intervención cobrará al productor un importe igual a la totalidad o a una parte de la ayuda o del anticipo que esté previsto abonar al destilador cuando el productor no cumpla las condiciones previstas por la normativa comunitaria para la destilación considerada por una de las razones siguientes:

a) no haber presentado en los plazos fijados la declaración de cosecha, de producción o de existencias;

b) haber presentado una declaración de cosecha, de producción o de existencias que la autoridad competente del Estado miembro considere incompleta o inexacta, cuando los datos que falten o que sean inexactos resulten esenciales para la aplicación de la medida;

c) no haber satisfecho las obligaciones fijadas en el artículo 37 del Reglamento (CE) n° 1493/1999, cuando la violación haya sido constatada o notificada al destilador después del pago del precio mínimo sobre la base de declaraciones anteriores.

En el supuesto contemplado en la letra a) del párrafo primero, el importe que habrá de cobrarse se determinará conforme a lo establecido en el artículo 12 del Reglamento (CE) n° 1282/2001 de la Comisión (\*).

En el supuesto contemplado en la letra b) del párrafo primero, el importe que habrá de cobrarse se determinará conforme a lo establecido en el artículo 13 del Reglamento (CE) n° 1282/2001.

En el supuesto contemplado en la letra c) del párrafo primero, el importe que habrá de cobrarse corresponderá a la totalidad de la ayuda o del anticipo abonado al destilador.

(\* DO L 176 de 29.6.2001, p. 14.);

b) se añadirá el apartado 5 siguiente:

«5. Si se comprueba que el destilador no ha pagado al productor el precio de compra en el plazo fijado en el apartado 7 del artículo 65, el organismo de intervención abonará al productor un importe equivalente al de la ayuda o al del anticipo antes del 1 de junio siguiente a la campaña de que se trate, en su caso, por mediación del organismo de intervención del Estado miembro del productor. En este caso, no se abonará ayuda alguna al destilador.».

22) El artículo 86 se sustituirá por el texto siguiente:

«Artículo 86

### Convocatoria de la licitación

Siguiendo el procedimiento previsto en el artículo 75 del Reglamento (CE) n° 1493/1999, la Comisión podrá convocar cada trimestre una o varias licitaciones con vistas a la exportación de alcohol a determinados terceros países para uso final exclusivo en el sector de los carburantes. Dicho alcohol deberá importarse y deshidratarse en un tercer país y utilizarse únicamente en un tercer país en el sector de los carburantes.».

23) El artículo 91 se modificará del modo siguiente:

a) el párrafo tercero del apartado 7 se sustituirá por el texto siguiente:

«En el albarán de retirada se indicará la fecha límite en la que deberá efectuarse la retirada material del alcohol de los almacenes del organismo de intervención. El plazo para la retirada no podrá ser de más de ocho días a partir de la fecha de expedición del albarán de entrega. No obstante, cuando el albarán de retirada se refiera a más de 25 000 hectolitros, ese plazo podrá ser de más de ocho días, si bien no superior a quince.»;

b) el apartado 10 se sustituirá por el texto siguiente:

«10. La retirada material del alcohol de los almacenes del organismo de intervención deberá efectuarse en el plazo que se fije según el procedimiento previsto en el artículo 75 del Reglamento (CE) n° 1493/1999 cuando se convoque la licitación.».

24) El apartado 6 del artículo 93 se sustituirá por el texto siguiente:

«6. La retirada material del alcohol de los almacenes del organismo de intervención deberá efectuarse en el plazo que se fije según el procedimiento previsto en el artículo 75 del Reglamento (CE) n° 1493/1999 cuando se convoque la venta pública.».

25) Se suprimirá el apartado 3 del artículo 95.

26) En el artículo 101, se añadirá el apartado 4 siguiente:

«4. Sin perjuicio de lo establecido en el apartado 1, cuando se dé salida al alcohol para uso exclusivo en el sector de los carburantes en terceros países, los controles sobre su utilización efectiva se realizarán hasta el momento de la mezcla del alcohol con un desnaturalizante en el país de destino.

Cuando se dé salida al alcohol para utilizarlo como bioetanol en la Comunidad, esos controles se realizarán hasta el momento de la recepción del alcohol por una empresa petrolera que utilice bioetanol o por la empresa autorizada a que se refiere el artículo 92, en caso de que la vigilancia a que se refiere el párrafo tercero esté garantizada desde el momento de la recepción del alcohol vínico por esa empresa.

En los casos previstos en los párrafos primero y segundo, el alcohol deberá permanecer bajo vigilancia de un organismo oficial que garantice su utilización en el sector de los carburantes, en virtud de un régimen fiscal especial que obliga a ese uso final.».

27) En el título IV, se añadirá el artículo 102 *bis* siguiente:

«Artículo 102 *bis*

#### **Inaplicación de los plazos de pago**

No obstante lo dispuesto sobre los plazos de pago fijados a la autoridad competente de los Estados miembros en virtud del presente Reglamento, en caso de que dicha autoridad tenga dudas fundadas sobre el derecho a la ayuda, efectuará los controles necesarios y sólo procederá al pago cuando se hayan disipado tales dudas.»

28) El artículo 103 se sustituirá por el texto siguiente:

«Artículo 103

#### **Comunicaciones a la Comisión**

1. Con relación a las ayudas al almacenamiento privado de vino y mosto contempladas en el capítulo I del título III del Reglamento (CE) n° 1493/1999, los Estados miembros comunicarán lo siguiente:

a) a más tardar, el 31 de diciembre de la campaña siguiente a aquélla en que se hayan celebrado los contratos, las cantidades de mosto de uva transformadas en mosto de uva concentrado o en mosto de uva concentrado rectificado durante el periodo de validez del contrato, así como las cantidades obtenidas;

b) a más tardar, el 5 de marzo de la campaña que esté en curso, las cantidades de productos contratadas a 16 de febrero.

2. Con relación a las destilaciones contempladas en los artículos 27, 28 y 30 del Reglamento (CE) n° 1493/1999, los Estados miembros comunicarán lo siguiente al final de los meses de octubre, diciembre, febrero, abril, junio y agosto:

a) las cantidades de vino, lías de vino y vino alcoholizado destiladas en los dos meses anteriores;

b) las cantidades de alcohol, desglosadas en alcohol neutro, alcohol bruto y aguardiente,

- producidas durante el período anterior,
- recibidas por los organismos de intervención durante el período anterior,
- sacadas al mercado por los organismos de intervención durante el período anterior, así como la parte de esas cantidades exportada y los precios de venta aplicados,
- que obraban en poder de los organismos de intervención al final del período anterior.

3. Con relación a la salida al mercado del alcohol que obre en poder de los organismos de intervención, contemplado en el artículo 31 del Reglamento (CE) n° 1493/1999, los Estados miembros comunicarán lo siguiente al final de cada mes:

a) las cantidades de alcohol retiradas físicamente el mes anterior de resultas de una licitación;

b) las cantidades de alcohol retiradas físicamente el mes anterior de resultas de una venta pública.

4. Con relación a la destilación contemplada en el artículo 29 del Reglamento (CE) n° 1493/1999, los Estados miembros comunicarán lo siguiente al final de cada mes:

- a) las cantidades de vino destiladas el mes anterior;
- b) las cantidades de alcohol por las que se haya concedido la ayuda accesoria el mes anterior.

5. Con relación a las ayudas para la elaboración de mosto concentrado y mosto concentrado rectificado utilizado para aumentar el grado alcohólico contempladas en el artículo 34 del Reglamento (CE) n° 1493/1999, los Estados miembros comunicarán lo siguiente, a más tardar el 31 de diciembre de la campaña siguiente a aquélla que esté en curso:

- a) el número de productores que hayan recibido la ayuda;
- b) las cantidades de vino que hayan sido objeto de aumento artificial del grado alcohólico;
- c) las cantidades de mosto de uva concentrado y mosto de uva concentrado rectificado que se hayan utilizado con ese fin, expresadas en % vol. en potencia y por hectolitro y desglosadas por zonas vitícolas de procedencia.

6. Con relación a las ayudas para la elaboración de zumo de uva y otros productos comestibles obtenidos a partir de ese zumo de uva, contempladas en la letra a) del apartado 1 del artículo 35 del Reglamento (CE) n° 1493/1999, los Estados miembros comunicarán lo siguiente, a más tardar el 30 de abril respecto de la campaña anterior:

- a) las cantidades de materia prima por las que se haya solicitado una ayuda, desglosadas según su naturaleza;
- b) las cantidades de materia prima por las que se haya concedido una ayuda, desglosadas según su naturaleza.

7. Con relación a las ayudas para la elaboración de determinados productos en el Reino Unido e Irlanda, contempladas en las letras b) y c) del apartado 1 del artículo 35 del Reglamento (CE) n° 1493/1999, los Estados miembros comunicarán lo siguiente, a más tardar el 30 de abril respecto de la campaña anterior:

- a) las cantidades de mosto de uva y mosto de uva concentrado por las que se haya solicitado una ayuda, desglosadas según la zona vitícola de procedencia;
- b) las cantidades de mosto de uva y mosto de uva concentrado por las que se haya concedido una ayuda, desglosadas según la zona vitícola de procedencia;
- c) los precios pagados por los elaboradores y agentes económicos por el mosto de uva y el mosto de uva concentrado.

8. Los Estados miembros comunicarán lo siguiente:

a) a más tardar, el 30 de abril respecto de la campaña anterior, los casos en los que los destiladores o los elaboradores de vino alcoholizado no hayan cumplido sus obligaciones y las medidas adoptadas al respecto;

b) diez días antes del final de cada trimestre, el curso dado a las solicitudes de aplicación de la cláusula de fuerza mayor y las medidas adoptadas al respecto por las autoridades competentes, en los casos contemplados en el presente Reglamento.»

29) El título del anexo I se sustituirá por el texto siguiente:

«Cuadro de correspondencia entre el grado alcohólico en potencia y las indicaciones cifradas registradas a la temperatura de 20 °C en el refractómetro, utilizado según el método establecido en el anexo del Reglamento (CEE) n° 558/93.».

30) El anexo IV se sustituirá por el que figura en el anexo del presente Reglamento.

#### Artículo 2

El presente Reglamento entrará en vigor el día de su publicación en el *Diario Oficial de la Unión Europea*.

Los puntos 7), 16), 19), 20), 21) y 29) del artículo 1 se aplicarán desde el 1 de agosto de 2000.

Los puntos 1), 2), 3), 4), 5), 6), 8), 9), 10), 11), 12), 13), 14), 15), 17), 18), 27) y 28) del artículo 1 se aplicarán a partir del 1 de agosto de 2003.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 2 de abril de 2003.

*Por la Comisión*

Franz FISCHLER

*Miembro de la Comisión*

---

## ANEXO

## «ANEXO IV

**MÉTODO COMUNITARIO DE ANÁLISIS DEL ALCOHOL NEUTRO**

## I. ASPECTOS GENERALES

Para la aplicación del presente anexo:

- a) el límite de repetibilidad representa el valor por debajo del cual está situado, con una probabilidad especificada, el valor absoluto de la diferencia de dos resultados individuales obtenidos a partir de medidas efectuadas en las mismas condiciones (mismo operador, mismo aparato, mismo laboratorio y corto intervalo de tiempo);
- b) el límite de reproducibilidad representa el valor por debajo del cual está situado, con una probabilidad especificada, el valor absoluto de la diferencia de dos resultados individuales obtenidos en condiciones diferentes (operadores diferentes, aparatos diferentes y/o laboratorios diferentes, y/o épocas diferentes).

El término "resultado individual" es el valor obtenido cuando se aplica, una vez y por completo, el método de ensayo normalizado en una sola muestra. En ausencia de indicación, la probabilidad es del 95 %.

## II. MÉTODOS

**Introducción**

## 1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS DESTINADAS A ANÁLISIS

## 1.1. Generalidades.

El volumen de la muestra destinada a análisis será normalmente de 1,5 l, salvo que alguna determinación específica exija la toma de una muestra mayor.

## 1.2. Preparación de la muestra.

Deberá homogeneizarse antes del análisis (muestra media).

## 1.3. Conservación de la muestra.

La muestra preparada deberá permanecer en todo momento en un recipiente estanco al aire y a la humedad y conservarse en condiciones que impidan cualquier deterioro; en ningún caso deberán entrar en contacto directo con el alcohol los tapones de corcho, caucho o plástico, y la utilización de lacre está expresamente prohibida.

## 2. REACTIVOS

## 2.1. Agua.

2.1.1. Siempre que sea preciso utilizar agua para preparar una solución, para diluir o para lavar, se utilizará agua destilada o desmineralizada con una pureza como mínimo equivalente a la destilada.

2.1.2. Siempre que se hable de "solución" o de "dilución" sin proporcionar ningún otro dato, se entenderá que se trata de una solución acuosa.

## 2.2. Productos químicos.

Salvo indicación en contrario, todos los productos químicos deberán tener la pureza propia de los productos para análisis.

## 3. INSTRUMENTAL

## 3.1. Lista de aparatos.

La lista de aparatos incluye únicamente aquellos destinados a una utilización específica o los que corresponden a unos requisitos particulares.

## 3.2. Balanza analítica.

Se considerarán como tales las balanzas con una sensibilidad de 0,1 mg como mínimo.

#### 4. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

##### 4.1. Resultados.

El resultado mencionado en el informe de análisis será la media de al menos dos determinaciones que hayan podido realizarse con una repetibilidad (factor r) satisfactoria.

##### 4.2. Cálculo de los resultados.

Salvo indicación en contrario, los resultados deberán calcularse en gramos por hectolitro de etanol a 100 % vol.

##### 4.3. Número de cifras significativas.

El resultados no deberá incluir más cifras significativas que las correspondientes a la precisión del método empleado.

### **Método nº 1: Determinación del contenido en alcohol**

El grado alcohólico volumétrico expresado en porcentaje se determinará con arreglo a las disposiciones nacionales en vigor o, en caso de impugnación, con la ayuda de los alcoholómetros y densímetros definidos en la Directiva 76/765/CEE del Consejo, de 27 de julio de 1976, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre los alcoholímetros y densímetros para alcohol <sup>(1)</sup>.

El grado alcohólico volumétrico se expresará en % vol con arreglo a la Directiva 76/766/CEE del Consejo, de 27 de julio de 1976, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre tablas alcoholimétricas <sup>(2)</sup>.

### **Método nº 2: Evaluación del color y la transparencia**

#### 1. CAMPO DE APLICACIÓN

El método permite evaluar el color y la transparencia del alcohol neutro.

#### 2. DEFINICIÓN

Se entenderá por color y transparencia el color y transparencia de la muestra determinados por el método especificado.

#### 3. PRINCIPIO

El color y la transparencia se evaluarán visualmente, por comparación con el agua sobre un fondo blanco y otro negro.

#### 4. INSTRUMENTAL

Probetas incoloras de cristal, de al menos 40 cm de altura.

#### 5. FORMA DE OPERAR

Colocar dos probetas (punto 4) sobre el fondo blanco o negro e introducir en una de ellas una cantidad de muestra que alcance una altura de unos 40 cm; introducir en la otra agua hasta la misma altura.

Observar la muestra desde arriba, es decir, según el eje longitudinal de la probeta, y compararla con el tubo patrón.

<sup>(1)</sup> DO L 262 de 27.9.1976, p. 143.

<sup>(2)</sup> DO L 262 de 27.9.1976, p. 149.

## 6. INTERPRETACIÓN

Evaluar el color y la transparencia de la muestra observándola de la forma descrita en el punto 5.

**Método nº 3: Determinación del tiempo de decoloración de una solución de permanganato**

## 1. CAMPO DE APLICACIÓN

El método sirve para determinar el tiempo que tarda el alcohol neutro en decolorar una solución de permanganato.

## 2. DEFINICIÓN

El tiempo de decoloración de una solución de permanganato, determinado por el método especificado, es el número de minutos necesario para que la coloración de la muestra se haga idéntica a la del patrón tras la adición de 1 ml de una solución de permanganato potásico de 1 mmol/l a 10 ml de muestra.

## 3. PRINCIPIO

Se determina el tiempo necesario para que el color de la muestra, tras la adición de la solución de permanganato potásico, sea idéntico al del patrón, y dicho tiempo se denomina tiempo de decoloración de una solución de permanganato.

## 4. REACTIVOS

4.1. Solución de permanganato potásico de 1 mmol/l; deberá prepararse inmediatamente antes de su empleo.

4.2. Solución colorante A (roja).

— Pesar con exactitud 59,50 g de  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ;

— mezclar 25 ml de ácido clorhídrico ( $\rho^{20} = 1.19 \text{ g/ml}$ ) y 975 ml de agua;

— verter la cantidad pesada de cloruro de cobalto en un matraz aforado de 1 000 ml, ayudándose con una parte de la mezcla de agua y ácido clorhídrico, y añadir a 20 °C el resto de la mezcla hasta el enrase.

4.3. Solución colorante B (amarilla).

— Pesar con exactitud 45,00 g de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ;

— mezclar 25 ml de HCl ( $\rho^{20} = 1.19 \text{ g/ml}$ ) y 975 ml de agua y proceder con la cantidad pesada de cloruro de hierro de la misma manera que en el caso de la solución colorante A.

4.4. Solución patrón de coloración.

Poner con una pipeta 13 ml de la solución colorante A y 5,5 ml de la solución colorante B en un matraz aforado de 100 ml; añadir agua a 20 °C hasta el enrase.

*Observación:*

Las soluciones A y B se pueden conservar varios meses en un ambiente frío y oscuro a 4 °C, y se deberá preparar un nuevo patrón de coloración cada cierto tiempo.

## 5. INSTRUMENTAL

5.1. Tubos Nessier de 100 ml en vidrio transparente incoloro graduado a 50 ml, con tapón de vidrio esmerilado o tubos de ensayo incoloros con un diámetro de unos 20 mm.

5.2. Pipetas de 1, 2, 5, 10 y 50 ml.

5.3. Termómetro con escala hasta 50 °C, con divisiones de 0,1 o 0,2 °C.

5.4. Balanza analítica.

5.5. Baño de agua termostático regulable a 20 °C  $\pm$  0,5 °C.

5.6. Matraces aforados de 1 000 ml y 100 ml con tapón de vidrio esmerilado.

## 6. FORMA DE OPERAR

- 6.1. — Introducir con una pipeta 10 ml de muestra en un tubo de ensayo o 50 ml en un tubo Nessier.
  - Introducirlo en el baño termostático a 20 °C.
  - Añadir 1 ml o 5 ml, según la cantidad de la muestra utilizada de la solución de  $\text{KMnO}_4$  de 1 mmol/l, mezclar y dejar reposar en el baño termostático a 20 °C.
  - Apuntar la hora de comienzo.
  - Introducir 10 ml del patrón de coloración en un tubo de ensayo con el mismo diámetro o 50 ml de solución patrón en un tubo Nessier.
  - Observar el cambio de coloración de la muestra y comparar de vez en cuando con el patrón de coloración sobre un fondo blanco.
  - Anotar el tiempo pasado hasta que la muestra haya alcanzado el mismo color que el patrón de coloración.

### Observación:

Durante el ensayo, la muestra no podrá exponerse directamente a la luz del sol.

## 7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

### 7.1. Interpretación.

El tiempo de decoloración es el tiempo necesario para que el color del tubo que contiene la muestra se vuelva idéntico al del tubo que contiene el patrón. Para un alcohol neutro esta duración debe ser al menos 18 minutos a la temperatura de 20 °C.

### 7.2. Repetibilidad.

La diferencia entre los tiempos de decoloración de dos ensayos practicados simultáneamente o en sucesión rápida con la misma muestra por el mismo analista y en condiciones idénticas no debe ser superior a 2 minutos.

## 8. NOTAS

- 8.1. La presencia de trazas de dióxido de manganeso ejerce un efecto catalizador sobre la reacción; hay que asegurarse de que las pipetas y tubos de ensayo utilizados se someten a una limpieza escrupulosa y sólo se utilizan para este fin. Limpiar dichos instrumentos con ácido clorhídrico y aclararlos cuidadosamente con agua; el vidrio no debe presentar ninguna traza de color pardo.
- 8.2. Conviene que se controle cuidadosamente la calidad del agua utilizada para preparar la solución de permanganato diluido (4.1); dicha agua no debe consumir permanganato. Si no se puede contar con la calidad necesaria, hervir agua destilada y añadir una pequeña cantidad de permanganato hasta obtener así una leve coloración rosa. Esta solución debe refrigerarse a continuación para utilizarla en la dilución.
- 8.3. Determinadas muestras pueden decolorarse sin pasar por el tono exacto de la solución de referencia.
- 8.4. La prueba del permanganato resultará falseada si la muestra de alcohol que se va a utilizar para el análisis no se ha guardado en un recipiente de vidrio cuidadosamente limpio y cerrado con un tapón de vidrio esmerilado enjuagado previamente con alcohol o bien con un tapón rodeado de estaño o de aluminio.

### Método nº 4: Determinación del contenido en aldehídos

#### 1. CAMPO DE APLICACIÓN

El método se aplica a la determinación del contenido en aldehídos, expresado como acetaldehído, en el alcohol neutro.

#### 2. DEFINICIÓN

El contenido en aldehídos, expresado en acetaldehído, es el determinado por el método especificado.

## 3. PRINCIPIO

Se compara el color que toma la muestra tras reacciones con el reactivo de Schiff con el color de soluciones patrón cuyos contenidos en acetaldehído sean conocidos.

## 4. REACTIVOS

Clorhidrato de p-rosanilina (fucsina básica).

Sulfito sódico o metabisulfito anhidro.

Ácido clorhídrico con una densidad de  $\rho^{20} = 1,19$  g/ml.

Carbón activo en polvo.

Solución de almidón preparada con 1 g de almidón soluble y 5 mg de  $HgI_2$  (conservación) dispersados en un poco de agua fría; se añadirán 500 ml de agua hirviendo y se dejará hervir durante 5 minutos; una vez enfriada, se filtrará.

Solución de yodo de 0,05 mol/l.

1-aminoetanol  $CH_3 \cdot CH(NH_2) OH$  (PM 61,08)

Preparación del reactivo de Schiff:

- disolver 5,0 g de clorhidrato de p-rosanilina en polvo en aproximadamente 1 000 ml de agua caliente en un matraz aforado de 2 000 ml;
- en su caso, mantener en el baño que se haya disuelto totalmente;
- disolver 30 g de sulfito sódico (o una cantidad equivalente de metabisulfito sódico) anhidro en unos 200 ml de agua y añadir la mezcla a la solución de p-rosanilina una vez fría;
- dejar reposar unos 10 minutos;
- añadir 60 ml de ácido clorhídrico ( $\rho^{20} = 1,19$  g/ml);
- una vez que la solución se haya decolorado (se puede ignorar la permanencia de un ligero color pardo), añadir agua hasta la marca del aforo;
- en caso de que sea necesario, filtrar utilizando un filtro de pliegues con un poco de carbón activo para que la solución quede incolora.

Notas:

- 1) El reactivo de Schiff deberá prepararse como mínimo 14 días antes de su utilización.
- 2) El contenido de  $SO_2$  libre en el reactivo deberá situarse entre 2,8 y 6,0 mmol/100 ml y su pH debe ser igual a 1.

Determinación del contenido en  $SO_2$  libre.

- Introducir con una pipeta 10 ml de reactivo de Schiff en un matraz Erlenmeyer de 250 ml;
- añadir 200 ml de agua;
- agregar 5 ml de solución de almidón;
- valorar con ayuda de una solución de yodo de 0,05 ml/l hasta que vire el almidón;

si el contenido de  $SO_2$  libre se sitúa fuera de los límites establecidos:

- se aumentará añadiendo una cantidad adecuada de metabisulfito sódico (0,126 g  $Na_2SO_3$ /100 ml) de reactivo por cada mmol de  $SO_2$  que falte.
- (o se reducirá haciendo borbotear aire en el reactivo).

Cálculo del  $SO_2$  libre en el reactivo:

mmol de  $SO_2$  libre/100 ml de reactivo

$$= \frac{\text{ml utilizados de solución de yodo (0,05 mol/l)} \cdot 3,2 \cdot 100}{64 \cdot 10}$$

$$= \frac{\text{ml utilizados de solución de yodo (0,05 mol/l)}}{2}$$

Nota importante:

En el caso que se empleen otras modalidades de preparación del reactivo de Schiff conviene verificar la sensibilidad del reactivo que debe ser tal que durante el ensayo:

- ninguna coloración debe aparecer con el alcohol testigo exento de aldehídos;
- la coloración rosa debe ser perceptible a partir de 0,1 g de acetaldehído/Hl de alcohol a 100 % vol.

## 3) Purificación del 1-aminoetanol comercial.

- disolver completamente 5 g de 1-aminoetanol en unos 15 ml de etanol;
- agregar 50 ml de éster etílico anhidro (precipitación del 1-aminoetanol);
- colocar en el refrigerador durante varias horas;
- separar los cristales por filtración y lavar con éster etílico anhidro;
- secar durante 3 o 4 horas en desecador, en condiciones de ligero vacío y en presencia de ácido sulfúrico.

*Nota:*

el 1-aminoetanol purificado debe ser blanco; si no lo fuera, deberá repetirse la recristalización.

## 5. INSTRUMENTAL

5.1. Tubos especiales de 20 ml provistos de tapones de vidrio esmerilado.

5.2. Pipetas de 1, 2, 3, 4, 5 y 10 ml.

5.3. Baño de agua termostático regulable a  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

5.4. Espectrofotómetro con cubetas de 50 mm de espesor.

## 6. FORMA DE OPERAR

6.1. Observación previa.

Para poder determinar el contenido en aldehídos según este método, el contenido en alcohol de la muestra deberá ser de un mínimo de 90,0 % vol. En caso de que no se alcance este valor, se aumentará dicho contenido en alcohol añadiendo la correspondiente cantidad de etanol libre de aldehídos.

6.2. Curva patrón.

- pesar en la balanza analítica 1,3860 g exactos de 1-aminoetanol anhidro (= 1,0000 g acetaldehído);
- transvasar con alcohol exento de aldehídos a un matraz aforado de 1 000 ml y enrasar a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  hasta alcanzar la marca del aforo. La solución contiene 1 g de acetaldéhidido por litro;
- efectuar la serie de disoluciones en dos fases para obtener 10 soluciones patrón con un contenido que vaya de 0,1 hasta 1,0 mg de acetaldéhidido por 100 ml de solución;
- determinar los valores de absorbencia de estas soluciones patrón con arreglo al punto 6.3. y representar gráficamente.

6.3. Determinación del contenido en aldehídos.

- introducir con una pipeta 5 ml de muestra en un tubo especial;
- mezclar con 5 ml de agua y mantener a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- preparar paralelamente el blanco con 5 ml de alcohol de 96 vol libre de aldehídos, añadir 5 ml de agua y mantener a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- finalmente, añadir 5 ml de reactivo de Schiff a cada tubo de ensayo, cerrar con el tapón esmerilado y agitar bien;
- mantener durante 20 minutos en el baño de agua a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- verter los contenidos en las cubetas;
- determinar la absorbencia a 546 nm.

*Notas:*

- 1) Para determinar los valores de los aldehídos es necesario comprobar en cada prueba la validez de la curva patrón mediante la comparación con soluciones de ensayo; de otro modo, deberá prepararse de nuevo la curva patrón.
- 2) El blanco deberá ser siempre incoloro.

## 7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

## 7.1. Fórmula y método de cálculo.

Trazar la curva que representa la absorbencia en función del contenido en acetaldehído y determinar sobre la misma el contenido de la muestra.

El contenido en aldehídos, expresado como acetaldehído, en g/hl de etanol 100 % vol, viene dado por la fórmula:

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

en la que:

A = contenido en acetaldehído de la muestra expresado en g/hl y determinado por referencia a la curva patrón.

T = grado alcohólico volumétrico de la muestra determinado según el método nº 1.

## 7.2. Repetibilidad.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida, por el mismo analista, con la misma muestra y en condiciones idénticas, no debe exceder de 0,1 g de aldehído por hl de etanol 100 % vol.

**Método nº 5: Determinación del contenido en alcoholes superiores**

## 1. CAMPO DE APLICACIÓN

Se trata de un método de determinación del contenido en alcoholes superiores en el alcohol neutro, expresado como 2-metil-1-propanol.

## 2. DEFINICIÓN

El contenido en alcoholes superiores expresado como 2-metil-1-propanol es el determinado por el método especificado.

## 3. PRINCIPIO

A 560 nm, con una corrección para tener en cuenta la posible presencia de aldehídos en la muestra, se determinan las absorbencias de los complejos coloreados que resultan de la reacción de los alcoholes superiores con un aldehído aromático en ácido sulfúrico caliente (reacción de Komarowsky) y se comparan con el color obtenido por reacción del 2-metil-1-propanol en las mismas condiciones.

## 4. REACTIVOS

4.1. Solución de aldehído salicílico al 1 % en peso, preparada por adición de 1 g de aldehído salicílico a 99 g de etanol al 96 % vol (exento de aceite de fusel).

4.2. Ácido sulfúrico concentrado ( $\rho^{20} = 1,84$  g/ml).

4.3. 2-metil-1-propanol

4.4. Soluciones patrón de 2-metil-1-propanol

Diluir el 2-metil-1-propanol (4.3) en solución acuosa de etanol al 96 % vol para obtener una serie de soluciones patrón que contengan respectivamente 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 y 1,0 g de 2-metil-1-propanol por hl de solución.

4.5. Soluciones patrón de acetaldehído.

La solución patrón de acetaldehído se prepara como se ha descrito para el método 4 en el punto 6.2.

4.6. Etanol al 96 % vol, exento de alcoholes superiores y de aldehídos.

## 5. INSTRUMENTAL

- 5.1. Espectrofotómetro UV-VIS- que permita determinar la absorbencia de soluciones a 560 nm;
- 5.2. Cubetas de 10, 20 y 50 mm de espesor.
- 5.3. Baño termostático de agua que puede ser regulado a  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- 5.4. Tubos pyrex o similares con boca esmerilada de unos 50 ml de capacidad.

## 6. FORMA DE OPERAR

## 6.1. Contenido en aldehídos.

Determinar el contenido de la muestra en aldehídos expresado como acetaldehído por el método nº 4.

## 6.2. Curva patrón: 2-metil-1-propanol.

Tomar con la pipeta 10 ml de cada una de las soluciones patrón de 2-metil-1-propanol (4.4) e introducirlos en tubos de ensayo de 50 ml con boca esmerilada, normalizado. Tomar con la pipeta 1 ml de solución de aldehído salicílico (4.1) e introducirla en los tubos; añadir 20 ml de ácido sulfúrico (4.2). Mezclar cuidadosamente el contenido de los tubos por inversión (teniendo la precaución de levantar los tapones de vez en cuando). Dejar en reposo a temperatura ambiente durante 10 minutos, y, a continuación, llevar los tubos al baño termostático (5.3) a  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Pasados 20 minutos, verter el contenido de los tubos en las cubetas del espectrofotómetro.

Exactamente 30 minutos después de haber añadido el ácido sulfúrico, determinar la absorbencia de las soluciones a 560 nm utilizando como referencia una cubeta con agua.

Representar gráficamente la absorbencia en función de la concentración de 2-metil-1-propanol.

## 6.3. Curva patrón: aldehídos.

Repetir la operación descrita en el punto 6.2 sustituyendo los 10 ml de cada una de las soluciones de 2-metil-1-propanol por 10 ml de cada una de las soluciones patrón de acetaldehído.

Llevar a un gráfico los valores de absorbencia a 560 nm en función de la concentración de acetaldehído.

## 6.4. Determinación de la muestra.

Repetir la operación descrita en el punto 6.2 sustituyendo los 10 ml de las soluciones patrón de 2-metil-1-propanol por 10 ml de la muestra.

Determinar la absorbencia de la muestra.

## 7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

## 7.1. Fórmula y método de cálculo.

7.1.1. Corregir el valor de la absorbencia de la muestra sustrayendo el valor de la absorbencia correspondiente al contenido en aldehídos de la misma (determinado a partir de la curva patrón construida con arreglo al punto 6.3).

7.1.2. Determinar el contenido en alcoholes superiores de la muestra, expresado como 2-metil-1-propanol, con ayuda de la curva patrón construida con arreglo al punto 6.2, pero utilizando el valor corregido (7.1.1).

7.1.3. El contenido de la muestra en alcoholes superiores, expresado en g de 2-metil-1-propanol por hl de etanol absoluto 100 % vol, viene dado por la siguiente fórmula:

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

en la que:

A = contenido en alcoholes superiores de la muestra, calculado según el punto 7.1.2.

T = grado alcohólico volumétrico de la muestra, determinado según el método nº 1.

## 7.2. Repetibilidad.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones realizadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, con la misma muestra y en condiciones idénticas, no debe exceder de 0,2 g/hl de etanol 100 % vol.

**Método nº 6: Determinación de la acidez total**

## 1. CAMPO DE APLICACIÓN

El método permite determinar la acidez total, expresada en ácido acético, del alcohol neutro.

## 2. DEFINICIÓN

La acidez total, expresada en ácido acético, es la determinada por el método especificado.

## 3. PRINCIPIO

Tras desgasificación, se valora la muestra con una solución patrón de hidróxido sódico y se expresa la acidez total en ácido acético.

## 4. REACTIVOS

4.1. Solución de hidróxido sódico de 0,01 mol/l y 0,1 mol/l, conservada en condiciones que reduzcan al mínimo el contacto con el aire.

4.2. Solución de carmín de índigo (A).

— Pesar 0,2 g de carmín de índigo;

— disolver en 40 ml de agua y enrasar o pesar hasta alcanzar los 100 g con etanol. Solución de rojo de fenol (B).

— Pesar 0,2 g de rojo de fenol;

— disolver en 6 ml de solución de hidróxido sódico de 0,1 mol/l en un matraz aforado de 100 ml y enrasar con agua.

## 5. INSTRUMENTAL

5.1. Bureta o valorador automático.

5.2. Pipeta de 100 ml.

5.3. Matraz de fondo redondo de 250 ml con unión esmerilada.

5.4. Refrigerante de reflujo con unión esmerilada.

## 6. PROCEDIMIENTO

— introducir con una pipeta 100 ml de muestra en el matraz de fondo redondo de 250 ml,

— añadir perlas de vidrio y calentar brevemente con el refrigerante de reflujo hasta que se produzca la ebullición,

— añadir a la solución caliente una gota de cada una de las soluciones indicadoras A y B,

— por último, valorar con solución de hidróxido sódico de 0,01 mol/l hasta que se produzca el viraje de color de amarillo verdoso a violeta.

## 7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1. Fórmula y método de cálculo.

La acidez total de la muestra, expresada en ácido acético, en g/hl de etanol de 100 % vol, viene dada por la fórmula

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

en la que:

V = número de ml de solución de hidróxido sódico de 0,01 mol/l necesarios para la neutralización.

T = grado alcohólico volumétrico de la muestra, determinado por el método nº 1.

7.2. Repetibilidad.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, con la misma muestra y en condiciones idénticas no debe exceder de 0,1 g/hl de etanol al 100 % vol.

**Método nº 7: Determinación del contenido en ésteres**

## 1. CAMPO DE APLICACIÓN

El método sirve para determinar el contenido en ésteres del alcohol neutro, expresándolo como acetato de etilo.

## 2. DEFINICIÓN

El contenido en ésteres es el determinado por el método especificado y expresado como acetato de etilo.

## 3. PRINCIPIO

En presencia de clorhidrato de hidroxilamina en solución alcalina, los ésteres reaccionan cuantitativamente para formar ácidos hidroxámicos; en presencia de cloruro férrico en solución ácida, esos ácidos forman complejos coloreados. Las absorbencias ópticas de estos complejos se miden a 525 nm.

## 4. REACTIVOS

4.1. Ácido clorhídrico de 4 mol/l.

4.2. Solución de cloruro férrico de 0,37 mol/l en ácido clorhídrico de 1 mol/l.

4.3. Solución de clorhidrato de hidroxilamina de 2 mol/l conservada en refrigerador.

4.4. Solución de hidróxido sódico de 3,5 mol/l.

4.5. Soluciones patrón de acetato de etilo con 0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 y 1,0 g de acetato de etilo por hl de etanol del 96 % vol libre de ésteres.

## 5. INSTRUMENTAL

5.1. Espectrofotómetro para medir la absorción de las soluciones con cubetas de 50 mm de espesor.

## 6. FORMA DE OPERAR

6.1. Curva patrón.

- pesar con exactitud en la balanza analítica 1,0 g de acetato de etilo;
- transvasar a un matraz aforado de 1 000 ml con alcohol libre de ésteres y enrasar a 20 °C;
- preparar una serie de dilución en dos fases para obtener 20 soluciones patrón con un contenido desde 0,1 hasta 2,0 mg de acetato etílico por 100 ml de solución;
- determinar los valores de absorbencia de estas soluciones patrón con arreglo al punto 6,2 y representar gráficamente.

6.2. Determinación del contenido en ésteres.

- introducir en un tubo de ensayo de boca esmerilada 10 ml<sup>3</sup> de muestra;
- añadir 2 ml de solución de clorhidrato de hidroxilamina;
- paralelamente, preparar un blanco con 10 ml etanol 96 % vol libre de ésteres y 2 ml de solución de clorhidrato de hidroxilamina;
- añadir 2 ml de hidróxido sódico, tapar el tubo con un tapón esmerilado y agitar bien;
- mantener durante 15 minutos en un baño a 20 °C;
- añadir a cada tubo de ensayo 2 ml de ácido clorhídrico, agitar brevemente;
- añadir 2 ml de solución de cloruro férrico y mezclar bien;
- verter el contenido en cubetas;
- determinar el valor de absorbencia a 525 nm.

## 7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

## 7.1. Fórmula y método de cálculo.

Representar gráficamente las absorbencias de las soluciones patrón en función de la concentración.

El contenido en ésteres correspondiente al valor de absorbencia, expresado como acetato etílico = A se leerá en el gráfico y se calculará mediante la fórmula

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

para expresarse en g/hl de etanol al 100 % vol.

T = contenido en alcohol de la muestra en % vol determinado según el método nº 1.

## 7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de 2 determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, con la misma muestra y en condiciones idénticas no debe exceder de 0,1 g de ésteres (expresados como acetato de etilo) por hl de etanol al 100 % vol.

**Método nº 8: Determinación del contenido en bases nitrogenadas volátiles**

## 1. CAMPO DE APLICACIÓN

El método consiste en determinar el contenido en bases nitrogenadas volátiles de los alcoholes neutros, expresado en nitrógeno.

## 2. DEFINICIÓN

El contenido en bases nitrogenadas volátiles es el contenido, expresado en nitrógeno, determinado por el método especificado.

## 3. PRINCIPIO

Se evapora la muestra en presencia de ácido sulfúrico hasta la obtención de un volumen muy reducido, y a continuación se determina el contenido en amoníaco por el método de microdifusión de Conway.

## 4. REACTIVOS

## 4.1. Ácido sulfúrico, 1 mol/l.

## 4.2. Solución indicadora de ácido bórico: disolver 10 g de ácido bórico, 8 mg de verde de bromocresol y 4 mg de rojo de metilo en 2-propanol al 30 % vol y enrasar a 1 000 ml por adición de 2-propanol al 30 % vol.

## 4.3. Solución de hidróxido potásico, 500 g/l, exenta de anhídrido carbónico.

## 4.4. Ácido clorhídrico, 0,02 mol/l.

## 5. INSTRUMENTAL

## 5.1. Cápsula de evaporación de capacidad suficiente para una muestra de 50 ml.

## 5.2. Baño María.

## 5.3. Reactor de Conway con cierre hermético; véanse la descripción y las dimensiones aconsejadas en la figura 1.

## 5.4. Microbureta de 2 a 5 ml, con divisiones de 0,01 ml.

## 6. FORMA DE OPERAR

## 6.1. Introducir con una pipeta 50 ml de la muestra (si se prevé que ésta tiene un contenido en nitrógeno inferior a 0,2 g/hl, introducir 200 ml) en una cápsula de vidrio, añadir 1 ml de ácido sulfúrico de 1 mol/l (4.1); colocar la cápsula (5.1) en baño María (5.2) y evaporar hasta obtener un residuo de aproximadamente 1 ml.

- 6.2. Introducir con una pipeta 1 ml de la solución indicadora de ácido bórico (4.2) en el vaso interior del reactor de Conway (5.3) y pasar el residuo de la evaporación (6.1) al vaso exterior. Inclinar ligeramente el reactor y añadir aproximadamente 1 ml de hidróxido de potasio (4.3) en el vaso externo lo más rápidamente posible y también lo más lejos posible de la masa de líquido del mismo. Cerrar inmediatamente el vaso de Conway con una tapa hermética impregnada de grasa.
- 6.3. Mezclar las dos soluciones del vaso externo, teniendo cuidado para no verter el líquido de un vaso en el otro. Dejar en reposo durante 2 horas.
- 6.4. Valorar el amoníaco mediante neutralización con una solución de ácido clorhídrico de 0,02 mol/l (4.4), utilizando una microbureta (5.4). El volumen de ácido utilizado debe estar comprendido entre 0,2 y 0,9 ml. Sea  $V_1$  dicho volumen, expresado en ml.
- 6.5. Efectuar una prueba en blanco repitiendo las operaciones descritas en los puntos 6.1 a 6.4, pero sustituyendo los 50 ml de muestra mencionados en la sección 6.1 por el mismo volumen de agua. Sea  $V_0$  el volumen de ácido clorhídrico utilizado, expresado en ml.

## 7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

### 7.1. Fórmula y método de cálculo

El contenido en bases nitrogenadas volátiles, expresado en gramos de nitrógeno por hl de etanol al 100 % vol, viene dado por la fórmula

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

en la que

$V_1$  = volumen, en ml, de ácido clorhídrico necesario para neutralizar la muestra.

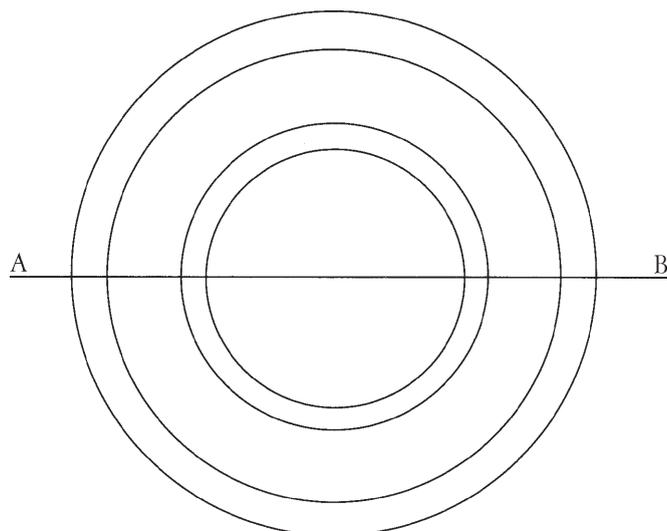
$V_0$  = volumen, en ml, de ácido clorhídrico utilizado en el ensayo en blanco.

T = grado alcohólico volumétrico de la muestra, determinado por el método nº 1.

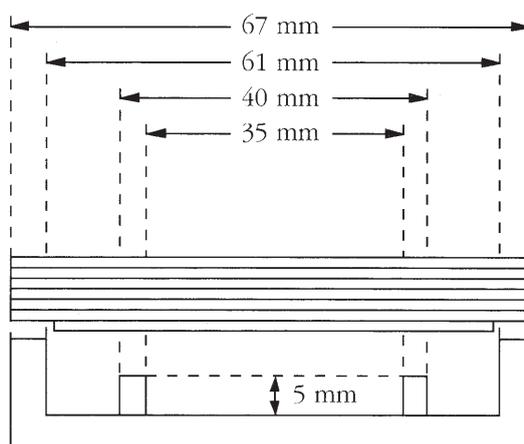
E = volumen de muestra empleada en ml.

### 7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, con la misma muestra y en condiciones idénticas no debe exceder de 0,05 g por hl de etanol al 100 % vol.



Vista superior del reactor



Corte transversal a lo largo de A-B

Las dimensiones indicadas son las habituales

Figura 1. Reactor de Conway

#### Método nº 9: Determinación del contenido en metanol

1. CAMPO DE APLICACIÓN

El método se utiliza para determinar el contenido en metanol del alcohol neutro.

2. DEFINICIÓN

El contenido en metanol es el contenido determinado por el método especificado.

3. PRINCIPIO

La concentración de metanol se determina por inyección directa de la muestra en un cromatógrafo de gases.

4. FORMA DE OPERAR

Es aceptable cualquier método de cromatografía de gases, siempre que, en las condiciones operatorias adoptadas, la columna de cromatografía de gases permita obtener una separación clara de los diversos componentes: metanol, acetaldehído, etanol y acetato de etilo. El límite de detección del metanol en el etanol debe ser inferior a 2 g/hl.

## 5. REPETIBILIDAD

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, con la misma muestra y en condiciones idénticas no debe exceder de 2 g de metanol por hl de etanol al 100 % vol.

**Método nº 10: Determinación del residuo seco**

## 1. CAMPO DE APLICACIÓN

El método se utiliza para determinar el contenido en residuo seco de los alcoholes neutros.

## 2. DEFINICIÓN

Se llama residuo seco el residuo determinado por el método especificado.

## 3. PRINCIPIO

Se deseca en estufa a 103 °C una fracción bien pesada de la muestra y se determina el residuo por gravimetría.

## 4. INSTRUMENTAL

## 4.1. Baño de agua.

## 4.2. Cápsula de evaporación de capacidad suficiente.

## 4.3. Desecador con geí de sílice recién activado (u otro desecante equivalente) con indicador de humedad.

## 4.4. Balanza analítica.

## 4.5. Estufa de desecación, a 103 ± 2 °C.

## 5. FORMA DE OPERAR

Pesar con precisión de 0,1 mg una cápsula de evaporación limpia y seca (4.2) ( $M_0$ ); introducir con una pipeta eventualmente en varias veces un volumen adecuado de muestra en la cápsula (entre 100 y 250 ml) ( $V_0$  ml); llevar la cápsula con la muestra al baño de agua en ebullición (4.1) y dejar evaporar; colocar en la estufa (4.5) a 103 °C ± 2 °C durante 30 minutos y, a continuación, llevar la cápsula con el residuo a un desecador (4.3); dejar que se enfríe durante 30 minutos y, a continuación, pesar la cápsula con el residuo ( $M_1$ ) con una precisión de 0,1 mg.

## 6. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

## 6.1. Fórmula y método de cálculo

El contenido en residuo seco expresado en g por hl de etanol 100 % vol viene dado por la fórmula

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

en la que

$M_0$  = masa de la cápsula limpia y seca, expresada en g.

$M_1$  = masa de la cápsula con el residuo tras desecación, expresada en g.

$V_0$  = volumen de la muestra sometido a desecación.

$T$  = grado alcohólico volumétrico de la muestra, determinado por el método nº 1.

## 6.2. Repetibilidad.

La diferencia entre el resultado de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, con la misma muestra y en condiciones idénticas no debe exceder de 0,5 g/hl de etanol al 100 % vol.

**Método nº 11: Ensayo para establecer la ausencia de furfural**

1. CAMPO DE APLICACIÓN  
El método sirve para detectar la presencia de furfural en el alcohol neutro.
2. DEFINICIÓN  
La concentración límite de furfural es el resultado del ensayo de valor límite, determinado por el método especificado.
3. PRINCIPIO  
La muestra de alcohol se mezcla con anilina y ácido acético glacial. La aparición de una coloración rosa salmón dentro de los veinte minutos siguientes a la mezcla revela la presencia de furfural.
4. REACTIVOS
  - 4.1. Anilina recién destilada.
  - 4.2. Ácido acético glacial.
5. INSTRUMENTAL  
Tubos de ensayo con boca esmerilada.
6. FORMA DE OPERAR  
En un tubo de ensayo (5), introducir con una pipeta 10 ml de la muestra; añadir 0,5 ml de anilina y 2 ml de ácido acético glacial; agitar para mezclar bien los reactivos.
7. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS
  - 7.1. Interpretación del ensayo.  
Si antes de 20 minutos aparece una coloración rosa salmón, el ensayo se considera positivo; la muestra contiene furfural.
  - 7.2. Observaciones  
Los resultados de dos ensayos efectuados simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, con la misma muestra y en condiciones idénticas deben ser idénticos.

**Método nº 12: Ensayo en ultravioleta**

1. CAMPO DE APLICACIÓN  
El método consiste en determinar la transparencia óptica del alcohol neutro.
2. PRINCIPIO  
Se mide la absorbencia de la muestra en el intervalo de longitud de onda de 270 a 220 nm comparándola con una sustancia de referencia (hexano) que posea una menor absorbencia en el intervalo.
3. INSTRUMENTAL
  - 3.1. Espectrofotómetro UV-VIS.
  - 3.2. Cubetas de cuarzo con un espesor de 10 mm y con la misma absorbencia.
4. REACTIVOS  
 $\eta$ -Hexano para espectroscopia.
5. FORMA DE OPERAR
  - Lavar una cubeta limpia con la solución de la muestra y rellenar con la muestra; secar la cubeta por fuera;
  - seguir el mismo procedimiento con las cubetas de referencia utilizando  $\eta$ -hexano;
  - determinar las absorbencias y representar gráficamente.

## 6. VALORACIÓN Y RESULTADOS

Los valores de absorbencia hallados a 270, 240, 230 y 220 nm no podrán superar los siguientes valores: 0,02, 0,08, 0,18 y 0,3.

La curva de absorbencia ha de ser lisa y uniforme.

### Método nº 13: Determinación del contenido de $^{14}\text{C}$ en el etanol

#### 1. PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR EL TIPO DE ALCOHOL

La determinación del contenido de  $^{14}\text{C}$  en el etanol posibilita la diferenciación del alcohol de materias primas fósiles (el llamado alcohol de síntesis) y el alcohol de materias primas recientes (el llamado alcohol de fermentación).

#### 2. DEFINICIÓN

Se entenderá por contenido de  $^{14}\text{C}$  en el etanol el contenido en  $^{14}\text{C}$  determinado con arreglo al procedimiento aquí descrito.

El contenido en  $^{14}\text{C}$  natural de la atmósfera (valor de referencia), que es captado por la asimilación de las plantas vivas, no es un valor constante. Por tanto, el valor de referencia se determina a partir de etanol procedente de materias primas del último período de crecimiento. Este valor de referencia llamado valor anual de referencia es determinado, cada año por análisis en colaboración organizados por la Oficina comunitaria de Referencia y el Centro Comunitario de Investigación en Ispra.

#### 3. PRINCIPIO

En las muestras alcohólicas con un mínimo del 85 % en peso de etanol, el contenido de  $^{14}\text{C}$  se determinará directamente mediante el recuento de centelleo de líquidos.

#### 4. REACTIVOS

##### 4.1. Solución de centelleo.

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

0,5 g de p-bis-[4-metil-5-feniloxazolil(2)] — benzol (dimetil-POPOP) en 1 litro de tolueno de calidad analítica.

También podrán emplearse soluciones de centelleo de tolueno de esta composición comercializados y ya listos para su empleo.

##### 4.2. Patrón de $^{14}\text{C}$

$^{14}\text{C}$  n-Hexadecano con una actividad de aproximadamente  $1 \times 10^6$  dpm/g (alrededor de  $1,67 \times 10^6$  cBq/g) y una exactitud relativa garantizada de la actividad determinada de  $\pm 2$  %.

##### 4.3. Etanol libre de $^{14}\text{C}$ .

Alcohol de síntesis de materias primas de origen fósil con un mínimo de 85 % en peso de etanol para determinar el efecto nulo.

##### 4.4. Alcohol de materias primas recientes del último período de crecimiento con un mínimo del 85 % en peso de etanol como material de referencia.

#### 5. INSTRUMENTAL Y MEDIOS

##### 5.1. Espectrómetro de centelleo de líquidos con varios canales, con contador y normalización externa automática e indicación de la relación canal-patrón externo (configuración habitual: 3 canales de medida y 2 canales de patrón externo).

##### 5.2. Viales de contaje con escaso contenido de postasio con tapones a rosca que tengan interiormente una pieza de polietileno;

##### 5.3. Pipetas de 10 ml.

##### 5.4. Dosificador automático de 10 ml.

##### 5.5. Matraz redondo de 250 ml con unión esmerilada.

- 5.6. Aparato para la destilación de alcohol con sistema de calefacción, por ejemplo, Micko.
- 5.7. Jeringa de 50  $\mu$ l
- 5.8. Embudo de picnómetro, picnómetros de 25 ml y 50 ml.
- 5.9. Termostato que permita regular la temperatura de  $\pm 0,01$  °C.
- 5.10. Tablas alcohométricas realizadas conforme a la Directiva 76/766/CEE relativa al acercamiento de las legislaciones de los Estados miembros relativos a las tablas alcohométricas, publicados por la Comisión de las Comunidades Europeas (ISBN 92-825-0146-9).

## 6. PREPARACIÓN DE LA MEDICIÓN

### 6.1. Ajuste de los aparatos.

Los aparatos se ajustarán con arreglo a las instrucciones del fabricante. Se considera que las condiciones de medida son óptimas cuando el valor  $E^2/B$  (denominada cifra de mérito) presenta un máximo.

E = efficiency (rendimiento).

B = background (ruido de fondo).

Sólo se optimizan dos canales de medición. El tercer canal de medición se mantiene totalmente abierto para fines de control.

### 6.2. Selección de los viales de contaje.

Se llena un número de viales de contaje superior al número que será necesario posteriormente; en cada uno se introducen 10 ml de etanol de síntesis libre de  $^{14}\text{C}$  y 10 ml de solución de centello de tolueno, y se mide cada uno durante, al menos,  $4 \times 100$  minutos. Se rechazan los viales que, para el efecto nulo, se separen más de  $\pm 1$  % del valor medio. Para la selección se utilizan exclusivamente viales de contaje salidas directamente de fábrica procedentes de un solo lote.

### 6.3. Determinación de la relación canal-patrón externo [ESKV].

Al ajustar el canal con arreglo a lo recogido en el punto 6.1, se determina simultáneamente la relación canal-patrón externo [ESKV] al realizar la evaluación del coeficiente de eficacia numérica con ayuda del programa de cálculo correspondiente. Como patrón externo se utiliza el cesio 137, ya incorporado por el fabricante.

### 6.4. Preparación de la muestra.

Para la medición se emplean muestras que presenten un contenido mínimo en etanol del 85 % en masa y que no tengan impurezas; asimismo deben presentar absorbencia inferior a 450 nm. El bajo contenido residual de aldehídos y esteres no produce perturbaciones. Tras haber despreciado algunos centímetros cúbicos de la cabeza de destilación, el destilado se vierte directamente en el picnómetro y por medio de éste se determina el contenido en alcohol de la muestra. Los valores que deben determinarse se hallan en las tablas oficiales de alcoholes.

## 7. MEDICIÓN DE LAS MUESTRAS CON PATRÓN EXTERNO

### 7.1. Las muestras que tengan una extinción débil, como las que aparecen descritas de manera práctica en el punto 6.4, con un valor ESKV de aproximadamente 1,8, pueden medirse por la relación canal-patrón externo que constituye una medida del coeficiente de eficacia.

### 7.2. Realización de la medición.

Se introducen con ayuda de una pipeta en los viales de contaje 10 ml de muestras preparadas con arreglo al punto 6.4; se deberá haber controlado el efecto nulo en las botellas de contaje (seleccionada); se añadirá a cada botella 10 ml de solución de centelleo de tolueno utilizando un dosificador automático. Las muestras se homogeneizan en los viales de contaje mediante un movimiento rotativo adecuado; el líquido no debe mojar la pieza de polietileno insertada en el cierre de rosca. Para la evaluación del ruido de fondo, se prepara de la misma manera un vial de contaje que contenga etanol fósil libre de  $^{14}\text{C}$ . Para comprobar el valor  $^{14}\text{C}$  del año, se prepara un duplicado de etanol reciente del último período de crecimiento, incluyendo un vial de contaje con patrón interno tal y como se describe en el punto 8.

Las muestras de control, así como la muestra para el efecto nulo, se deben colocar al principio de la serie de mediciones. Esta no deberá abarcar más de 10 muestras de análisis. El tiempo de medición global por muestra deberá ser de un mínimo de  $2 \times 100$  minutos, y la medida de las muestras individuales deberá realizarse en etapas parciales de 100 minutos por cada muestra para poder reconocer una posible deriva u otra perturbación. (Así, un ciclo comprende por muestra cada vez un intervalo de medición de 100 minutos).

Las muestras para el ruido de fondo y las muestras de control deben renovarse al cabo de 4 semanas.

Este método de medida exige un gasto mínimo de material y tiempo. Es especialmente adecuado para realizar trabajos rutinarios en laboratorios con un alto número de muestras.

Para las muestras de baja extinción (valor ESKV de aproximadamente 1,8), el rendimiento sólo se ve ligeramente influido por la modificación de este valor. Si esta modificación se sitúa por debajo de  $\pm 5\%$ , se puede considerar que el rendimiento es idéntico. Para las muestras con una absorbencia más fuerte, como las presentadas por los alcoholes desnaturalizados, el rendimiento se puede determinar con ayuda de la llamada curva de corrección de absorbencia. Si no se dispone de ningún programa de cálculo adecuado, se debe efectuar la medición con un patrón interno, lo que permite determinar el rendimiento de forma unívoca.

## 8. MEDIA DE LA MUESTRA CON HEXADECANO $^{14}\text{C}$ COMO PATRÓN INTERNO

### 8.1. Realización de la medición.

La muestra de control y la muestra para ruido de fondo (etanol reciente y etanol fósil), así que la sustancia desconocida se miden cada una por duplicado. Una de las muestras del par duplicado se introduce en una botella no seleccionada, en la que se añade una cantidad medida con precisión (30  $\mu\text{l}$ ) de hexadecano  $^{14}\text{C}$  en calidad de patrón interno (actividad adicional de aproximadamente 26 269 dpm/gC (unos 43 782 cBq/gC). Con respecto al resto de la preparación de la muestra y del tiempo de medición, se debe proceder como se recoge en el punto 7.2, teniendo en cuenta que el tiempo de medición se limita a cinco minutos para las muestras con patrón interno por la preselección ajustada a  $10^5$  impulsos. Por cada serie de medición (10 muestras de análisis) se añaden por duplicado una muestra-de control y una muestra para ruido de fondo, y se sitúan al comienzo de la serie de mediciones.

### 8.2. Manipulación del patrón y de los viales de medida.

Para las mediciones efectuadas con patrón interno, a fin de evitar que se produzca alguna contaminación, la colocación y la manipulación de este patrón se deben efectuar en un lugar totalmente separado de donde se efectúen la preparación y medida de las muestras que vayan o analizarse. Después de la medida se pueden reutilizar los viales que se hayan sometido al control del ruido de fondo. Las tapas de rosca y los viales que contengan, el patrón interno deberán ser eliminadas.

## 9. EVALUACIÓN

### 9.1. La unidad de actividad de una sustancia radiactiva es el Becquerel, 1 Bq = 1 desintegración/segundo.

La actividad específica se expresa en bequerelios por gramo de carbono = Bq/gC.

Con objeto de obtener valores más prácticos, es preferible indicar los resultados en centibequerelios = cBq/gC.

Se pueden conservar en principio las designaciones y fórmulas de cálculo indicadas hasta el momento en la bibliografía que se basan en datos en dpm. Para obtener un valor correspondiente en centibequerelios, es suficiente multiplicar el resultado en dpm por el factor 100 partido por 60.

### 9.2. Evaluación con patrón externo.

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

### 9.3. Evolución con patrón interno.

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

### 9.4. Los símbolos significan:

$\text{cpm}_{\text{pr}}$  = media del contaje de las muestras en el tiempo total de medición.

$\text{cpm}_{\text{NE}}$  = media del contaje del efecto nulo, calculado de la misma manera.

$\text{cpm}_{\text{IS}}$  = contaje de la muestra con patrón interno

$\text{dpm}_{\text{IS}}$  = cantidad de patrón interno añadido (radiactividad del patrón en dpm).

V = volumen de la muestra utilizada en ml.

F = contenido en g de alcohol puro por ml correspondiente a su concentración.

Z = coeficiente de eficacia numérica correspondiente al valor ESKV.

1,918 = gramos de alcohol/g de carbono.

## 10. FIABILIDAD DEL MÉTODO

### 10.1. Repetibilidad (r)

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

## 10.2. Reproducibilidad (R)

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

---