

Ez a dokumentum kizárólag tájékoztató jellegű, az intézmények semmiféle felelősséget nem vállalnak a tartalmáért

► **B**

A BIZOTTSÁG 2870/2000/EK RENDELETE

(2000. december 19.)

a szeszesitalok elemzésére vonatkozó közösségi referenciamódszerek megállapításáról

(HL L 333, 29.12.2000, o. 20)

Módosította:

Hivatalos Lap

► **M1**

A Bizottság 2091/2002 rendelete (2002. november 26.)

Szám	Oldal	Dátum
L 322	11	27.11.2002

**A BIZOTTSÁG 2870/2000/EK RENDELETE****(2000. december 19.)****a szeszesitalok elemzésére vonatkozó közösségi referenciamódszerek megállapításáról**

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel az Ausztria, Finnország és Svédország csatlakozási okmányával módosított, a szeszesitalok meghatározására, megnevezésére és kiszérelésére vonatkozó általános szabályok megállapításáról szóló, 1989. május 29-i 1576/89/EGK tanácsi rendeletre ⁽¹⁾ és különösen annak 4. cikkének (8) bekezdésére,

mivel:

- (1) Az 1576/89/EGK rendelet 4. cikkének (8) bekezdése rendelkezik a szeszesitalok elemzésénél alkalmazandó módszerek megállapításáról. A referenciamódszereket azért kell használni, hogy a vizsgálatok összhangban legyenek az 1576/89/EGK rendelettel, valamint a legutóbb a 2140/98/EK rendelettel ⁽²⁾ módosított, a szeszesitalok meghatározására, megnevezésére és kiszérelésére vonatkozó részletes végrehajtási szabályok megállapításáról szóló, 1990. április 24-i 1014/90/EGK bizottsági rendelettel ⁽³⁾ minden hivatalos ellenőrzés vagy vitás ügy esetén.
- (2) Amennyire lehetséges, hasznos lenne az általánosan elfogadott módszereket a közösség elemzési referenciamódszereként elfogadni és meghatározni.
- (3) A tudomány fejlődésének és a hivatalos laboratóriumok különböző felszereltségének figyelembevételére érdekében, meg kell engedni a mellékletben leírt referenciamódszerekétől eltérő mérési elveken alapuló módszerek használatát is a laboratórium vezetőjének felelősségvállalásával, ha e módszerek megfelelő garanciát jelentenek az eredmények megbízhatóságára és különösen, ha megfelelnek az emberi fogyasztásra szánt élelmiszerek ellenőrzésére szolgáló közösségi mintavételi és vizsgálati módszerek bevezetéséről szóló, 1985. december 20-i 85/591/EGK tanácsi irányelvben ⁽⁴⁾ rögzített kritériumoknak, illetve, ha kimutatható, hogy a kapott eredmények pontosságának, megismételhetőségének és megbízhatóságának különbségei nem haladják meg az e rendeletben leírt referenciamódszerekéit. Ha ez a feltétel teljesül, akkor más elemzési módszerek használata is megengedhető. Fontos azonban megjegyezni, hogy vitás ügy esetén a referenciamódszerek nem helyettesíthetők más módszerekkel.
- (4) Az e rendeletben előírt intézkedések összhangban vannak a Szeszesitalok Végrehajtási Bizottságnak a véleményével,

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

1. cikk

A szeszesitalok az 1576/89/EGK rendeletnek és az 1014/90/EGK rendeletnek megfelelő elemzéséhez használható közösségi referenciamódszerek:

⁽¹⁾ HL L 160., 1989.6.12., 1. o.

⁽²⁾ HL L 270., 1998.10.7., 9. o.

⁽³⁾ HL L 105., 1990.4.25., 9. o.

⁽⁴⁾ HL L 372., 1985.12.31., 50. o.

▼B

- bármilyen hivatalos ellenőrzés, vagy
- vita esetén,

ezen rendelet mellékletében meghatározott módszerek.

2. cikk

Az 1. cikk első francia bekezdésétől eltérően, a laboratórium vezetőjének felelősségére más elemzési módszerek is megengedettek, feltéve, hogy e módszerek pontossága és precizitása (megismételhetősége és megbízhatósága) legalább azonos a mellékletben megadott elemzési referenciamódszerekével.

3. cikk

Ha egy adott szeszesitalban található anyagok kimutatására és mérésére nem állapítottak meg közösségi elemzési referenciamódszert, akkor a következő módszereket kell használni:

- a) nemzetközileg elismert eljárásokkal hitelesített elemzési módszerek, amelyek megfelelnek különösen a 85/591/EGK irányelv mellékletében leírt kritériumoknak;
- b) a Nemzetközi Szabványügyi Szervezet (ISO) ajánlott szabványainak megfelelő elemzési módszerek;
- c) a Nemzetközi Szőlészeti és Borászati Hivatal (OIV) közgyűlése által elfogadott és közzétett elemzési módszerek;
- d) az a), b) vagy c) pontban felsorolt módszerek hiányában a pontosság, megismételhetőség és megbízhatóság miatt az alábbiak:
 - az érintett tagállam által elismert elemzési módszer,
 - szükség esetén bármilyen egyéb megfelelő elemzési módszer.

4. cikk

E rendelet alkalmazásában:

- a) „ismételhetőségi határ”: az az érték, amely kisebb vagy egyenlő, mint az ismételhetőség feltételei (azonos vizsgáló, azonos eszközök, azonos laboratórium és rövid időkülönbség) mellett végzett két vizsgálat eredménye közötti abszolút különbség 95 %-os valószínűségi szint mellett várható értéke (ISO 3534-1);
- b) „reprodukálhatósági határ”: az az érték, amely kisebb vagy egyenlő, mint a reprodukálhatóság feltételei (különböző vizsgálók, különböző eszközök, különböző laboratóriumok) mellett végzett két vizsgálat eredménye közötti abszolút különbség 95 %-os valószínűségi szint mellett várható értéke (ISO 3534-1);
- c) „pontosság”: a vizsgálati eredmény és az elfogadott referenciaérték egyezőségének közelsége (ISO 3534-1).

5. cikk

Ez a rendelet az *Európai Közösségek Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő hetedik napon lép hatályba.

Ezt a rendeletet 2001. január 1-jétől kell alkalmazni.

Ez a rendelet teljes egészében kötelező és közvetlenül alkalmazandó valamennyi tagállamban.

▼B*MELLÉKLET***AZ ELEMZÉSI REFERENCIAMÓDSZEREK LEÍRÁSA**

- I. Az alkoholtartalom meghatározása térfogatszázalékban
- I. függelék: A desztillátum előállítása
- II. függelék: A desztillátum sűrűségének mérése
- A. módszer = piknometria
 - B. módszer = elektronikus sűrűségmérés
 - C. módszer = hidrosztatikai mérleggel végzett sűrűségmérés
- II. Az összes száraz extrakt gravimetriás meghatározása
- III. Az illóanyagok és a metanol meghatározása
- III.1. Általános megjegyzések
- III.2. Illó rokon vegyületek: aldehidek, nagyobb szénatomszámú alkoholok, etil-acetát és metanol (gázkromatográfia)
- III.3. Illósavak (p.m.)
- IV. Hidrogén-cianid (p.m.)
- V. Anetol ► **M1** ————— ◀
- VI. Glycyrrhizsav ► **M1** ————— ◀
- VII. Kalkonok ► **M1** ————— ◀
- VIII. Összes cukortartalom (p.m.)
- IX. Tojássárgája ► **M1** ————— ◀



I. AZ SZESZESITALOK TÉRFOGATSZÁZALÉKBAN KIFEJEZETT ALKOHOLTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA

Bevezetés

A referencia-módszerhez két függelék tartozik.

I. függelék: Desztillátumkészítés

II. függelék: A desztillátum sűrűségének mérése

1. Alkalmazhatóság

A módszer szeszesisitalok térfogatszázalékban kifejezett valódi alkoholtartalmának meghatározására alkalmas.

2. Rendelkező hivatkozások

ISO 3696:1987: Víz: analitikai laboratóriumi használatra. Követelmények és vizsgálati módszerek

3. Szakkifejezések és meghatározások

3.1. Referencia-hőmérséklet:

Szeszesisitalok térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalma, sűrűsége és fajlagos sűrűsége meghatározásának referenciahőmérséklete 20 °C.

1. megjegyzés: a „t °C-on” kifejezést akkor használjuk, amikor a meghatározás (sűrűség vagy térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom), hőmérséklete eltér a 20 °C-os referencia hőmérséklettől.

3.2. Sűrűség:

A sűrűség a szeszesisitalok vákuumban mért térfogategységére eső tömege, 20 °C-on. Értékét kg/m³-ben fejezik ki, és jele: $\rho_{20\text{ °C}}$ vagy ρ_{20} .

3.3. Fajlagos sűrűség:

A fajlagos sűrűség a szeszesisitalok 20 °C-on mért sűrűségének és a víz ugyanazon a hőmérsékleten mért sűrűségének hányadosa. Jele $d_{20\text{ °C}}$ vagy $d_{20/20}$ vagy egyszerűen d , ha nem értelemszavará. A mért értéket a vizsgálati tanúsítványon kizárólag a fent meghatározott jelekkel kell megadni.

2. megjegyzés: a fajlagos sűrűség kiszámítható 20 °C-on mért ρ_{20} sűrűségből:

$$\rho_{20} = 998,203 \text{ kg/m}^3 d_{20/20} \text{ vagy } d_{20/20} = \rho_{20}/998,203$$

ahol a víz sűrűsége 20 °C-on: 998,203.

3.4. Térfogatszázalékban kifejezett valódi alkoholtartalom:

A szeszesisitalok térfogatszázalékban kifejezett valódi alkoholtartalma egyenlő annak a 100 liter víz-alkohol elegynek a literekben mért etil-alkohol-tartalmával, amelynek sűrűsége megegyezik az alkohol vagy szeszesisital párlatának a sűrűségével. A különböző víz-alkohol elegyek 20 °C-on mért sűrűsége és a megfelelő, 20 °C-ra vonatkoztatott, térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom referenciáértékei a Nemzetközi Törvényszéki Méréstechnikai Szervezet 22. ajánlásában elfogadott nemzetközi táblázatban található.

A térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom és a víz-alkohol keverék adott hőmérsékleten való sűrűségének általános egyenlete a 2676/90/EGK bizottsági rendelet mellékletének 40. oldalán, a „Térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom” című 3. fejezetben (HL L 272., 1990.10.3., 1. o.) vagy az OIV elemzési módszereket tartalmazó kézikönyvének (1994) 17. oldalán található.

3. megjegyzés: A likőrök és emulziós likőrök esetén, ahol a térfogat pontos mérése nagyon nehéz, a mintának először a tömegét kell megmérni, és az alkoholtartalmat először tömegszázalékban kell kiszámítani.

▼B

Átszámítási képlet:

$$\text{térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom (\% V/V)}: \frac{ASM (\text{tömeg \%}) \times P_{20} (\text{minta})}{P_{20} (\text{alkohol})}$$

ahol

ASM = alkoholtartalom, % (m/m),

$P_{20} (\text{alkohol}) = 789.24 \text{ kg/m}^3$

4. **A módszer elve**

A desztillálást követően a párlat térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalmát piknométerrel, elektromos sűrűségmérővel vagy hidrosztatikai mérleggel végzett sűrűségméréssel határozzuk meg.

▼B

I. FÜGGELÉK: PÁRLAT KÉSZÍTÉSE

1. **Alkalmazási terület**
A módszer szeszesitalok térfogatszázalékban kifejezett valódi alkohol-tartalmának meghatározásához használt párlat elkészítésére alkalmas.
2. **A módszer elve**
A szeszesitalokat lepárolják az etil-alkohol és más illó vegyületek, valamint a szárazanyag (nem illó összetevők) elválasztása céljából.
3. **Vegyszerek és anyagok**
 - 3.1. Forrást segítő granulátum (forrkő).
 - 3.2. Tömény habzástgátló emulzió (emulziós likőrökhöz).
4. **Készülékek és eszközök**
A szokásos laboratóriumi eszközök és különösen a következők:
 - 4.1. Vízfürdő, 10–15 °C hőmérsékletre szabályozható.
Vízfürdő, 20 °C-ra szabályozható ($\pm 0,2$ °C).
 - 4.2. „A” osztályú mérőlombikok 100 ml és 200 ml-es, amelyeknek térfogatűrése rendre 0,1 %, illetve 0,15 %.
 - 4.3. Desztillálókészülék:
 - 4.3.1. Általános követelmények
A desztillálókészüléknek a következő követelményeknek kell megfelelnie:
 - a rendszerben a szivárgások megakadályozása céljából csak a feltétlenül szükséges számú csatlakozás legyen,
 - a készülék része legyen egy olyan eszköz, amely megakadályozza, hogy a gőz folyadékcspepeket ragadjon magával és szabályozza az alkoholban dús gőzök desztillálási sebességét,
 - biztosítani kell az alkoholgőzök gyors és teljes lecsapódását,
 - biztosítani kell az első desztillációs frakciók gyűjtését vizes közegben.
 A hőforrás megfelelő hőelosztó eszközzel rendelkezzen az oldott anyagok lesülésének megakadályozása céljából.
 - 4.3.2. A megfelelő desztillálókészülék egyik lehetséges változata az 1. ábrán látható, és a következő részekből áll:
 - 1 literes gömblombik, normálciszolattal,
 - legalább 20 cm magas rektifikáló oszlop (pl. Vigreux-oszlop),
 - könyökcsatlakozás, körülbelül 10 cm hosszú (West-típusú), egyenes hűtőszakasszal,
 - 40 cm hosszú függőleges spirálhűtő,
 - kifolyócső, amely a párlatot egy kevés vizet tartalmazó, beosztással ellátott gyűjtőlombik aljára vezeti.
 Megjegyzés: a fent leírt készülék esetében legalább 200 ml minta szükséges. Ennél kisebb mintamennyiség (100 ml) desztillálásakor kisebb, cseppfogóval vagy más, fröccsenésgátló eszközzel ellátott desztilláló lombikot kell használni.
5. **A vizsgálati minták tárolása**
Vizsgálatig a mintákat szobahőmérsékleten tároljuk.
6. **Eljárás**
Bevezető megjegyzés:
A desztillációt az IUPAC által közzé tett eljárás szerint is el lehet végezni (1968).

▼B

- 6.1. A desztilláló készülék ellenőrzése
- A használt készülék alkalmas legyen a következőkre:
- 200 ml 50 % (V/V) körüli ismert koncentrációjú víz-alkohol elegy desztillációja esetén az alkoholvesztesség legfeljebb 0,1 % (V/V) lehet.
- 6.2. 50 térfogatszázaléknál kisebb alkoholtartalmú szeszesitalok
- Mérjük ki 200 ml szeszesitalt mérőlombikba.
- Jegyezzük fel a folyadék hőmérsékletét vagy állítsuk be standard hőmérsékleten (20 °C).
- Öntsük a mintát a desztillálókészülék gömblombikjába, és körülbelül 20–20 ml desztillált vízzel háromszor öblítsük ki mérőlombikot. Mind a három vizes öblítő oldatot töltsük a desztilláló gömblombikba.
- Megjegyzés: Ez a 60 ml-es hígítás olyan szeszesitalokhoz elegendő, amelyeknek 250 g/l-nél kevesebb a szárazanyag-tartalma. Más esetekben a szárazanyag pirolízisét nagyobb mennyiségű öblítővíz alkalmazásával akadályozhatjuk meg, így legalább 70 ml vizet kell használnunk 300 g/l, 85ml-t 400 g/l és 100 ml-t 500g/l szárazanyag tartalom (egyes gyümölcs-, illetve emulziós likőr) esetében. Eltérő mintatérfogat alkalmazásakor az öblítővíz térfogatát a fentieknek megfelelően, arányosan változtassuk.
- Adjunk az oldathoz néhány forrkövet (3.1.) (és emulziós likőröknel habzágatlót).
- Öntsünk 20 ml desztillált vizet ugyanabba a 200 ml-es mérőlombikba, amelyben a párlatot gyűjtjük. Ezt a lombikot hideg vizes fürdőbe kell helyezni (4.1.) (10–15 °C-os ániszisesítésű szeszesitaloknál).
- A desztilláló lombik tartalmát időnként mozgatva desztilláljuk mindaddig, amíg a párlat szintje néhány milliméterrel a mérőlombik kalibrációs jele alatt lesz, közben ügyeljünk arra, hogy a desztilláló lombik tartalma ne süljön le, illetve ne fusson át a szedőlombikba.
- Ha a párlat hőmérséklete és a folyadék kezdeti hőmérséklete közötti különbség 0,5 °C-on belül lesz, desztillált vízzel töltsük jelig a lombikot, és a tartalmát alaposan keverjük össze.
- Ezt a párlatot használjuk a térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom meghatározására (II. függelék).
- 6.3. 50 térfogatszázaléknál nagyobb alkoholtartalmú szeszesitalok
- Mérjük ki 100 ml szeszesitalt egy 100 ml-es mérőlombikba és ezt öntsük a desztillálókészülék gömblombikjába.
- Öblítsük ki többször a mérőlombikot desztillált vízzel, és töltsük ezeket az öblítő oldatokat a desztilláló gömblombik tartalmához. Az öblítéshez használjunk annyi vizet, hogy a lombik tartalma körülbelül 230 ml legyen.
- Töltsünk 20 ml desztillált vizet abba a 200 ml-es mérőlombikba, amelyben a párlatot majd gyűjtjük. Ezt a lombikot hideg vízfürdőbe kell helyezni (4.1.) (10–15 °C-ra ániszisesítésű szeszesitaloknál).
- Desztilláljuk a desztilláló lombik tartalmát időnként megmozgatva addig, amíg a párlat szintje néhány milliméterrel a 200 ml-es mérőlombik kalibrációs jele alatt lesz.
- Amikor a párlat hőmérséklete és a folyadék kezdeti hőmérséklete közötti különbség 0,5 °C-on belül lesz, desztillált vízzel töltsük jelig a lombikot, és tartalmát alaposan keverjük össze.
- Ezt a párlatot használjuk a térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom meghatározásához (II. függelék).
- Megjegyzés: a szeszesital térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalma a párlat alkoholtartalmának kétszerese.

▼B

II. FÜGGELÉK: A PÁRLAT SŰRŰSÉGÉNEK MÉRÉSE

A. MÓDSZER: SZESZESITALOK TÉRFOGATSZÁZALÉKBAN KIFEJEZETT, VALÓDI ALKOHOLTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA – PIKNOMÉTERES MÉRÉS**A.1. A módszer elve**

A térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom meghatározása a párlat sűrűségének piknométeres mérésével történik.

A.2. Vegyszerek és anyagok

Az vizsgálat során, hacsak nincs másképpen előírva, csak ismert analitikai minőségű vegyszereket és az ISO 3696:1987 szabvány szerinti legalább 3-as tisztasági fokozatnak megfelelő vizet használjunk.

A.2.1. Nátrium-klorid oldat (2 w/v %)

1 liter elkészítéséhez mérjük le 20 g nátrium-kloridot, és vízben való oldás után töltjük fel 1 literre.

A.3. Készülékek és eszközök

A szokásos laboratóriumi eszközök és különösen a következők:

A.3.1. 0,1 mg hibahatárral mérő analitikai mérleg.**A.3.2. Hőmérő, csiszolatos, amely tizedfokokra van kalibrálva 10–30 °C között. Ezt a hőmérőt egy hitelesített hőmérővel hitelesíteni vagy ellenőrizni kell.****A.3.3. 100 ml-es pirezüvegből készült piknométer, eltávolítható csiszolatos hőmérővel (A.3.2.). A piknométernek 25 mm hosszú és 1 mm (maximum) belső átmérőjű oldalága van, amely kónuszos alakú, csiszolt csatlakozással végződik. Szükség esetén, az ISO 3507-ben leírt egyéb piknométerek (pl. 50 ml-es) is használhatók.****A.3.4. A piknométer külső térfogatával megegyező méretű (1 ml-nél kisebb eltéréssel) és 1,01-es sűrűségű folyadékkal (nátrium-klorid oldattal, A.2.1.) megtöltött piknométer tömegével egyező tömegű táraedény.****A.3.5. Hőszigetelő burkolat, amely pontosan illeszkedik a piknométertestre.**

1. megjegyzés: a szeszesitalok vákuumbeli sűrűségének meghatározására kétkarú mérlegre, illetve azonos külső térfogatú piknométerre és táraüvegre van szükség ahhoz, hogy levegő felhajtóereje kiküszöbölhető legyen a mérésnél. Ez az egyszerű eljárás egykarú mérleggel is alkalmazható, feltéve, hogy a táraüveget ismét megméri, és megfigyelik a levegő felhajtóerejének időbeli változását.

A.4. Eljárás

Előzetes megjegyzések:

A következő eljárás 100 ml-es piknométer használatát írja le az alkoholtartalom meghatározása céljából. Ezzel érhető el a legnagyobb pontosság. Mindamellert kisebb, például 50 ml-es piknométer is használható.

A.4.1. A piknométer kalibrálása

A piknométert a következő paraméterek meghatározásával kell kalibrálni:

- az üres piknométer táratömege,
- a piknométer térfogata 20 °C-on,
- a vízzel töltött piknométer tömege 20 °C-on.

A.4.1.1. Kalibrálás egykarú mérleg használatával:

Határozzuk meg:

- a tiszta, száraz piknométer tömegét (P),
- a vízzel töltött piknométere tömegét t °C-on (P1),
- a táraedény tömegét (T0).

▼B

- A.4.1.1.1. MÉRJÜK LE A TISZTA, SZÁRAZ PIKNOMÉTERT (P).
- A.4.1.1.2. Gondosan töltsük meg a piknométert desztillált vízzel szobahőmérsékleten és helyezzük be a hőmérőt.

Gondosan töröljük szárazra a piknométert, és helyezzük be a hőszigetelt burkolatba. Forgatással rázzuk össze a tartályt, amíg a hőmérőn a leolvasott hőmérséklet már nem változik.

A piknométer oldalágában pontosan állítsuk be a folyadékszintet a jelhez. Olvassuk le pontosan a t °C hőmérsékletet gondosan, és ha szükséges, korrigáljuk a hőmérsékletskála pontatlanságait.

MÉRJÜK LE A VÍZZEL MEGTÖLTÖTT PIKNOMÉTERT (P1).

- A.4.1.1.3. MÉRJÜK LE A TÁRAEDÉNY TÖMEGÉT (T0).

- A.4.1.1.4. Számítás

— az üres piknométer táratömege = $P - m$

ahol „m” a piknométerben lévő levegő tömege.

$$m = 0,0012 \times (P1 - P)$$

2. megjegyzés: 0,0012 a száraz levegő sűrűsége 20 °C-on 760 Hgmm nyomáson

— a piknométer térfogata 20 °C-on:

$$V_{20^{\circ}\text{C}} = [P1 - (P - m)] \times F_t$$

ahol F_t a t °C hőmérsékletfaktor a 2676/90/EGK rendelet melléklete 1. fejezetének (címe: Sűrűség és fajlagos sűrűség) 1. táblázatából (10. oldal) származik.

A $V_{20^{\circ}\text{C}}$ -értéket 0,001 ml-es pontossággal kell megadni.

— a piknométerben lévő víz tömege 20 °C-on:

$$M_{20^{\circ}\text{C}} = V_{20^{\circ}\text{C}} \times 0,998203$$

ahol 0,998203 a víz sűrűsége 20 °C-on.

3. megjegyzés: Szükség esetén a levegőben mért 0,99715 sűrűségi érték is használható, és ekkor a „HM Customs and Excise” (vámstatisztikai) táblázatainak levegőben mért sűrűségi értékek figyelembevételével kell az alkoholtartalmat kiszámítani.

- A.4.1.2. Kalibrálás kétkarú mérleg használatával:

- A.4.1.2.1. Helyezzük a táraedényt a baloldali serpenyőre és a tiszta, száraz piknométert és a dugóját a jobboldali serpenyőbe. Egyensúlyozzuk ki a két tömeget úgy, hogy súlyokat teszünk a piknométer mellé: p gramm.

- A.4.1.2.2. Gondosan töltsük meg a piknométert szobahőmérsékletű desztillált vízzel, és helyezzük bele a hőmérőt, óvatosan töröljük szárazra a piknométert és helyezzük a hőszigetelő burkolatba. Forgatással rázzuk össze a tartályt, amíg a hőmérőn a leolvasott hőmérséklet már nem változik.

A piknométer oldalágában pontosan állítsuk be a folyadékszintet a jelhez. Olvassuk le gondosan a t °C hőmérsékletet és ha szükséges, korrigáljuk a hőmérsékletskála pontatlanságait.

MÉRJÜK LE A VÍZZEL MEGTÖLTÖTT PIKNOMÉTERT, p' AZ A GRAMMBAN KIFEJEZETT TÖMEG, AMELY AZ EGYENSÚLYHOZ SZÜKSÉGES.

- A.4.1.2.3. Számítás

— Az üres piknométer táratömege = $p + m$,

ahol „m” a piknométerben lévő levegő tömege.

$$m = 0,0012 \times (p - p')$$

▼B

— A piknométer térfogata 20 °C-on:

$$V_{20^{\circ}\text{C}} = (p + m - p') \times F_t \cdot I$$

ahol F_t a t °C hőmérsékletre tartozó faktor a 2676/90/EGK rendelet mellékletének 1. fejezetében (címe: Sűrűség és fajlagos sűrűség) lévő 1. táblázatából (10. oldal) származik.

A $V_{20^{\circ}\text{C}}$ értéket 0,001 ml-es pontossággal kell megadni.

— A piknométerben lévő víz tömege 20 °C-on:

$$M_{20^{\circ}\text{C}} = V_{20^{\circ}\text{C}} \times 0,998203$$

ahol 0,998203 a víz sűrűsége 20 °C-on.

A.4.2. A minta alkoholtartalmának meghatározása

A.4.2.1. Egykarú mérleg használata

A.4.2.1.1. Mérjük le a táraedényt: T1 tömeg.

A.4.2.1.2. Mérjük le a piknométert az elkészített párlattal (ld. I. függelék), tömege t °C-on P2.

A.4.2.1.3. Számítás

— $dT = T1 - T0$

— Az üres piknométer tömege a mérés pillanatában

$$= P - m + dT$$

— folyadék tömege a piknométerben t °C-on:

$$= P2 - (P - m + dT)$$

— Sűrűség t °C-on g/ml-ben:

$$\rho_{t^{\circ}\text{C}} = [P2 - (P - m + dT)] / V_{20^{\circ}\text{C}}$$

— Fejezzük ki a sűrűséget t °C hőmérsékleten kg/m^3 egységben megszorozva a $\rho_{t^{\circ}\text{C}}$ -ot 1 000-rel, és ezt az értéket nevezzük ρ_t -nek.

Korrigáljuk a ρ_t -t 20-ra, felhasználva a víz-alkohol elegyek sűrűségi táblázatát (az OIV Elemzési módszerek kézikönyve II. függelékének II. táblázata (1994), 17–29. oldal).

A táblázatban keressük meg a T hőmérsékletnek megfelelő vízszintes vonalat egész fokban közvetlenül a t °C alatt, a legkisebb sűrűséget a ρ_t felett.

Használjuk a táblázatban az adott sűrűség alatt található különbséget, hogy kiszámíthassuk a szeszesital ρ_t sűrűségét T hőmérsékleten egész fokokban.

— Felhasználva az egész hőmérsékleti sort számítsuk ki a ρ' fölötti táblázatos érték és a számított a ρ_t különbségét. Osszuk el ezt a különbséget a táblázatban megadott különbséggel, amely a ρ' sűrűség jobb oldalán található. A hányados felel meg a ρ' sűrűség oszlopának tetején található egész alkoholtartalom érték tizedes részének (D_t az alkoholtartalom).

4. megjegyzés: Eljárhatunk úgy is, ha a jelleg való töltésig a piknométert 20 °C-on ($\pm 0,2$ °C) vízfürdőben tartjuk.

A.4.2.1.4. Eredmény

A ρ_{20} sűrűség felhasználásával számítsuk ki a valódi alkoholtartalmat az alábbi táblázatokat használva:

Az alkohol-víz elegyek alkoholtartalmát (térfogatszázalék) 20 °C-on a 20 °C-on mért sűrűség függvényében megadó táblázat a Nemzetközi Törvényszéki Mérésügyi Szervezet 22. ajánlásában elfogadott nemzetközi táblázat.

A.4.2.2. A kétkarú mérleget alkalmazó módszer

A.4.2.2.1. Mérjük le a piknométert az elkészített párlattal (lásd az I. részt), p a tömege t °C-on.

A.4.2.2.2. Számítás

— A piknométerben lévő folyadék tömege t °C-on:

▼B

$$= p + m - p$$

— Sűrűség t °C-on g/ml-ben

$$P_{t^{\circ}\text{C}} = (p + m - p^m) / V_{20^{\circ}\text{C}}$$

— Fejezzük ki a sűrűséget t °C-on kg/m³-ben, és végezzük el a hőmérsékleti korrekciót, hogy ki tudjuk számolni az alkoholtartalmat 20 °C-on, ugyanúgy, mint azt az egykarú mérleg használatánál ismertettük.

A.5. A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontosság)**A.5.1. A körvizsgálat statisztikai eredményei**

A következő adatokat egy olyan nemzetközi módszertani körvizsgálatból származnak, amelyet nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint végeztek [1] [2].

A körvizsgálat éve:	1 997
A laboratóriumok száma:	20
Minták száma:	6

Minták	A	B	C	D	E	F
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	19	20	17	19	19	17
A kiesők (laboratóriumok) száma	1	–	2	1	1	3
Elfogadott eredmények száma	38	40	34	38	38	34
Átlagérték (\bar{x}) térfogatszázalékban	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51 (*)			42,93 (*)	45,73 (*)	63,03 (*)
Az ismételhetőség szórása (S_p) térfogatszázalékban	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD _p) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Az ismételhetőségi határ (r) térfogatszázalékban	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
A reprodukálhatóság szórása (S_R) térfogatszázalékban	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD _R) térfogatszázalékban	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
A reprodukálhatósági határ (r) térfogatszázalékban	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

Mintatípusok:

- A gyümölcslikőr: osztott szintek (*)
- B borpárlat: rejtett párhuzamosok
- C whisky: rejtett párhuzamosok
- D grappa: osztott szintek (*)
- E aquavit: osztott szintek (*)
- F rum: osztott szintek (*)

B. MÓDSZER: A SZESZESITALOK TÉRFOGATSZÁZALÉKBAN KIFEJEZETT VALÓDI ALKOHOLTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA – ELEKTRONIKUS SŰRŰSÉG MÉRŐVEL (REZGŐ CELLÁBAN LÉVŐ MINTA REZONANCIAFREKVENCIÁJÁNAK MÉRÉSE ALAPJÁN)

B.1. A módszer elve

A folyadék sűrűségét egy rezgő U-küvetta oszcillációjának elektromos mérése alapján határozzák meg. A mérés végrehajtásához a mintát egy rezgő rendszerbe teszik, amely külön specifikus rezgési frekvenciája a hozzáadott tömeg hatására módosul.

B.2. Vegyszerek és anyagok

Az vizsgálat során, hacsak másképp nincs előírva, csak elismert analitikai minőségű vegyszerek és az ISO 3696:1987 szabvány szerinti legalább 3-as tisztasági fokozatú víz használható.

▼B

- B.2.1. Aceton (CAS 666-52-4) vagy abszolút alkohol
- B.2.2. Száraz levegő.
- B.3. **Készülékek és eszközök**
A szokásos laboratóriumi eszközök használandók különös tekintettel a következőkre:
- B.3.1. Digitális kijelzővel rendelkező sűrűségmérő
Olyan elektromos sűrűségmérő, amely alkalmas a g/ml-ben kifejezett sűrűség 5 tizedesjegy pontosságig való kijelzésre.
1. megjegyzés: a sűrűségmérőt tökéletesen stabil állványzaton kell elhelyezni, amely mindenféle rezgéstől szigetelve van.
- B.3.2. A hőmérséklet szabályozása
A sűrűségmérő mérései csak akkor érvényesek, ha a mérőcella össze van kapcsolva egy olyan beépített hőmérsékletszabályozóval, amely alkalmas 0,02 °C vagy ennél jobb hőmérsékleti stabilitás biztosítására.
2. megjegyzés: Nagyon fontos a hőmérséklet pontos beállítása és ellenőrzése a mérőcellában, mivel egy 0,1 °C-os hiba 0,1 kg/m³ nagyságrendű sűrűségeltérést okozhat.
- B.3.3. Mintaadagoló fecskendő vagy automata mintaadagoló
- B.4. **Eljárás**
- B.4.1. A sűrűségmérő kalibrálása
A berendezés kalibrálását a gyártó előírásai szerint kell elvégezni az első üzembehelyezés idején. Rendszeresen újból kell kalibrálni, összehasonlítva egy tanúsított referenciaszabvánnyal vagy egy referenciaszabványon alapuló belső laboratóriumi referenciaoldattal.
- B.4.2. A minta sűrűségének meghatározása
- B.4.2.1. Ha szükséges, a mérés előtt tisztítsuk meg a mérőcellát, és szárítsuk ki acetonnal vagy vízmentes alkohollal és száraz levegővel. Öblítsük ki a cellát a mintával.
- B.4.2.2. Injektáljuk a mintát a mérőcellába fecskendővel vagy automata mintaadagolóval, amíg a cella teljesen meg nem telik. A megtöltés során ügyeljünk arra, hogy ne maradjanak légbuborékok. A minta legyen homogén és nem tartalmazhat semmilyen szilárd részecskét. Az esetlegesen lebegő anyagokat a vizsgálat előtt szűrővel el kell távolítani.
- B.4.2.3. Ha a kijelzett érték már nem változik, jegyezzük fel a sűrűségmérőn látható ρ_{20} sűrűséget vagy az alkoholtartalmat.
- B.4.3. Eredmény
 ρ_{20} sűrűség esetén számítsuk ki a valódi alkoholtartalmat az alább megadott táblázatból:
Az alkohol-víz elegyek alkohol térfogatszázalékát 20 °C-on, a 20 °C-on mért sűrűség függvényében megadó táblázat a Nemzetközi Törvényszéki Mérésügyi Szervezet 22. ajánlásában elfogadott nemzetközi táblázat.
- B.5. **A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontosság)**
- B.5.1. A körvizsgálat statisztikai eredményei
A következő adatokat egy olyan nemzetközi módszertani körvizsgálatból származnak, amelyet nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint végeztek [1] [2].

▼B

A körvizsgálat éve:	1 997
A laboratóriumok száma:	16
Minták száma:	6

Minták	A	B	C	D	E	F
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	11	13	15	16	14	13
A kiesők (laboratóriumok) száma	2	3	1	–	1	2
Elfogadott eredmények száma	22	26	30	32	28	26
Átlagérték (\bar{x}) térfogatszázalékban	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
	26,52 (*)			43,10 (*)	45,91 (*)	63,31 (*)
Az ismételhetőség szórása (S_p) térfogatszázalékban	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_p) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Az ismételhetőségi határ (r) térfogatszázalékban	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
A reprodukálhatóság szórása (S_R) térfogatszázalékban	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) térfogatszázalékban	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Reprodukálhatósági határ (r) térfogatszázalékban	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

Mintatípusok:

A gyümölcslikőr: osztott szintek (*)

B borpárlat: rejtett párhuzamosok

C whisky: rejtett párhuzamosok

D grappa: osztott szintek (*)

E aquavit: osztott szintek (*)

F rum: osztott szintek (*)

C. MÓDSZER: A SZESZESITALOK VALÓDI, TÉRFOGATSZÁZALÉKBAN KIFEJEZETT ALKOHOLTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA, SŰRŰSÉGMÉRÉS HIDROSZTATIKA MÉRLEGGEL

C.1. A módszer elve

A szeszitalok alkoholtartalma mérhető hidrosztatikai mérleggel sűrűségméréssel Archimédész törvénye alapján, amely szerint a folyadékba merített testre ható felhajtóerő megfelel a kiszorított folyadék tömegének.

C.2. Vegyszerek és anyagok

Az elemzés során, hacsak másképp nincs előírva, csak elismert analitikai minőségű vegyszerek és az ISO 3696:1987 szabványa szerinti legalább 3-as tisztasági fokozatú víz használható.

C.2.1. Az úszó tisztítóoldat: nátrium-hidroxid, 30 % (V/V)

100 ml elkészítéséhez mérjük le 30 g nátrium-hidroxidot és 96 térfogatszázalékos etanollal töltjük fel 100 ml-re.

C.3. Készülékek és eszközök

A szokásos laboratóriumi eszközök, különösen a következők:

C.3.1. Egykarú, 1 mg érzékenyséű hidrosztatikai mérleg.

C.3.2. Legalább 20 ml térfogatú úszó, amely a mérleg speciális tartozéka, és legfeljebb egy 0,1 mm átmérőjű drótra van felfüggesztve.

C.3.3. Szintjelzéssel ellátott mérőhenger. Az úszó teljesen merüljön el a mérőhengerben, méghozzá a szintjelzés alatti részébe. A folyadék felszínén csak az úszót tartó drót hatol át. A mérőhenger átmérője legalább 6 mm-rel nagyobb legyen, mint az úszóé.

C.3.4. Egész- és tizedfokos osztásközökkel ellátott hőmérő (vagy hőmérséklet érzékelő), amely 10–40 °C tartományban képes mérni, 0,05 °C-ra van kalibrálva.

▼B

- C.3.5. Súlyok, amelyeket egy elismert tanúsító testület kalibrált.
1. megjegyzés: Kétkarú mérleg használata szintén lehetséges, az alapelv leírása a 2676/90/EGK rendelet mellékletének 1. fejezetében található, amelynek címe „Sűrűség és fajlagos sűrűség” (7. oldal).
- C.4. **Eljárás**
- Az úszót és a mérőhengert minden egyes mérés után ki kell tisztítani desztillált vízzel, és meg kell szárítani nem hullató puha papírtörlővel. Ezután ki kell öblíteni a vizsgálandó oldattal. Mihelyt a készülék nyugalmi állapotba kerül, a méréseket azonnal el kell végezni, hogy korlátozzuk a párolgással bekövetkező alkoholvesztéséget.
- C.4.1. A mérleg kalibrálása
- Bár a mérlegek általában rendelkeznek belső kalibráló rendszerrel, a hidrosztatikai mérlegnek alkalmasnak kell lennie hivatalos tanúsító testület által hitelesített súlyokkal való kalibrálásra.
- C.4.2. Az úszó kalibrálása
- C.4.2.1. Töltsük meg a mérőhengert a jelig kétszer desztillált vízzel (vagy hasonló tisztaságú vízzel, pl. mikroszűrőn átengedett vízzel, amelynek vezetőképessége 18,2 M Ω /cm) 15–25 °C hőmérsékleten, de lehetőség szerint 20 °C-on.
- C.4.2.2. Merítsük az úszót és a hőmérőt a folyadékba, mozgassuk meg abban, olvassuk le a folyadék sűrűségét, és szükség esetén korrigáljuk a leolvasott értéket úgy, hogy egyenlő legyen a víznek a mérési hőmérsékletéhez tartozó sűrűségértékével.
- C.4.3. Ellenőrzés víz–alkohol eleggyel
- C.4.3.1. Töltsük meg a mérőhengert a jelig ismert alkoholtartalmú víz–alkohol eleggyel 15–25 °C közötti hőmérsékleten, de lehetőség szerint 20 °C-on.
- C.4.3.2. Merítsük be az úszót és a hőmérőt a folyadékba, mozgassuk meg abban, olvassuk le a sűrűségét (vagy az alkoholtartalmat, ha lehetséges.) Az így leolvasott alkoholtartalom-értéknek egyenlőnek kell lenni a korábban meghatározott alkoholtartalom-értékkel.
2. megjegyzés: Ez az ismert alkoholtartalmú oldat az úszó kalibrálására is felhasználható a kétszeresen desztillált víz helyett.
- C.4.4. A párlat sűrűségének mérése (vagy alkoholtartalmának mérése, ha a berendezés ezt lehetővé teszi)
- C.4.4.1. Töltsük a vizsgálandó mintát a mérőhengerbe a felső jelzésig.
- C.4.4.2. Merítsük bele az úszót és a hőmérőt a folyadékba, mozgassuk meg abban, olvassuk le a berendezésről a folyadék sűrűségét (vagy alkoholtartalmát, ha lehetséges). Jegyezzük fel a hőmérsékletet, ha a sűrűséget t °C-on mértük (ρ_t).
- C.4.4.3. Korrigáljuk a ρ_t -t 20 °C-ra a víz–alkohol elegyek pT sűrűség–hőmérséklet táblázata segítségével (az OIV elemzési módszereinek kézikönyve II. függelékének II. táblázata (1994), 17–29. oldal).
- C.4.5. Az úszó és a mérőhenger tisztítása
- C.4.5.1. Merítsük az úszót a mérőhengerben lévő tisztítóoldatba.
- C.4.5.2. Hagyjuk az úszót ázni egy óráig, és időnként forgassuk meg.
- C.4.5.3. Öblítsük le bőséges mennyiségű csapvízzel, majd desztillált vízzel.
- C.4.5.4. Szárítsuk meg anyagát nem hullató, puha papírtörlővel.
- Végezzük el ezt az eljárást az úszó első használatánál, majd utána szükség szerinti rendszerességgel.
- C.4.6. Eredmények
- A ρ_{20} sűrűség felhasználásával számoljuk ki a valódi alkoholtartalmat az alábbi táblázat segítségével:
- Az alkohol–víz elegy alkoholtartalmát (%V/V) 20 °C-on a 20 °C-on mért sűrűség függvényében magadó táblázat, a Nemzetközi Törvény-

▼B

széki Mérésügyi Szervezet 22. ajánlásában elfogadott nemzetközi táblázat.

C.5. A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontosság)**C.5.1. A körvizsgálatok statisztikai eredményei**

A következő adatokat egy olyan nemzetközi módszertani körvizsgálatból származnak, amelyet nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint végeztek [1] [2].

A körvizsgálat éve: 1 997

A laboratóriumok száma: 12

Minták száma: 6

Minták	A	B	C	D	E	F
Laboratóriumok száma kiesők nélkül	12	10	11	12	11	9
A kiesők (laboratóriumok) száma	–	2	1	–	1	2
Elfogadott eredmények száma	24	20	22	24	22	18
Átlagérték (\bar{x}) térfogatszázalékban	23,80	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,51 (*)			43,09 (*)	45,89 (*)	63,44 (*)
Az ismételhetőség szórása (S_r) térfogatszázalékban	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Az ismételhetőségi határ (r) térfogatszázalékban	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
A reprodukálhatóság szórása (S_R) térfogatszázalékban	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Reprodukálhatósági határ (r) térfogatszázalékban	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

Mintatípusok:

A gyümölcslikőr: osztott szintek (*)

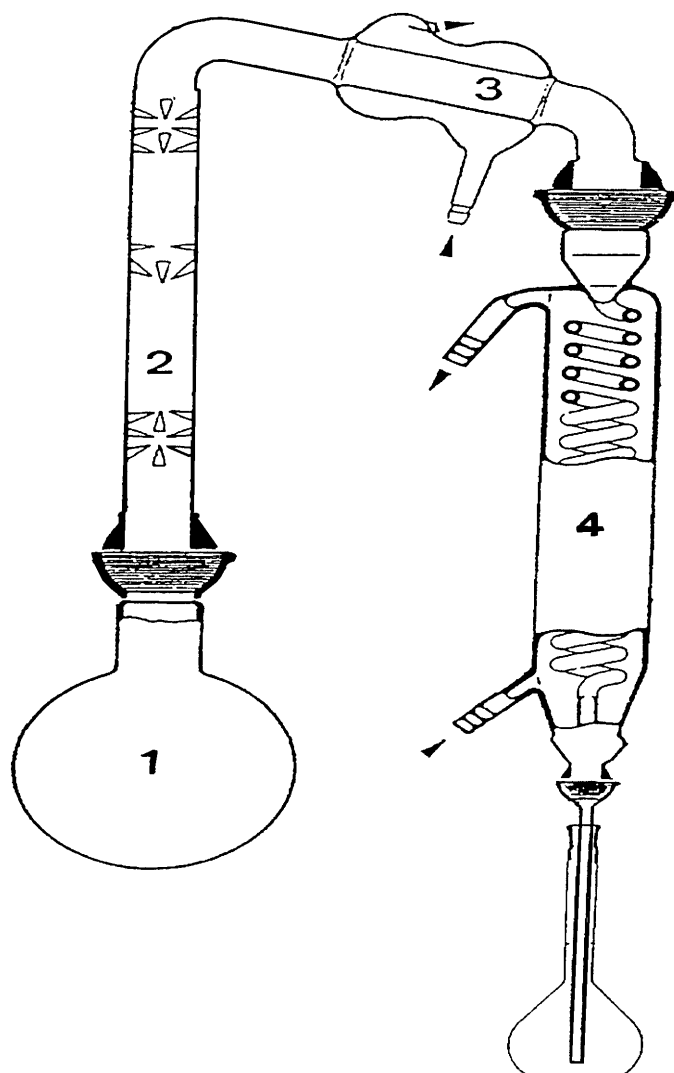
B borpárlat: rejtett párhuzamosok

C whisky: rejtett párhuzamosok

D grappa: osztott szintek (*)

E aquavit: osztott szintek (*)

F rum: osztott szintek (*)

▼B

1. ábra: Destilációs apparátúra a mérésre a tényleges térfogatnyi alkoholtartalom
a szeszélyes italokban

- 1 literes gömbömbik, normál félgömb csiszolattal.
- 20 cm-es Vigreux-rektifikálóoszlop.
- 10 cm-es West-hűtő.
- 40 cm-es hűtőspirál.

▼B**II. SZESZESITALOK ÖSSZES SZÁRAZEXTRAKT-TARTALMÁNAK GRAVIMETRIKUS MEGHATÁROZÁSA****1. Alkalmazhatóság**

Az 1576/89/EGK rendelet ezt a módszert csak olyan aquavitminta vizsgálatára írja elő, amelynek szárazextrakt-tartalma nem haladja meg a 15 g/l-t.

2. Rendelkező hivatkozások

ISO 3696:1987: Víz: analitikai laboratóriumi használatra. Követelmények és vizsgálati módszerek.

3. Fogalommeghatározás

Az összes szárazextrakton vagy összes szárazanyagon a meghatározott fizikai körülmények között nem illó összes anyagot értjük.

4. A módszer elve

Megmérjük a szeszesitalnak a forrásban lévő vízfürdőben történő bepárlása és a maradék szárítókamrában történő szárítása után megmaradó extraktumát.

5. Készülékek és eszközök

5.1. 55 mm átmérőjű, lapos fenekű, hengeres bepárlócsésze.

5.2. Forrásban lévő vízfürdő.

5.3. A. osztályú, 25 mm-es pipetta.

5.4. Szárítószekrény.

5.5. Exszikkátor.

5.6. 0,1 mg pontosságú analitikai mérleg

6. Mintavétel és minták

A mintákat elemzés előtt tároljuk szobahőmérsékleten.

7. Eljárás

7.1. Pipettázzunk egy előzőleg lemért, lapos fenekű, hengeres, 55 mm átmérőjű bepárlócsészébe 25 ml szeszesitalt, amelynek szárazanyag-tartalma legfeljebb 15 g/l. A bepárlás első órájában a párologtató csészét a forrásban lévő vízfürdő fedelére helyezzük, úgy, hogy a folyadék ne legyen forrásban, mivel a kifröccsenés veszteséget okozhat. Hagyjuk a csészét még egy óráig közvetlenül a forrásban lévő vízfürdő gőzében.

7.2. A szárítást úgy fejezzük be, hogy a bepárlócsészét szárítószekrénybe helyezzük 105 °C ± 3 °C-on 2 órára. A bepárlócsészét egy exszikkátorban hagyjuk lehűlni, majd mérjük le annak tömegét.

8. Számítás

A maradék tömegét 40-nel megszorozva megkapjuk a szeszesital szárazanyag-tartalmát, és ezt g/l-ben kell megadni egy tizedes jegyre megadva.

▼B**9. A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontosság)****9.1. A körvizsgálatok statisztikai eredményei**

A következő adatokat egy olyan nemzetközi módszertani körvizsgálatból származnak, amelyet nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint végeztek [1] [2].

A körvizsgálat éve: 1 997

A laboratóriumok száma: 10

A minták száma: 4

Minták	A	B	C	D
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	9	9	8	9
A kiesők (laboratóriumok) száma	1	1	2	–
Elfogadott eredmények száma	18	18	16	18
Átlagérték(\bar{x})g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Az ismételhetőség szórása (S_r) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Az ismételhetőségi határ (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
A reprodukálhatóság szórása (S_R) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Reprodukálhatósági határ (r) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6

Mintatípusok:

A borpárlat: rejtett párhuzamosok:

B rum: osztott szintek

C grappa: osztott szintek

D aquavit: osztott szintek



III. SZESZESITALOK ILLÓANYAG- ÉS METANOLTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA

III.1. ÁLTALÁNOS MEGJEGYZÉSEK

1. Fogalommeghatározások

Az 1576/89/EGK rendelet meghatározza az etanol és metanol mellett előforduló illékony összetevők minimális szintjeit számos szeszesital esetében (rum, borászati eredetű szeszesitalok, gyümölcspárlat, stb.). Kizárólag e szeszesitalok tekintetében ezek az illóanyag-szintek megállapodás szerint egyenlőnek tekinthetők a következő vegyületek koncentrációinak összegével:

1. illó savak ecetsavban kifejezve;
2. aldehidek etanalban kifejezve, az etanal (acetaldehid) és az 1,1-dietoxi-etánban (acetál) lévő etanal-frakció összegeként kifejezve;
3. a következő, hosszabb szénláncú alkoholok: egyedileg meghatározott propán-1-ol, bután-1-ol, bután-2-ol, 2-metil-propán-1-ol és egyedileg vagy a kettő összegeként meghatározott 2-metil-bután-1-ol és 3-metil-bután-1-ol;
4. etil-acetát.

Az illó vegyületek mérésének hagyományos módszerei a következők:

- az illósavak meghatározása az illósav-tartalom mérésével,
- aldehidek (etanal és acetál), etil-acetát és alkoholok gázkromatográfiás (GC) mérésével.

2. Az illó vegyületek gázkromatográfiás vizsgálata

A fent meghatározott anyagoktól eltérő illó vegyületek gázkromatográfiás elemzése különösen érdekesnek bizonyulhat, mert meghatározható vele a lepárláskor felhasznált nyersanyag eredete és a lepárlás tényleges körülményei.

Néhány szeszesital más illóanyagokat is tartalmazhat, pl. aromás vegyületeket, amelyek az alkohol erjesztéséhez használt alapanyagokra, a szeszesitalban használt aromájára és a szeszesital egyéb különleges tulajdonságaira jellemzőek. Ezek a vegyületek fontosak az 1576/89/EGK rendelet által meghatározott követelmények értékeléséhez.

III.2. AZ ILLÓ ROKONVEGYÜLETEK GÁZKROMATOGRÁFIÁS MEGHATÁROZÁSA: ALDEHIDEK, NAGYOBB SZÉNATOMSZÁMÚ ALKOHOLOK, ETIL-ACETÁT ÉS METANOL

1. Alkalmazhatóság

Ez a módszer alkalmas szeszesitalokban a következő vegyületek gázkromatográfiás meghatározására: 1,1-dietoxi-etán (acetál), 2-metil-bután-1-ol (aktív amid-alkohol), 3-metil-bután-1-ol (izo-amid-alkohol), metanol (metil-alkohol), etil-etanoát (etil-acetát), bután-1-ol (n-butanol), bután-2-ol (sec-butanol), 2-metil-propán-1-ol (izo-butil-alkohol), propán-1-ol (n-propanol) és etanal (acetaldehid). A módszernél belső standardot használnak, például pentán-3-ol-t. A vizsgált vegyületek koncentrációját gramm/100 liter abszolút alkohol egységben fejezzük ki, és az elemzés előtt meg kell határozni a termék alkoholtartalmát. Ezzel a módszerrel a következő szeszesitalok elemezhetők: whisky, borpárlat, rum, borszesz, gyümölcspárlat és a törkölypárlat.

2. Rendelkező hivatkozások

ISO 3696/1987: Víz: analitika laboratóriumi használatra. Követelmények és vizsgálati módszerek.

3. Fogalommeghatározás

A rokonvegyületek olyan illó vegyületek, amelyek szeszesitalok erjedése, lepárlása és érlelése során az etanol mellett képződnek.

4. A módszer elve

A szeszesitalokban lévő rokonvegyületeket úgy határozzák meg, hogy a szeszesitalt vagy annak megfelelően hígított változatát gázkromatográfiás (GC) rendszerbe közvetlenül injektálják. Az injektálás előtt a

▼B

szeszisitalhoz megfelelő belső standardot adnak. A rokonvegyületeket hőmérsékletprogram segítségével megfelelő oszlopon választják szét, és lángionizációs detektorral (FID) érzékelik. Az egyes rokonvegyületek koncentrációját a belső standardhoz képest állapítják meg választényezőkből, amelyeket a szeszisital vizsgálati körülményeivel azonos körülmények között végzett kalibrációval kapunk.

5. Vegyszerek és anyagok

Hacsak a módszerleírás máshogy nem rendelkezik, csak 97 %-nál nagyobb tisztaságú reagenseket lehet használni, amelyek egy ISO által minősített szállítótól származnak, minőségi bizonyítvánnyal rendelkeznek, valamint a vizsgálatnál használt hígításnál mentesek egyéb rokonvegyületektől (ezt úgy lehet ellenőrizni, hogy az egyes rokonvegyületek standardjait tesztígításban a 6.4. pontban leírtaknak megfelelően kromatográfiás körülmények között vizsgáljuk), és csak az ISO 3696 szabványa szerinti legalább 3-as tisztasági fokozatú vizet használjunk. Az acetált és az acetaldehidet sötét helyen kell tárolni 5 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten. Az összes többi reagens tárolható szobahőmérsékleten.

- 5.1. abszolút etanol (CAS 64-17-5).
- 5.2. metanol (CAS 67-56-1).
- 5.3. propán-1-ol (CAS 71-23-8).
- 5.4. 2-metil-propán-1-ol (CAS 78-33-1).
- 5.5. Elfogadható belső standardok: pentán-3-ol (CAS 584-02-1), pentán-1-ol (CAS 71-41-0), 4-metil-pentán-1-ol (CAS 626-89-1) vagy metilnonanoát (CAS 1731-84-6).
- 5.6. 2-metil-bután-1-ol (CAS 137-32-6).
- 5.7. 3-metil-bután-1-ol (CAS 123-51-3).
- 5.8. etil-acetát (CAS 141-78-6).
- 5.9. bután-1-ol (CAS 71-36-3).
- 5.10. bután-2-ol (CAS 78-92-2).
- 5.11. acetaldehid (CAS 75-07-0).
- 5.12. acetál (CAS 105-57-7).
- 5.13. 40 térfogatszázalékos etanol-oldat
- 400 ml/l etanol-oldat elkészítéséhez öntsünk 400 ml etanolt (5.1.) egy 1 literes mérőlombikba, és desztillált vízzel töltsük fel a jelig, majd keverjük össze.
- 5.14. A standard oldatok elkészítése és tárolása (a hitelesített módszerhez használt eljárás)
- Az összes standardoldatot 5 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten kell tárolni, és havonta frissen kell elkészíteni. A komponensek és oldatok tömegét 0,1 mg pontossággal fel kell jegyezni.
- 5.14.1. A standardoldat

Pipettázzuk a következő reagenseket egy 100 ml-es mérőlombikba, amelyben kb. 60 ml etanol-oldat (5.13.) van, hogy minimálisra csökkentsük a komponensek párolgását, majd etanol-oldattal (5.13.) töltsük fel a jelig, és alaposan keverjük össze. Jegyezzük fel a mérőlombik tömegét, valamint az egyes hozzáadott komponens tömegét és a lombik teljes tartalmának végső tömegét.

Összetevő	Mennyiség (ml)
metanol (5.2.)	3,0
propán-1-ol (5.3.)	3,0
2-metil-propán-1-ol (5.4.)	3,0
2-metil-bután-1-ol (5.6.)	3,0
3-metil-bután-1-ol (5.7.)	3,0
etil-acetát (5.8.)	3,0

▼B

Összetevő	Mennyiség (ml)
bután-1-ol (5.9.)	3,0
bután-2-ol (5.10.)	3,0
acetaldehid (5.11.)	3,0
acetál (5.12.)	3,0

1. megjegyzés: Ajánlatos az acetált és az acetaldehidet adagolni utólag, hogy minimalizáljuk a párolgási veszteséget.

5.14.2 *B* standardoldat

Pipettával töltünk 3 ml pentán-3-ol-t vagy egyéb megfelelő belső standardot (5.5.) egy 100 ml-es mérőlombikba, amelyben kb. 80 ml etanol-oldat van (5.13.), majd etanol-oldattal (5.13.) töltjük fel a jelig, és alaposan keverjük össze.

Jegyezzük fel a lombik tömegét, a pentán-3-ol tömegét vagy, más belső standard használata esetén, annak a tömegét és végül a lombik teljes tartalmának végső tömegét.

5.14.3 *C* standardoldat

Pipettával töltünk 1 ml *A* oldatot (5.14.1.) és 1 ml *B* oldatot (5.14.2.) egy 100 ml-es mérőlombikba, amelyben körülbelül 80 ml etanol-oldat van (5.13.), töltjük fel a jelig etanol-oldattal (5.13.), majd alaposan keverjük össze.

Jegyezzük fel a lombik, az egyes hozzáadott komponensek és a teljes tartalom végső tömegét.

5.14.4 *D* standardoldat

Az analitikai folyamatosság betartása céljából készítsünk minőség-ellenőrzési standardot (ME) az előzőleg elkészített *A* standardból (5.14.1.). Pipettával töltünk 1 ml *A* oldatot (5.14.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba, amely körülbelül 80 ml etanol-oldatot (5.13.) tartalmaz, majd töltjük fel a lombikot a jelig etanol-oldattal (5.13.), és alaposan keverjük össze.

Jegyezzük fel a lombik, az egyes hozzáadott komponensek és a teljes tartalom végső tömegét.

5.14.5 *E* standardoldat

Pipettával töltünk 10 ml *B* oldatot (5.14.2.) egy 100 ml-es mérőlombikba, amelyben körülbelül 80 ml etanol-oldat van (5.13.), és etanol-oldattal (5.13.) töltjük fel a jelig az oldatot, majd alaposan keverjük össze.

Jegyezzük fel a lombik, az egyes hozzáadott komponensek és a teljes tartalom végső tömegét.

5.14.6 A lángionizációs detektor (FID) jele linearitásának ellenőrzésére szolgáló standardoldatok

Külön 100 ml-es mérőlombikokba, amelyek körülbelül 80 ml etanolt (5.13.) tartalmaznak, pipettával töltünk az *A* oldatból 0; 0,1; 0,5; 1,0; 2,0 ml *A* oldatot (5.14.1.) és 1 ml *B* oldatot (5.14.2.), majd etanol-oldattal (5.13.) töltjük fel a lombikot a jelig, és alaposan keverjük össze.

Jegyezzük fel a lombik, az egyes hozzáadott komponensek, és a teljes tartalom végső tömegét.

5.14.7 Minőség-ellenőrzési (ME) standardoldat

Pipettával töltünk 9 ml *D* standardoldatot (5.14.4.) és 1 ml *E* standardoldatot (5.14.5.) egy mérőedényben, és alaposan keverjük össze.

Jegyezzük fel a lombik, az egyes hozzáadott komponensek és a teljes tartalom végső tömegét.

6. Készülékek és eszközök

6.1. A sűrűség és az alkoholtartalom mérésére alkalmas készülék

6.2. Analitikai mérleg, amely négy tizedesjegy pontosságig mér.

▼B

- 6.3. Hőmérséklet-programozóval ellátott gázkromatográf, amelyhez lángionizációs detektor, integrátor vagy egyéb adatfeldolgozórendszer csatlakozik, és mellyel mérhetők a csúcsterületek, illetve a csúcsmagasságok.
- 6.4. Gázkromatográfiás oszlopok, amelyekkel úgy választhatók szét a vizsgált anyagok, hogy legalább 1,3 legyen a minimális felbontás az egyes komponensek között (a 2-metil-bután-1-ol és 3-metil-bután-1-ol kivételével).

2. megjegyzés: A következő oszlopok és GC körülmények megfelelő példák:

1. 1 m hosszú, 0,32 mm belső átmérőjű retenciószlop, amely egy CP-WAX 57 CB oszlophoz kapcsolódik, amely 50 m hosszú, 0,32 mm belső átmérőjű és 0,2 µm filmvastagságú (stabilizált polietilén-glikol), majd ezt követi egy Carbowax 400-as oszlop, amely 50 m hosszú, 0,32 mm belső átmérőjű és 0,2 µm filmvastagságú. (Az oszlopok speciális „press-fit” csatlakozókkal vannak összekapcsolva.)

Vivőgáz és nyomás: hélium (135 kPa)

Az oszlop hőmérséklete: 35 °C 17 percig, 35–70 °C 12 °C/perc fűtési sebességgel és 70 °C 25 percen keresztül.

Az injektor hőmérséklete: 150 °C

A detektor hőmérséklete: 250 °C

Az injektált térfogat: 1 µl, 20–100:1 arányú osztás

2. 1 m hosszú, 0,32 mm belső átmérőjű üres retenciószlop, amelyhez egy 50 m hosszú, 0,32 mm belső átmérőjű és 0,2 µm filmvastagságú CP-WAX 57 CB oszlop kapcsolódik (stabilizált polietilén-glikol). (Az oszlopok speciális „press-fit” csatlakozókkal vannak összekapcsolva.)

Vivőgáz és nyomás: hélium (65 kPa)

Az oszlop hőmérséklete: 35 °C 10 percig, 35–110 °C 5 °C/perc fűtési sebességgel, 110–190 °C, 30 °C/perc fűtési sebességgel, 190 °C 2 percen keresztül.

Az injektor hőmérséklete: 260 °C

Az detektor hőmérséklete: 300 °C

Az injektált térfogat: 1 µl, elosztva 55:1

3. Töltött oszlop (5 % CW 20M, Carbowax B) 2 m hosszú, 2 mm belső átmérőjű

Az oszlop hőmérséklete: 65 °C 4 percig, 65–140 °C 10 °C/perc fűtési sebességgel, 140 °C 5 percen keresztül, 140–150 °C 5 °C/perc fűtési sebességgel, 150 °C 3 percen keresztül.

Az injektor hőmérséklete: 65 °C

Az detektor hőmérséklete: 200 °C

Az injektált térfogat: 1 µl

▼B**7. Mintavétel és minták****7.1. Laboratóriumi minta**

A beérkezést követően minden egyes minta alkoholtartalmát meg kell mérni (6.1.).

8. Eljárás (validált módszer esetében)**8.1. Vizsgált mintarész**

8.1.1. Mérjük le egy megfelelő, légmentesen záródó mérőedényt, és jegyezzük fel a tömegét.

8.1.2. Pipettával mérjük 9 ml laboratóriumi mintát az edénybe és jegyezzük fel a tömegét (M_{minta}).

8.1.3. Adjunk hozzá 1 ml *E* standaroldatot (5.14.5.) és jegyezzük fel a tömegét (M_{IS}).

8.1.4. Rázzuk össze erőteljesen a vizsgálati anyagot (legalább 20 forgatással). A mintákat 5 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten kell tárolni az illóanyag veszteségek csökkentése céljából.

8.2. Vakpróba

8.2.1. Négy tizedes pontosságú mérlegen (6.2.), mérjük le egy megfelelően záródó mérőedényt és jegyezzük fel a tömegét.

8.2.2. Pipettával mérjük 9 ml 400 ml/l töménységű etanol-oldatot (5.13.) a mérőedénybe és jegyezzük fel a tömegét.

8.2.3. Adjunk hozzá 1 ml *E* standardoldatot (5.14.5.) és jegyezzük fel a tömeget.

8.2.4. Rázzuk össze erőteljesen a vizsgálandó anyagot (legalább 20 forgatással). A mintákat 5 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten kell tárolni az illóanyag veszteségek csökkentése céljából.

8.3. Előzetes vizsgálat

Injektáljunk a készülékbe *C* standardoldatot (5.14.3.) annak ellenőrzésére, hogy az összes vizsgált anyag minimum 1,3-as felbontással szétválik (kivéve a 2-metil-bután-1-ol-t és a 3-metil bután-1-ol-t).

8.4. Kalibrálás

A kalibrálást a következő eljárással kell ellenőrizni. A detektorjel linearitását belső standardot (BS) tartalmazó standardoldatokból (5.14.6) három párhuzamos injektálással ellenőrizzük. Az integrátor csúcsterületekből vagy csúcsmagasságokból mindegyik injektálásra számítsuk ki mindegyik rokon vegyületre az *R* hányadost, és ábrázoljuk azt a rokon vegyület és a belső standard (BS) koncentrációviszonyának függvényében. Lineáris görbét kell kapnunk, amelynek korrelációs koefficiense legalább 0,99.

$$R = \frac{\text{A rokonvegyület csúcsterülete vagy -magassága}}{\text{Az BS csúcsterülete vagy -magassága}}$$

$$C = \frac{\text{A rokonvegyület koncentrációja } (\mu\text{g/g})}{\text{Az BS koncentrációja } (\mu\text{g/g})}$$

8.5. Meghatározás

Injektáljunk a *C* standardoldatból (5.14.3.) és kétszer a minőség-ellenőrzési standardoldatból (5.14.7.). Ezt követően ismeretlen mintákkal folytassuk (melyeket a 8.1. és a 8.2. pontok szerint készítenek el), és iktassunk be 1 minőség-ellenőrzési standardoldatot minden 10. minta után az analitikai stabilitás ellenőrzésére. Injektáljunk *C* standardoldatot (5.14.3.) minden 5. minta után.

9. Számítások

Automatikus adatfeldolgozó rendszer használható, feltéve, hogy az adatok az alábbi módszerben leírt alapelveket felhasználva ellenőrizhetők.

▼B

Mérjük meg a rokonvegület és a belső standard csúcsmagasságait vagy csúcsterületeit.

9.1. A detektor választényezőjének számítása

A *C* standardoldat (5.14.3.) kromatogramjából számítsa ki a választényezőt minden egyes rokonvegületre az (1) egyenletet használva.

$$(1) \text{ Választényező} = \frac{\text{Az BS csúcsterülete vagy csúcsmagassága}}{\text{A rokonvegület csúcsterülete vagy csúcsmagassága}} \times \frac{\text{A rokonvegület koncentrációja } (\mu\text{g/g})}{\text{Az BS koncentrációja } (\mu\text{g/g})}$$

ahol:

BS = belső standard

rokonvegület koncentrációja = a rokonvegület koncentrációja a *C* oldatban (5.14.3.)

BS koncentrációja = a belső standard koncentrációja a *C* oldatban (5.14.3.).

9.1.2. A minták vizsgálata

Az alább megadott (2) egyenlettel számítjuk ki a mintákban lévő egyes rokonvegületek koncentrációját.

(2) A rokonvegület koncentrációja ($\mu\text{g/g}$) =

$$\frac{\text{A rokonvegület csúcsterülete vagy magassága}}{\text{Az BS csúcsterülete vagy magassága}} \times \frac{M_{\text{IS}} (\text{g})}{M_{\text{MINTA}} (\text{g})} \times \text{BS konc. } (\mu\text{g/g}) \times \text{RF}$$

ahol

M_{minta} = a minta tömege (8.1.2.);

M_{BS} = a belső standard tömege (8.1.3.);

BS konc. = a belső standard koncentrációja az *E* oldatban (5.14.5.);

RF = az (1) egyenletből kiszámított választényező.

9.1.3. A minőség-ellenőrzési standardoldat vizsgálata

Az alábbi (3) egyenletet használva számítsuk ki minden egyes rokonvegület százalékos visszanyerését a minőség-ellenőrzési standardokban (5.14.7)

$$(3) \text{ Az ME minta visszanyerési százaléka} = \frac{\text{Az analizátum koncentrációja a ME standard oldatban}}{\text{Az analizátum koncentrációja a D oldatban}} \times 100$$

A vizsgált anyag koncentrációja a minőség-ellenőrzési standardoldatban a fenti (1) és (2) egyenletből számítható ki.

9.2. A végeredmények megadása

A minták eredményei a (4) egyenlet felhasználásával μg egységből a $\text{g}/100$ liter abszolút alkohol egységre számítsuk át:

(4) Concentration in g per 100 literes absolute alcohol =

$$\text{Conc } (\mu\text{g/g}) \times \rho \times 10 / (\text{strength } (\% \text{ vol}) \times 1000)$$

ahol ρ a sűrűség kg/m^3 -ben

Az eredményeket háromértékes számjegyig és maximum egy tizedes jegyre adjuk meg, pl. 11,4 $\text{g}/100$ l abszolút alkohol.

10. **Minőségbiztosítás és minőségellenőrzés (validált módszerhez használt)**

A fent megadott (2) egyenlet felhasználásával számítsa ki az egyes rokonvegületek koncentrációját a minőség-ellenőrzési standardoldatokban, amelyeket a 8.1.1–8.1.4. pontokban leírt eljárás alapján kell elkészíteni. A (3) egyenlettel számítsa ki a százalékos visszanyerést. Ha a gyakorlati értékek az összes rokonvegületnél maximum $\pm 10\%$ -kal térnek el az elméleti értékektől, a vizsgálat elfogadható. Ha az

▼B

eltérés nagyobb, a pontatlanság okát ki kell deríteni és megfelelő, hibajavító intézkedést kell tenni.

11. A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontosság)

A körvizsgálatok statisztikai eredményei: a következő táblázatokban az alábbi vegyületek vizsgálati értékeit adjuk meg: etanal, etil-acetát, acetál, abszolút etanal, metanol, bután-2-ol, propán-1-ol, bután-1-ol, 2-metilpropán-1-ol, 2-metilbután-1-ol, 3-metilbután-1-ol.

A következő adatokat egy olyan nemzetközi módszertani körvizsgálatból származnak, amelyet nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint végeztek.

A körvizsgálat éve:	1 997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag:	etanal

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	28	26	27	27	28
A kiesők (laboratóriumok) száma	2	4	3	3	2
Elfogadott eredmények száma	56	52	54	54	56
Átlagérték(\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	63,4	71,67	130,4	38,4	28,6
				13,8 (*)	52,2 (*)
Az ismételhetőség szórása (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Az ismételhetőségi határ (r) $\mu\text{g/g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
A reprodukálhatóság szórása (S_R) $\mu\text{g/g}$	12	14	22	6,8	8,9
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Reprodukálhatósági határ (r) $\mu\text{g/g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
- B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
- C grappa: rejtett párhuzamosok
- D whisky: osztott szintek (*)
- E rum: osztott szintek (*)

A körvizsgálat éve:	1 997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag:	etil-acetát

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	24	24	25	24	24
A kiesők (laboratóriumok) száma	2	2	1	2	2
Elfogadott eredmények száma	48	48	50	48	48
Átlagérték(\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	96,8	1 046	120,3	112,5	99,1
				91,8 (*)	117,0 (*)
Az ismételhetőség szórása (S_r) $\mu\text{g/g}$	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4

▼B

Minták	A	B	C	D	E
Az ismételhetőségi határ (r) µg/g	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
A reprodukálhatóság szórása (S _R) µg/g	6,4	79	8,2	6,2	7,1
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD _R) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
 C grappa: rejtett párhuzamosok
 D whisky: osztott szintek (*)
 E rum: osztott szintek (*)

A körvizsgálat éve:	1 997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	acetál

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	20	21	22	17	21
A kiesők (laboratóriumok) száma	4	3	2	4	3
Elfogadott eredmények száma	40	42	44	34	42
Átlagérték(\bar{x})µg/g	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60 (*)	28,3 (*)
Az ismételhetőség szórása (S _r) µg/g	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD _r) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Az ismételhetőségi határ (r) µg/g	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
A reprodukálhatóság szórása (S _R) µg/g	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD _R) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
 C grappa: rejtett párhuzamosok
 D whisky: osztott szintek (*)
 E rum: osztott szintek (*)

A körvizsgálat éve:	1 997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag:	összes etanál

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	23	19	22	21	22
A kiesők (laboratóriumok) száma	1	5	2	3	2
Elfogadott eredmények száma	46	38	44	42	44
Átlagérték(\bar{n})µg/g	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8 (*)	61,8 (*)

▼B

Minták	A	B	C	D	E
Az ismételhetőség szórása (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Az ismételhetőségi határ (r) $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
A reprodukálhatóság szórása (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	15	24,1	7,3	9,0
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Reprodukálhatósági határ (r) $\mu\text{g/g}$	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
 C grappa: rejtett párhuzamosok
 D whisky: osztott szintek (*)
 E rum: osztott szintek (*)

A körvizsgálat éve:	1 997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	m eta nol

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	26	27	27	28	25
A kiesők (laboratóriumok) száma	4	3	3	1	4
Elfogadott eredmények száma	52	54	54	56	50
Átlagérték(\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	319,8	2 245	1 326	83,0	18,6
				61,5*	28,9*
Az ismételhetőség szórása (S_r) $\mu\text{g/g}$	4,4	27	22	1,5	1,3
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Az ismételhetőségi határ (r) $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
A reprodukálhatóság szórása (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Reprodukálhatósági határ (r) $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
 C grappa: rejtett párhuzamosok
 D whisky: osztott szintek *
 E rum: osztott szintek *

A körvizsgálat éve:	1 997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	4
Vizsgált anyag:	bután-2-ol

Minták	A	B	C	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	21	27	29	22
A kiesők (laboratóriumok) száma	4	3	1	3

▼B

Minták	A	B	C	E
Elfogadott eredmények száma	42	54	58	44
Átlagérték(\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83 14,12 (*)
Az ismételhetőség szórása (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,40	2,2	0,87	0,64
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Az ismételhetőségi határ (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
A reprodukálhatóság szórása (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Reprodukálhatósági határ (r) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
 C grappa: rejtett párhuzamosok
 E rum: osztott szintek (*)

A körvizsgálat éve:	1 997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	pr opá n-1 -ol

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	29	27	27	29	29
A kiesők (laboratóriumok) száma	2	4	3	2	2
Elfogadott eredmények száma	58	54	54	58	58
Átlagérték(\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	86,4	3 541	159,1	272,1 229,3 (*)	177,1 222,1 (*)
Az ismételhetőség szórása (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Az ismételhetőségi határ (r) $\mu\text{g/g}$	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
A reprodukálhatóság szórása (S_r) $\mu\text{g/g}$	5,3	150	6,5	9,0	8,1
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_r) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Reprodukálhatósági határ (r) $\mu\text{g/g}$	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
 C grappa: rejtett párhuzamosok
 D whisky: osztott szintek (*)
 E rum: osztott szintek (*)

A körvizsgálatok éve:	1 997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	pr opá n-1 -ol

▼B

Minták	A	B	C
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	20	22	22
A kiesők (laboratóriumok) száma	4	4	6
Elfogadott eredmények száma	40	44	44
Átlagérték(\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	3,79	5,57	7,54
Az ismételhetőség szórása (S_p) $\mu\text{g/g}$	0,43	0,20	0,43
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_p) (%)	11,2	3,6	5,6
Az ismételhetőségi határ (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	0,6	1,2
A reprodukálhatóság szórása (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,59	0,55	0,82
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) (%)	15,7	9,8	10,8
Reprodukálhatósági határ (r) $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
 C grappa: rejtett párhuzamosok (*)

A körvizsgálat éve: 1 997

A laboratóriumok száma: 32

A minták száma: 5

Vizsgált anyag 2-metil-propán-1-ol

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	28	31	30	26	25
A kiesők (laboratóriumok) száma	3	0	1	5	6
Elfogadott eredmények száma	56	62	60	52	50
Átlagérték(\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8 (*)	133,87 (*)
Az ismételhetőség szórása (S_p) $\mu\text{g/g}$	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_p) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Az ismételhetőségi határ (r) $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
A reprodukálhatóság szórása (S_R) $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Reprodukálhatósági határ (r) $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
 C grappa: rejtett párhuzamosok
 D whisky: osztott szintek (*)
 E rum: osztott szintek (*)

A körvizsgálat éve: 1 997

A laboratóriumok száma: 32

A minták száma: 5

Vizsgált anyag 2-metil-bután-1-ol

▼B

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	25	26	25	27	25
A kiesők (laboratóriumok) száma	3	2	3	1	2
Elfogadott eredmények száma	50	52	50	54	50
Átlagérték(\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2 (*)	61,5 (*)
Az ismételhetőség szórása (S_r) $\mu\text{g/g}$	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Az ismételhetőségi határ (r) $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
A reprodukálhatóság szórása (S_R) $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Reprodukálhatósági határ (r) $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
 C grappa: rejtett párhuzamosok
 D whisky: osztott szintek (*)
 E rum: osztott szintek (*)

A körvizsgálat éve: 1 997
 A laboratóriumok száma: 32
 A minták száma: 5
 Vizsgált anyag 3-metil-bután-1-ol

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	23	23	24	27	21
A kiesők (laboratóriumok) száma	5	5	4	1	6
Elfogadott eredmények száma	46	46	48	54	42
Átlagérték(\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4 (*)	245,6 (*)
Az ismételhetőség szórása (S_r) $\mu\text{g/g}$	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Az ismételhetőségi határ (r) $\mu\text{g/g}$	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
A reprodukálhatóság szórása (S_R) $\mu\text{g/g}$	29,8	13	21	8,5	6,7
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Reprodukálhatósági határ (r) $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok
 C grappa: rejtett párhuzamosok
 D whisky: osztott szintek (*)
 E rum: osztott szintek (*)

▼ **M1****V. ANETOL. A SZESZESITALOKBAN TALÁLHATÓ TRANZANETOL MEGHATÁROZÁSA GÁZKROMATOGRÁFIÁVAL****1. Alkalmazási terület**

Ez a módszer az ániszízésítésű szeszitalokban található transzanetol kapilláris gázkromatográfiával történő meghatározására szolgál.

2. Rendelkező hivatkozások

ISO 3696: 1987 Víz: analitikai laboratóriumi használatra. Meghatározások és vizsgálati módszerek.

3. Elv

A szeszitalok transzanetol-koncentrációjának meghatározása gázkromatográfiával (GC) történik. Egyforma mennyiségű belső standardot – pl. 4-allil-anisol (esztragol), amennyiben a minta nem tartalmaz természetes előfordulású esztragolt – kell adni a vizsgálati mintához és egy ismert koncentrációjú transzanetol referenciaoldathoz, majd mindkettőt 45 %-os etanol oldattal kell felhígítani és közvetlenül a gázkromatográfias rendszerbe injektálni. A nagy mennyiségű cukrot tartalmazó likőrök esetében a minta elkészítése és az elemzés elvégzése előtt extrahálásra van szükség.

4. Reagensok és anyagok

Az elemzés során csak minimum 98 %-os tisztaságú reagenseket szabad használni. Az ISO 3696 szerinti legalább 3-as tisztasági fokozatú vizet kell használni.

A referenciaanyagokat hűvös (4 °C) helyen, fénytől védve, alumínium tárolóedényben vagy színezett üvegű (borostyánüveg) reagensüvegben kell tárolni. A dugókat lehetőség szerint alumíniumtömítéssel kell ellátni. Használat előtt a transzanetolt ki kell „olvasztani” kristályos állapotából, de ebben az esetben a hőmérséklet soha nem haladhatja meg a 35 °C-ot.

4.1. 96 % (V/V) etanol (CAS 64-17-5)

4.2. 1-metoxi-4-(1-propenil) benzol; (transzanetol) (CAS 4180-23-8)

4.3. 4-allil-anisol (esztragol) (CAS 140-67-0), javasolt belső standard (IS)

4.4. 45 % (V/V) etanol

Adjunk 560 g desztillált vizet 378 g 96 % (V/V) etanolhoz.

4.5. Standardoldatok készítése

Valamennyi standardoldatot szobahőmérsékleten (15–35 °C), fénytől védve, alumínium tárolóedényben vagy színezett üvegű (borostyánüveg) reagensüvegben kell tárolni. A dugót lehetőség szerint alumíniumtömítéssel kell ellátni.

Mivel a transzanetol és a 4-allil-anisol vízben gyakorlatilag oldhatatlan, így azokat a 45 % (V/V) etanol (4.4.) hozzáadása előtt 96 % (V/V) etanolban (4.1.) kell feloldani.

A törzsoldatokat minden héten frissen kell elkészíteni.

4.5.1. „A” standardoldat

Transzanetol törzsoldat (koncentráció: 2 g/l)

Mérjünk be 40 mg transzanetolt (4.2.) egy 20 ml-es mérőlombikba (vagy 400 mg-ot egy 200 ml-esbe stb.). Adjunk hozzá 96 % (V/V) etanol (4.1.), majd töltsük fel jelig 45 % (V/V) etanollal (4.4.), és alaposan keverjük össze.

4.5.2. „B” belső standardoldat

Belső standard törzsoldat, pl. esztragol (koncentráció: 2 g/l)

Mérjünk be 40 mg esztragolt (4.3.) egy 20 ml-es mérőlombikba (vagy 400 mg-ot egy 200 ml-esbe stb.). Adjunk hozzá 96 % (V/V) etanol (4.1.), majd töltsük fel jelig 45 % (V/V) etanollal (4.4.), és alaposan keverjük össze.

▼ **M1**

- 4.5.3. A lángionizációs detektor lineáris érzékenységének ellenőrzésére szolgáló oldatok

Ellenőrizni kell a lángionizációs detektor lineáris érzékenységét a szeszesitalok különböző transz-anetolkoncentrációjának (0 g/l és 2,5 g/l között) elemzése érdekében. Az elemzési eljárás során az elemezendő szeszesital-vakpróbák tízszeres hígításra kerülnek (8.3.). A módszerben leírt elemzési körülmények alapján az elemezendő mintában levő transz-anetol 0, 0,05, 0,1, 0,15, 0,2 és 0,25 g/l koncentrációjának megfelelő törzsoldatokat kell készíteni a következők szerint: vegyünk az „A” törzsoldatból (4.5.1.) 0,5, 1, 1,5, 2 és 2,5 ml-t, majd pipetázzuk be ezeket egy-egy 20 ml-es mérőlombikba; mindegyik lombikba pipetázzunk be 2 ml-t a „B” belső standardoldatból (4.5.2.), majd töltsük fel jelig 45 térfogatszázalékos etanollal (4.4.), és alaposan keverjük össze.

A vakoldat (8.4.) lesz a 0 g/l koncentrációjú oldat.

- 4.5.4. „C” standardoldat

Vegyünk az „A” törzsoldatból (4.5.1.) 2 ml-t, és pipetázzuk be ezt egy 20 ml-es mérőlombikba, majd adjunk hozzá 2 ml-t a „B” belső standardoldatból (4.5.2.), majd töltsük fel jelig 45 % (V/V) etanollal (4.4.), és alaposan keverjük össze.

5. **Készülékek és berendezések**

- 5.1. Kapilláris gázkromatográf lángionizációs detektorral és integrátorral, illetve a csúcsmagasságok vagy területek mérésére képes egyéb adatkezelő rendszerrel, valamint egy automata mintavevővel vagy a kézi mintainjektáláshoz szükséges berendezéssel kiegészítve.

- 5.2. Split/splitless injektor

- 5.3. Kapilláris kolonna, például:

Hosszúság: 50 m

Belső átmérő: 0,32 mm

Filmvastagság: 0,2 µm

Állófázis: FFAP – módosított TPA, polietilén-glikol típusú térhálós porózus polimer.

- 5.4. Általános laboratóriumi berendezés: precíziós mérőüvegek, analitikai mérleg (mérési pontosság: ± 0,1 mg).

6. **Kromatográfiai körülmények**

A kolonna típusának és méreteinek, valamint a gázkromatográfiai körülményeknek olyanoknak kell lenniük, hogy az anetol és a belső standard elváljanak egymástól és minden egyéb zavaró anyagtól. Az 5.3. pontban példaként megadott kolonnával kapcsolatos tipikus körülmények a következők:

- 6.1. Vivőgáz: analitikai tisztaságú hélium
- 6.2. Áramlási sebesség: 2 ml/perc
- 6.3. Injektor hőmérséklet: 250 °C
- 6.4. Detektor hőmérséklet: 250 °C
- 6.5. Szárítóegység hőmérséklet: izotermikus, 180 °C, időtartam: 10 perc
- 6.6. Injektálási volumen: µl, split: 1:40.

7. **Minták**

A mintákat szobahőmérsékleten, fénytől és hidegtől védve kell tárolni.

8. **Eljárás**

- 8.1. Mintavizsgálat az esztragol jelenlétének meghatározása céljából

Belső standard hozzáadása nélküli vakpróbát kell végezni, hogy meggyőződjünk arról, hogy a mintában nem fordul elő természetes esztragol. Ha a mintában természetes esztragol fordul elő, akkor egy másik belső standardot kell választani (például mentolt).

▼ **M1**

Pipettázzunk be 2 ml mintát egy 20 ml-es mérőlombikba, majd töltsük fel jelig 45 % (V/V) etanollal (4.4.), és alaposan keverjük össze.

8.2. Ismeretlen minták készítése

Pipettázzunk be 2 ml mintát egy 20 ml-es mérőlombikba, adjunk hozzá 2 ml-t a „B” belső standardoldatból (4.5.2.), majd töltsük fel jelig 45 % (V/V) etanollal (4.4.), és alaposan keverjük össze.

8.3. Vakoldat

Pipettázzunk be 2 ml-t a „B” belső standardoldatból (4.5.2.) egy 20 ml-es mérőlombikba, majd töltsük fel jelig 45 % (V/V) etanollal (4.4.), és alaposan keverjük össze.

8.4. Lineáris érzékenységeteszt

Az elemzés megkezdése előtt ellenőrizzük a lángionizációs detektor lineáris érzékenységét úgy, hogy egymás után háromszor elvégezzük minden egyes lineáris standardoldat (4.5.3.) elemzését.

Az integrátor által az egyes injektálásokra vonatkozóan adott csúcsterületek vagy csúcsmagasságok alapján ábrázoljuk grafikonon az anyadát-koncentrációt (g/l) az egyes R-arányok függvényében.

$R = \text{a transznetol csúcsmagassága vagy területe osztva az esztragol csúcsmagasságával vagy területével.}$

Eredményként egy lineáris grafikont kell kapnunk.

8.5. Meghatározás

Injektáljuk be a vakoldatot (8.3.), majd a „C” standardoldatot (4.5.4.), majd az egyik lineáris standardoldatot (4.5.3.) – ami minőségellenőrző mintaként funkcionál (ennek kiválasztása az ismeretlen mintában levő transznetol valószínűsíthető koncentrációjának figyelembevételével történhet), majd az öt ismeretlen mintát (8.2.); az analitikai stabilitás biztosítása érdekében minden öt ismeretlen minta után iktassunk be egy lineáris (minőségellenőrző) mintát.

9. **Az érzékenységi tényező kiszámítása**

Mérjük meg vagy a csúcsterületeket (integrátor vagy más adatkezelő rendszer segítségével) vagy a csúcsmagasságokat (manuális integrálás) a transznetolra és a belső standardra vonatkozóan.

9.1. Az érzékenységi tényező (RF_i) kiszámítása

Az érzékenységi tényező kiszámítása az alábbiak szerint történik:

$$RF_i = (C_i/\text{terület vagy magasság}_i) \times (\text{terület vagy magasság}_{is}/C_{is})$$

ahol:

C_i a transznetol koncentrációja az „A” standardoldatban (4.5.1.)

C_{is} a belső standard koncentrációja a „B” standardoldatban (4.5.2.)

terület_i a transznetol csúcsának területe (vagy magassága)

terület_{is} a belső standard csúcsának területe (vagy magassága)

Az RF_i kiszámítása a „C” oldat öt mintájából (4.5.4.) történik.

9.2. A lineárisérzékenység-tesztoldatok elemzése

Injektáljuk be a lineárisérzékenység-tesztoldatokat (4.5.3.).

9.3. A minta elemzése

Injektáljuk be az ismeretlen mintaoldatot (8.2.).

10. **Az eredmények kiszámítása**

A transznetol-koncentráció kiszámítása az alábbi képlettel történik:

$$c_i = C_{is} \times (\text{terület vagy magasság}_i/\text{terület vagy magasság}_{is}) \times RF_i,$$

ahol:

c_i az ismeretlen transznetol-koncentráció

▼ **M1**

C_{is}	a belső standard koncentrációja az ismeretlen mintában (4.5.2.)
terület vagy magasság _i	a transznetol csúcsának területe vagy magassága
terület vagy magasság _{is}	a belső standard csúcsának területe vagy magassága
RF_i	az érzékenységi koefficiens (a 9.1. szerint számítva)

A transznetol-koncentráció kifejezése gramm/literben történik, egy tizedesjegy pontossággal.

11. **Minőségbiztosítás és -ellenőrzés**

A kromatogramoknak olyanoknak kell lenniük, hogy az anetol és a belső standard elváljanak egymástól és minden egyéb zavaró anyagtól. Az RF_i érték kiszámítása a „C” oldat (4.5.4.) öt injektálására kapott eredményekből történik. Ha a szórás koefficiens ($CV \% = (\text{standard eltérés/középvérték}) * 100$) ± 1 %-on belül van, akkor az RF_i átlagértéke elfogadható.

A fenti számítást a lineárisérzékenység-tesztoldatokból (4.5.3.) minőség-ellenőrzés céljából vett mintában található transznetol koncentrációjának a kiszámításához kell alkalmazni.

Ha a belső minőség-ellenőrzéshez kiválasztott lineáris oldat elemzéséből számított középértékek az elméleti értékük $\pm 2,5$ %-án belül vannak, akkor az ismeretlen mintákra vonatkozó eredmények elfogadhatók.

12. **A nagy mennyiségű cukrot tartalmazó szeszesitalminták és a likőrminták gázkromatográfias elemzés előtti kezelése**

Alkohol extrahálása a magas cukortartalmú szeszesitalból annak érdekében, hogy kapilláris gázkromatográfia segítségével meghatározható legyen a transznetol-koncentráció.

12.1. Elv

A likőrminta aliquot mennyiségéhez hozzáadjuk a belső standardot, méghozzá a likőrben levő analit (transznetol) koncentrációjához hasonló koncentrációban. Ehhez nátrium-foszfát-dodekahidrátot és vízmentes ammónium-szulfátot adunk. Az így kapott elegyet jól felrázzuk és lehűtjük, majd hagyjuk két réteg kialakulását, amelyek közül a felső alkoholréteget eltávolítjuk. Ennek az alkoholrétegnek az aliquot mennyiségét 45 térfogatszázalékos etanol oldattal (4.4.) hígítjuk. (Megjegyzés: ekkor nem adunk hozzá belső standardot, mert annak hozzáadása már megtörtént.) Az így kapott oldatot gázkromatográfias úton elemezzük.

12.2. Reagensek és anyagok

Az extrahálás során csak minimum 99 %-os tisztaságú reagenseket szabad használni.

12.2.1. Ammónium-szulfát, vízmentes (CAS 7783-20-2).

12.2.2. Kétfázisú nátrium-foszfát-dodekahidrát (CAS 10039-32-4).

12.3. Készülékek és berendezések

Erlenmeyer-lombikok, választólombikok, hűtőszekrény.

12.4. Eljárás

12.4.1. Mintavizsgálat az esztragol jelenlétének meghatározása céljából

Belső standard hozzáadása nélküli vak extrahálást (12.6.2.) és elemzést kell elvégezni, hogy meggyőződjünk arról, hogy a mintában nem fordul elő természetes esztragol. Ha a mintában természetes esztragol fordul elő, akkor egy másik belső standardot kell választani.

12.4.2. Extrahálás

Pipetázzunk 5 ml 96 % (V/V) etanolt (4.1.) egy Erlenmeyer-lombikba, mérjünk be ebbe a lombikba 50 mg belső standardot (4.3.), majd adjunk hozzá 50 ml mintát. Adjunk hozzá 12 g vízmentes

▼ **M1**

ammónium-szulfátot (12.2.1.) és 8,6 g kétbázisú nátrium-foszfát-dodekahidrátot (12.2.2.). Zárjuk le dugóval az Erlenmeyer-lombikot.

Rázzuk a lombikot legalább 30 percen keresztül. Ehhez használható valamilyen mechanikus rázóeszköz, kivéve a teflonbevonatú mágneses keverőrudat, mivel a teflon felszívja az analít egy részét. Megjegyzendő, hogy a hozzáadott sók nem oldódnak fel maradéktalanul.

A dugóval lezárt lombikot helyezzük legalább két órára hűtőszekrénybe ($T < 5\text{ °C}$).

Ezt követően két jól elkülönülő folyadékrétegnek és egy szilárd maradéknak kell látszania. Az alkoholrétegnek tisztának kell lennie; ellenkező esetben addig kell a hűtést folytatni, amíg a szeparálódás maradéktalanul végbe nem megy.

Amikor az alkoholréteg már tiszta, vegyünk ki abból aliquot mennyiséget (pl. 10 ml) a vizes réteg felzavarása nélkül, tegyük azt egy borostyánüveg fiolába, és jól zárjuk le.

12.4.3. Az elemzendő extrahált minta elkészítése

Hagyjuk, hogy az extraktum (12.4.2.) szobahőmérsékletűvé váljon.

Vegyünk ki 2 ml-t a szobahőmérsékletűvé vált extrahált minta alkoholrétegéből, pipetázzuk azt be egy 20 ml-es mérőlombikba, majd töltjük fel jelig 45 térfogatszázalékos etanollal (4.4.), és alaposan keverjük össze.

12.5. Meghatározás

Kövessük a 8.5. pontban leírt eljárást.

12.6. Az eredmények kiszámítása

Az eredmények kiszámítása az alábbi képlettel történik:

$$C_i = (m_{is}/V) * (\text{terület}_i/\text{terület}_{is}) * RF_i,$$

ahol:

m_{is} a kivett (12.4.2.) belső standard (4.3.) tömege (mg)

V az ismeretlen minta térfogata (50 ml)

RF_i az érzékenységi tényező (9.1.)

terület_i a transzanetol csúcsának területe

terület_{is} a belső standard csúcsának területe

Az eredmények kifejezése gramm/literben történik, egy tizedesjegy pontossággal.

12.7. Minőség-ellenőrzés és -biztosítás

Kövessük a fenti 11. pontban leírt eljárást.

13. A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontossága)

A laboratóriumok közötti körvizsgálatok statisztikai eredményei:

az anetolra vonatkozó értékeket az alábbi táblázatok tartalmazzák.

Az alábbi adatok egy a módszer teljesítőképességi jellemzőire vonatkozó, nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint elvégzett körvizsgálatból származnak.

A körvizsgálat éve	1 998
Laboratóriumok száma	16
Minták száma	10
Analít	ane tol

Pastis:

Minták	A	B	C	D	E	F
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	15	15	15	13	16	16

▼M1

Minták	A	B	C	D	E	F
A kiesők száma (laboratóriumok)	1	1	1	3	–	–
Az elfogadott eredmények száma	30	30	30	26	16	16
Középérték, g/l	1,477	1,955	1,940	1,833	1,741	1,754
Az ismételhetőség szórása (S_r), g/l	0,022	0,033	0,034	0,017	–	–
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r), %	1,5	1,7	1,8	0,9	–	–
Ismételhetőségi határ (r), g/l	0,062	0,093	0,096	0,047	–	–
A reprodukálhatóság szórása (S_R), g/l	0,034	0,045	0,063	0,037	0,058	0,042
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R), %	2,3	2,3	3,2	2,0	3,3	2,4
Reprodukálhatósági határ (R), g/l	0,094	0,125	0,176	0,103	0,163	0,119

Mintatípusok:

- A pastis, kettős vakpróba
- B pastis, kettős vakpróba
- C pastis, kettős vakpróba
- D pastis, kettős vakpróba
- E pastis, egyszeres
- F pastis, egyszeres

Egyéb ánizsízestésű szeszecitalok:

Minták	G	H	I	J
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	16	14	14	14
A kiesők száma (laboratóriumok)	–	2	1	1
Az elfogadott eredmények száma	32	28	28	28
Középérték, g/l	0,778 0,530 (*)	1,742	0,351	0,599
Az ismételhetőség szórása (S_r), g/l	0,020	0,012	0,013	0,014
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD_r), %	3,1	0,7	3,8	2,3
Ismételhetőségi határ (r), g/l	0,056	0,033	0,038	0,038
A reprodukálhatóság szórása (S_R), g/l	0,031	0,029	0,021	0,030
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD_R), %	4,8	1,6	5,9	5,0
Reprodukálhatósági határ (R), g/l	0,088	0,080	0,058	0,084

Mintatípusok:

- G ouzo, osztott*
- H ánizs, kettős vakpróba
- I ánizsízestésű likőr, kettős
- J ánizsízestésű likőr, kettős.

▼ **M1**

**VI. GLYCYRRHIZIN-SAV. A GLYCYRRHIZIN-SAV
MEGHATÁROZÁSA NAGY TELJESÍTMÉNYŰ FOLYADÉK-
KROMATOGRÁFIÁVAL**

1. Alkalmazási terület

Ez a módszer az áizsízésítésű szeszesitalokban található glycyrrhizin-sav nagy teljesítményű folyadék-kromatográfiával (HPLC) történő meghatározására szolgál. A 1576/89/EGK rendelet előírja, hogy a „patis” néven ismert valamennyi áizsízésítésű szeszesitalnak literenként 0,05 és 0,5 g közötti mennyiségű glycyrrhizin-savat kell tartalmaznia.

2. Rendelkező hivatkozások

ISO 3696: 1987: Víz: analitikai laboratóriumi használatra. Követelmények és vizsgálati módszerek.

3. Elv

A glycyrrhizin-sav koncentrációjának meghatározása nagy teljesítményű folyadékkromatográfiával történik, UV-detektálás mellett. A standardoldatot és a vizsgálati mintát szűrjük, majd külön-külön injektáljuk be közvetlenül a HPLC rendszerbe.

4. Reagensok és anyagok

Az elemzés során csak HPLC minőségű reagenset, abszolút etanolt és az ISO 3696 szerinti 3-as tisztasági fokozatú vizet szabad használni.

4.1. 96 % (V/V) etanol (CAS 64-17-5).

4.2. Ammónium-glycyrrhizinát, $C_{42}H_{62}O_{16}.NH_3$ (A glycyrrhizin-sav ammóniumsója)

(Molekulatömeg: 839,98) (CAS 53956-04-0): legalább 90 %-os tisztaság

(A glycyrrhizin-sav molekulatömege: 822,94)

4.3. Jégecet, CH_3COOH (CAS 64-19-7).4.4. Metanol, CH_3OH (CAS 67-56-1).

4.5. 50 % (V/V) etanol

1 000 ml térfogathoz 20 °C-on:

— 96 % (V/V) etanol (4.1.): 521 ml

— Víz (2.0): 511 ml.

4.6. A HPLC elúciós oldatok elkészítése

4.6.1. „A” elúciós oldat (példa)

80 (térfogat)rész víz (2.0)

20 (térfogat)rész ecetsav (4.3.)

Gáztalanítsuk az elúciós oldatot öt percen keresztül.

Megjegyzés: Ha az alkalmazott víz nem esett át mikroszűrőn, akkor ajánlatos az elkészült elúciós oldatot minimum 0,45 µm pórusméretű, szerves oldószerekhez használt szűrőn átszűrni.

4.6.2. „B” elúciós oldat

Metanol (4.4.)

4.7. Standardoldatok készítése

Két hónap elteltével valamennyi standardoldatból frisset kell készíteni.

4.7.1. „C” referenciaoldat

Mérjük be 0,1 mg pontossággal 25 mg ammónium-glycyrrhizinátot (4.2.) egy 100 ml-es mérőlombikba. Adjunk hozzá 50 % (V/V) etanolt (4.5.) és oldjuk fel az ammónium-glycyrrhizinátot. Ezt követően töltjük fel jelleg 50 % (V/V) etanollal (4.5.).

Szűrjük át szerves oldószerekhez használt szűrőn.

▼M1

- 4.7.2. Standardoldat a műszerek lineáris érzékenységének ellenőrzéséhez
- Készítsünk 1,0 g/l töménységű törzsoldatot úgy, hogy 100 mg ammónium-glycyrrhizinátot 0,1 mg pontossággal bemérünk egy 100 ml-es mérőlombikba. Adjunk hozzá 50 % (V/V) etanolt (4.5.) és oldjuk fel az ammónium-glycyrrhizinátot. Ezt követően töltsük fel jelig 50 % (V/V) etanollal (4.5.).
- Készítsünk legalább négy másik oldatot – amelyek az ammónium-glycyrrhizinát 0,05, 0,1, 0,25 és 0,5 g/l koncentrációjának felelnek meg – úgy, hogy az 1,0 g/l töménységű törzsoldatból rendre 5 ml-t, 10 ml-t, 25 ml-t és 50 ml-t pipettázunk be egy-egy 100 ml-es mérőlombikba. Ezt követően töltsük fel jelig 50 % (V/V) etanollal (4.5.), és alaposan keverjük össze.
- Valamennyi oldatot szűrjük át szerves oldószerekhez használt szűrőn.
5. **Készülékek és berendezések**
- 5.1. Elválasztó rendszer
- 5.1.1. Nagy teljesítményű folyadék-kromatográf.
- 5.1.2. Állandó vagy programozott áramlási sebesség elérését és fenntartását biztosító nagy pontosságú szivattyúrendszer.
- 5.1.3. UV spektrofotometriás detektáló rendszer: 254 nm hullámhosszra állítandó.
- 5.1.4. Oldószergáztalanító rendszer.
- 5.2. Számításra alkalmas integrátor vagy adatrögzítő, amelynek teljesítménye illeszkedik a rendszer többi részéhez.
- 5.3. Kolonna (példa):
- Anyag: rozsdamentes acél vagy üveg
- Belső átmérő: 4–5 mm
- Hosszúság: 100–250 mm
- Állófázis: oktadecillel módosított keresztkötésű szilikagél (C18), (lehetőség szerint gömb alakú) maximális szemcseméret: 5 µm.
- 5.4. Laboratóriumi berendezés
- 5.4.1. 0,1 mg mérési pontosságú analitikai mérleg
- 5.4.2. Precíziós mérőüvegek, A pontossági fokú
- 5.4.3. Mikromembrános szűrő kis volumenek esetén.
6. **Kromatográfiai körülmények**
- 6.1. Elúciós jellemzők: (példa)
- áramlási sebesség: 1 ml/perc,
- „A” oldószert = 30 %
- „B” oldószert = 70 %.
- 6.2. Detektálás:
- UV = 254 nm
7. **Eljárás**
- 7.1. A szeszital-minta elkészítése
- Szükség esetén szűrjük át 0,45 µm pórusméretű, szerves oldószerekhez használt szűrőn.
- 7.2. Meghatározás
- A kromatográfiai körülmények stabilizálását követően,
- injektáljunk be 20 µl „C” referenciaoldatot (4.7.1.),
- injektáljunk be 20 µl mintaoldatot,
- hasonlítsuk össze a két kromatogramot. A retenciós idők alapján határozzuk meg a glycyrrhizin-sav csúcsait. Mérjük meg a terüle-

▼ **M1**

tüket (vagy magasságukat) és az alábbi egyenlet segítségével két tizedesjegy pontossággal számítsuk ki a koncentrációt (g/l):

$$C = c \times \frac{h \times P \cdot 823}{H \times 100 \cdot 840}$$

ahol:

- c az elemzett szeszesitalban levő glycyrrhizin-sav koncentrációja (g/l)
- C a referenciaoldatban levő ammónium-glycyrrhizin koncentrációja (g/l)
- h az elemzett szeszesitalban levő glycyrrhizin-sav csúcsának területe (vagy magassága)
- H a referenciaoldatban levő glycyrrhizin-sav csúcsának területe (vagy magassága)
- P a referencia ammónium-glycyrrhizin tisztasága (%)
- 823 a glycyrrhizin-sav mólsúlya
- 840 az ammónium-glycyrrhizinát mólsúlya.

8. **A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontossága)**

A körvizsgálatok statisztikai eredményei:

a glycyrrhizin-savra vonatkozó értékeket az alábbi táblázat tartalmazza.

Az alábbi adatok egy a módszer teljesítőképességi jellemzőire vonatkozó, nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint elvégzett körvizsgálatból származnak.

A körvizsgálat éve	1 998
Laboratóriumok száma	16
Minták száma	5
Analit	g lyc yr hiz in- sav

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	13	14	15	16	16
A kiesők száma (laboratóriumok)	3	2	1	–	–
Az elfogadott eredmények száma	26	28	30	32	32
Középérték, g/l	0,046	0,092 0,099 (*)	0,089	0,249	0,493
Az ismételhetőség szórása (S _r), g/l	0,001	0,001	0,001	0,002	0,003
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD _r), %	1,5	1,3	0,7	1,0	0,6
Ismételhetőségi határ (r), g/l	0,002	0,004	0,002	0,007	0,009
A reprodukálhatóság szórása (S _R), g/l	0,004	0,007	0,004	0,006	0,013
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD _R), %	8,6	7,2	4,0	2,5	2,7
Reprodukálhatósági határ (R), g/l	0,011	0,019	0,010	0,018	0,037

Mintatípusok:

- A pastis, kettős vakpróba
- B pastis, osztott*
- C pastis, kettős vakpróba
- D pastis, kettős vakpróba
- E pastis, kettős vakpróba

▼ **M1**

VII. KALKONOK. NAGY TELJESÍTMÉNYŰ FOLYADÉK-
KROMATOGRÁFIÁS MÓDSZER A PASTIS
KALKONTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. **Alkalmazási terület**

Ez a módszer annak meghatározására alkalmas, hogy az ánizsízésítésű szeszes italokban található-e kalkonok vagy nem. A kalkonok a flavonoidok közé tartozó olyan természetes színezőanyagok, amelyek az édesgyökérben (*Glycyrrhiza glabra*) fordulnak elő.

Ahhoz, hogy egy ánizsízésítésű szeszes ital a „pastis” nevet kapja, tartalmaznia kell kalkonokat (1576/89/EGK).

2. **Rendelkező hivatkozások**

ISO 3696: 1987: Víz: analitikai laboratóriumi használatra – Követelmények és vizsgálati módszerek.

3. **Elv**

Az édesgyökér extraktumából referenciaoldatot készítünk. A kalkonok jelenlétének vagy hiányának a meghatározása nagy teljesítményű folyadék-kromatográfiával (HPLC) történik, UV-detektorral.

4. **Reagensek és anyagok**

Az elemzés során csak HPLC minőségű reagenseket szabad használni. Az etanolnak 96 térfogatszázalékosnak kell lennie. Kizárólag az ISO 3696 szerinti 3-as tisztasági fokozatú vizet szabad használni.

4.1. 96 % (V/V) etanol (CAS 64-17-5).

4.2. Acetonitril, CH₃CN, (CAS 75-05-8)4.3. Referenciaanyag: *Glycyrrhiza glabra*: „édesgyökér”

Durvára őrölt édesgyökér (*Glycyrrhiza glabra*). Pálcika alakú, átlagos méretű részecskék: hosszúság: 10–15 mm, vastagság: 1–3 mm.

4.4. Nátrium-acetát, CH₃COONa, (CAS 127-09-3)4.5. Jégecet, CH₃COOH, (CAS 64-19-7)

4.6. Oldatok készítése

4.6.1. 50 % (V/V) etanol

1 000 ml térfogathoz 20 °C-on:

— 96 % (V/V) etanol (4.1.): 521 ml,

— Víz (2.0): 511 ml.

4.6.2. „A” oldószer: acetonitril

HPLC analitikai minőségű acetonitril (4.2.).

Gáztalanítani.

4.6.3. „B” oldószer: 0,1 M nátrium-acetát pufferoldat, pH 4,66.

Mérjük egy mérőlombikban 8,203 g nátrium-acetátot (4.4.), adjunk hozzá 6,005 g jégecet (4.5.), majd vízzel (2) töltsük fel 1 000 ml-re.

5. **A *Glycyrrhiza glabra* referenciaextraktumának (4.3.) elkészítése**

5.1. Mérjük le 10 g őrölt édesgyökér (4.3.), és tegyük desztilláló gömblombikba

— adjunk hozzá 100 ml 50 % (V/V) etanolt (4.6.1.),

— forraljuk visszafolyó hűtőn egy órán keresztül,

— szűrjük le,

— tegyük el a szűrletet a későbbi használatához.

5.2. Vegyük ki a szűrőből az édesgyökér extraktumát

— tegyük egy desztilláló gömblombikba,

— adjunk hozzá 100 ml 50 % (V/V) etanolt (4.6.1.),

— forraljuk visszafolyó hűtőn egy órán keresztül,

▼M1

- szűrjük le és tegyük el a filtrátumot a későbbi használathoz.
- 5.3. Az édesgyökér extrahálását egymás után háromszor kell elvégezni.
- 5.4. Egyesítsük a három filtrátumot.
- 5.5. Párologtassuk el az elegy (5.4.) oldószerfázisát körforgó evaporátorral.
- 5.6. Vegyük fel az elegy (5.4.) maradék extraktumát 100 ml 50 % (V/V) etanollal (4.6.1.).
6. **Készülékek és berendezések**
- 6.1. Elválasztó rendszer
- 6.1.1. Nagy teljesítményű folyadék-kromatográf.
- 6.1.2. Állandó vagy programozott áramlási sebesség nagy nyomás melletti elérését és fenntartását biztosító szivattyúrendszer.
- 6.1.3. Spektrofotometriás detektálórendszer UV-/látható tartományban, amely 254 és 370 nm közötti hullámhosszra állítható be.
- 6.1.4. Oldószer-gáztalanító rendszer:
- 6.1.5. $40 \pm 0,1$ °C hőmérsékletűre állítható kolonna szárító.
- 6.2. Számításra alkalmas integrátor vagy adatrögzítő, amelynek teljesítménye illeszkedik az elválasztó rendszer többi részéhez.
- 6.3. Kolonna
Anyag: rozsdamentes acél vagy üveg
Belső átmérő: 4–5 mm
Állófázis: oktadecillel módosított kereszt-kötésű szilikagél (lehetőség szerint gömb alakú) (C18), maximális szemcseméret: 5 µm (kereszt-kötésű fázis).
- 6.4. Általános laboratóriumi berendezés, különösen:
- 6.4.1. analitikai mérleg (pontosság: $\pm 0,1$ mg);
- 6.4.2. desztilláló készülék visszafolyós hűtővel és – például – az alábbi elemekkel:
— 250 ml-es gömblombik normál üvegcsiszolattal,
— 30 cm hosszúságú visszafolyós hűtő, és
— hőforrás (megfelelő eszköz alkalmazásával kell elkerülni azt, hogy az extraktum tüzet fogjon).
- 6.4.3. Rotációs párologtató készülék.
- 6.4.4. Szűrőeszköz (pl. Büchner-tölcsér).
- 6.5. Kromatográfiai körülmények (példa).
- 6.5.1. Az „A” (4.6.2.) és „B” (4.6.3.) oldószer elúciós jellemzői:
— gradiens elmozdulása 20/80 (v/v) értékről 50/50 (v/v) értékre 15 perc alatt,
— gradiens elmozdulása 50/50 (v/v) értékről 75/25 (v/v) értékre öt perc alatt,
— egyenlő erősség 75/25 (v/v) értéken öt percen keresztül,
— kolonnastabilizálás az injektálások között,
— egyenlő erősség 20/80 (v/v) értéken öt percen keresztül.
- 6.5.2. Áramlási sebesség: 1 ml/perc.
- 6.5.3. Az UV-detektor beállításai:
A detektort 370 nm hullámhosszra kell beállítani a kalkonok, majd 254 nm hullámhosszra a glycyrrhizin-sav jelenlétének detektálásához.

▼ **M1**

Megjegyzés: a hullámhossz megváltoztatását (370 nm-ről 254 nm-re) a glycyrrhizin-sav elúciós csúcsának kezdete előtt 30 másodperccel kell elvégezni.

7. Eljárás**7.1. A próbaminta elkészítése**

Szűrjük át szerves oldószerekhez használt szűrőn (pórusátmérő: 0,45 µm).

7.2. A maradék édesgyökér-extraktum (5.6.) elkészítése

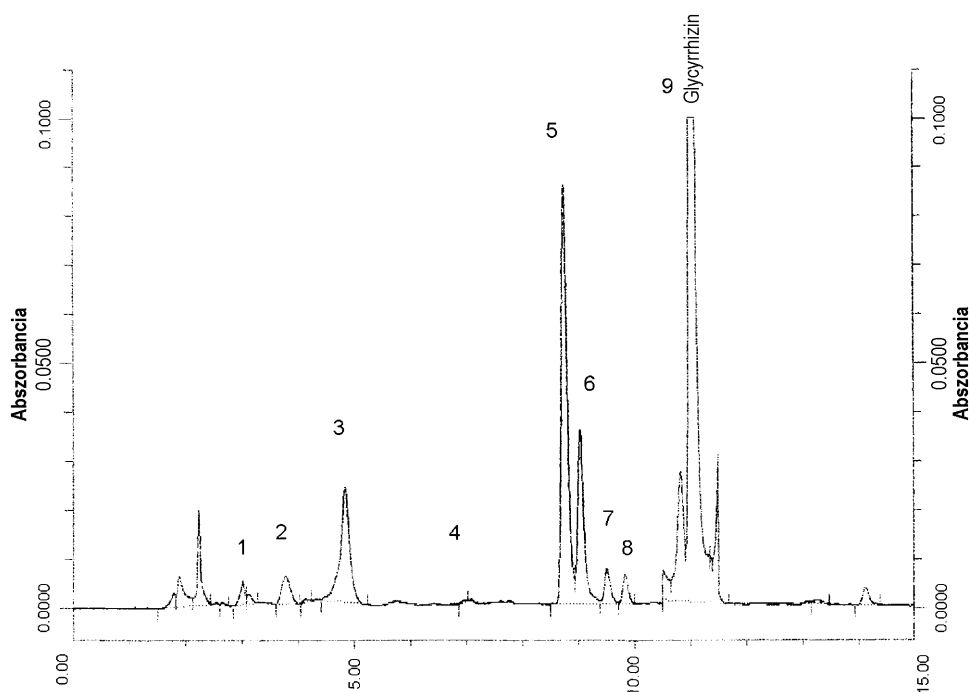
Az elemzés előtt készítsünk 1:10 arányú hígítást 50 % (V/V) etanollal (4.6.1.).

7.3. Meghatározás

7.3.1. Injektáljunk be 20 µl-t az elkészített édesgyökér-extraktumból (7.2.). Az elemzést a fenti (6.5.) kromatográfiai körülmények között végezzük el.

7.3.2. Injektáljunk be 20 µl-t a mintából (7.1.) (ánizsízésítésű szeszesital-minta). Az elemzést a fenti (6.5.) kromatográfiai körülmények között végezzük el.

7.3.3. Hasonlítsuk össze a két kromatogramot. A kalkonkilépési zónában nagy hasonlóságnak kell lennie a két kromatogram között (a fenti elemzési körülmények között 370 nm-es hullámhossznál végzett detektálás során) (lásd az 1. ábrát).

8. Egy pastis jellemző kromatogramja**9. A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontossága)**

A körvizsgálatok eredményei:

az alábbi táblázat a kalkonok pastisban és ánizsízésítésű szeszesitalokban való jelenlétét vagy hiányát kimutató módszer teljesítményét tartalmazza.

Az alábbi adatok egy, a módszer teljesítőképességi jellemzőire vonatkozó, nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint elvégzett körvizsgálatból származnak.

A körvizsgálatok éve	1 998
Laboratóriumok száma	14
Minták száma	11

▼ **M1****IX. TOJÁSSÁRGÁJA. A SZESZESITALOKBAN TALÁLHATÓ TOJÁSSÁRGÁJA KONCENTRÁCIÓJÁNAK MEGHATÁROZÁSA – FOTOMETRIÁS MÓDSZER****1. Alkalmazási terület**

Ez a módszer a tojáslikörben és a tojásalapú likörben található tojássárgája koncentrációjának 40 és 250 g/l közötti tartományban való meghatározására alkalmas.

2. Rendelkező hivatkozások

ISO 3696: 1987: Víz: analitikai laboratóriumi használatra – Meghatározások és vizsgálati módszerek.

3. Elv

A tojássárgájában található, etanolban oldható foszforvegyületeket extraháljuk és foszfor-molibdát komplexként fotometriásan mérjük.

4. Reagensok és anyagok

4.1. Kétszer desztillált víz

4.2. Kovaföld

4.3. 96 % (V/V) etanol (CAS 64-17-5)

4.4. 15 %-os magnézium-acetát (CAS 16674-78-5) oldat

4.5. 10 %-os kénsav (CAS 7664-93-9)

4.6. 1 N kénsav

4.7. 0,16 g/l töménységű kálium-dihidrogén-foszfát (CAS 778-77-0), KH_2PO_4 oldat

4.8. Reagens a foszfát meghatározásához:

oldjunk fel 20 g ammónium-molibdátot (CAS 12054-85-2), $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 400 ml vízben, 50 °C hőmérsékleten;

egy másik edényben oldjunk fel 1 g ammónium-vanadátot (CAS 7803-55-6), NH_4VO_3 300 ml forró vízben, hagyjuk kihűlni, majd adjunk hozzá 140 ml tömény salétromsavat (CAS 7697-37-2). Egyesítsük a kihűlt oldatokat egy 1 000 ml-es mérőlombikban, és töltsük fel az 1 000 ml-es jelig.

5. Készülékek és berendezések

5.1. 100 ml-es Erlenmeyer-lombik

5.2. Ultrahangos fürdő (vagy mágneses keverő)

5.3. 100 ml-e mérőlombik

5.4. 20 °C-os vízfürdő

5.5. Szűrő (4. sz. Whatman vagy ezzel egyenértékű)

5.6. Porcelán (vagy platina) tégely

5.7. Forró vízfürdő

5.8. Főzőlap

5.9. Tokos kemence

5.10. 50 ml-es mérőlombik

5.11. 20 ml-es mérőlombik

5.12. 420 nm-es hullámhosszra beállított spektrofotométer

5.13. 1 cm-es kivetta.

6. Minták

Elemzésük előtt a minták tárolása szobahőmérsékleten történik.

7. Eljárás

7.1. Minta előkészítése

7.1.1. Mérjük be 10 g mintát egy 100 ml-es Erlenmeyer-lombikba (5.1.).

▼ **M1**

- 7.1.2. Apró adagokban adjunk hozzá keverés mellett fokozatosan 70 ml etanolt (4.3.), és tegyük ultrahangos fürdőbe (5.2.) 15 percre (vagy keverjük az elegyet mágneses keverővel (5.2.) 10 percen keresztül szobahőmérsékleten).
- 7.1.3. Töltsük át a lombik tartalmát egy 100 ml-es mérőlombikba (5.3.), etanolos (4.3.) öblítés mellett. Töltsük fel jelig etanollal (4.3.), és tegyük a lombikokat 20 °C hőmérsékletű vízfürdőbe (5.4.). Töltsük fel jelig 20 °C-on.
- 7.1.4. Adjunk hozzá kis mennyiségű kovaföldet (4.2.), és szűrjük le (5.5.) úgy, hogy az első 20 ml-t eldobjuk.
- 7.1.5. Töltsünk át 25 ml-t a filtrátumból egy porcelán (vagy platina) tégelybe (5.6.). A filtrátumot ezután forró vízfürdőben (5.7.) végzett enyhe párologtatás mellett kell besűríteni 5 ml 15 %-os magnézium-acetát oldat (4.4.) hozzáadása mellett.
- 7.1.6. Tegyük a tégelyeket főzőlapra (5.8.), és megszáradásig melegítsük azokat.
- 7.1.7. Tokos kemencében (5.9.) 600 °C-ra izzítva hamvasszuk el a maradékot – amíg a hamu fehér színűvé nem válik – minimum másfél órán keresztül, vagy egy éjszakán át.
- 7.1.8. A hamut vegyük fel 10 ml 10 %-os kénsavval (4.5.), és desztillált vízzel (4.1.) kiöblítve töltsük át egy 50 ml-es mérőlombikba (5.10.), majd desztillált vízzel (4.1.) töltsük fel jelig szobahőmérsékleten. Ennek a hamuoldatnak 5 ml-es aliquot mennyiségét kell felhasználni a fotometriás foszfátmérés mintaoldatának az elkészítéséhez.
- 7.2. Fotometriás foszfátmérés
- 7.2.1. Összehasonlító oldat
- 7.2.1.1. Tegyük 10 ml 10 %-os kénsavat (4.5.) egy 50 ml-es mérőlombikba (5.10.), és töltsük fel jelig desztillált vízzel (4.1.).
- 7.2.1.2. Ennek az oldatnak (7.2.1.1.) egy 20 ml-es mérőlombikban (5.11.) levő, 5 ml-es aliquot részéhez adjunk 1 ml 1 N kénsavat (4.6.) és 2 ml foszfátreagenst (4.8.), majd töltsük fel 20 ml-re desztillált vízzel (4.1.).
- 7.2.1.3. Zárjuk le lazán behelyezett dugóval, rázzuk fel és melegítsük forró vízfürdőben (5.7.) 10 percen keresztül, majd hűtsük le 20 °C hőmérsékletű vízfürdőben (5.4.) 20 percen keresztül.
- 7.2.1.4. Töltsünk meg ezzel az összehasonlító oldattal egy 1 cm-es küvettát (5.13.).
- 7.2.2. Mintaoldat
- 7.2.2.1. A hamuoldatnak (7.1.8.) egy 20 ml-es mérőlombikban (5.11.) levő, 5 ml-es aliquot részéhez adjunk 1 ml 1 N kénsavat (4.6.) és 2 ml foszfát reagenst (4.8.), majd töltsük fel 20 ml-re desztillált vízzel (4.1.).
- 7.2.2.2. Zárjuk le lazán behelyezett dugóval, rázzuk fel és melegítsük forró vízfürdőben (5.7.) 10 percen keresztül, majd hűtsük le 20 °C hőmérsékletű vízfürdőben (5.4.) 20 percen keresztül.
- 7.2.2.3. A kapott sárga színű oldatot egy 1 cm-es küvettában (5.13.) azonnal vessük alá spektrofotometriás (5.12.) elemzésnek 420 nm-es hullámhosszon az összehasonlító oldattal (7.2.1.4.) szemben.
- 7.2.3. Kalibrációs görbe
- 7.2.3.1. A kalibrációs görbe elkészítése érdekében adjunk a foszfát reagensből (4.8.) 2 ml-es aliquot részeket olyan 20 ml-es mérőlombikokba (5.11.), amelyek 1 ml 1 N kénsavat (4.6.) és egyenként 0, 2, 4, 6, 8 és 10 ml kálium-dihidrogén-foszfát oldatot (4.7.) tartalmaznak, majd töltsük fel azokat jelig desztillált vízzel (4.1.).
- 7.2.3.2. Zárjuk le lazán behelyezett dugóval, rázzuk fel és melegítsük forró vízfürdőben (5.7.) 10 percen keresztül, majd hűtsük le 20 °C hőmérsékletű vízfürdőben (5.4.) 20 percen keresztül, és egy 1 cm-es küvettában (5.13.) vessük alá spektrofotometriás (5.12.) elemzésnek 420 nm-es hullámhosszon az összehasonlító oldattal (7.2.1.4.) szemben.

▼ M1

7.2.3.3. A kalibráló görbe elkészítése:

kálium-dihidrogén-foszfát oldat (ml)	0	2	4	6	8	10
P ₂ O ₅ (mg)	0	0,167	0,334	0,501	0,668	0,835

8. **Az eredmények megadása**

A tojássárgája tartalom (g/l) kiszámítása az alábbi képlettel történik:

$$\text{tojássárgája (g/l)} = (\text{mg}) \text{ P}_2\text{O}_5 \times \frac{110 \times \text{sűrűség}}{E/40}$$

ahol:

110 a 100 g tojássárgájában levő összes P₂O₅ (g) konverziós tényezőjeP₂O₅ (mg) a kalibrációs görbéből meghatározott érték

sűrűség a tojásalapú likőr egységnyi térfogatra eső tömege (g/ml) 20 °C hőmérsékleten

E a tojásalapú likőr tömege (g)

40 az 5 ml-es aliquot mennyiségű hamuoldat hígítási tényezője.

9. **A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontossága)**

A körvizsgálat statisztikai eredményei:

a tojássárgájára vonatkozó értékeket az alábbi táblázat tartalmazza.

Az alábbi adatok egy a módszer teljesítményjellemzőire vonatkozó, nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint elvégzett körvizsgálatokból származnak.

A körvizsgálat éve	1 998
Laboratóriumok száma	24
Minták száma	5
Analit	tojássárgája

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	19	20	22	20	22
A kiesők száma (laboratóriumok)	3	4	2	4	2
Az elfogadott eredmények száma	38	40	44	40	44
Középérték	147,3	241,1	227,4	51,9 (*) 72,8 (*)	191,1
Az ismételhetőség szórása (S _p), g/l	2,44	4,24	3,93	1,83	3,25
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD _p), %	1,7	1,8	1,8	2,9	1,7
Ismételhetőségi határ (r), g/l	6,8	11,9	11,0	5,1	9,1
A reprodukálhatóság szórása (S _R), g/l	5,01	6,06	6,66	3,42	6,87
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD _R), %	3,4	2,5	2,9	5,5	3,6
Reprodukálhatósági határ (R), g/l	14,1	17,0	18,7	9,6	19,2

Mintatípusok:

A Advocaat, kettős vakpróba

B Advocaat, kettős vakpróba

C Advocaat, kettős vakpróba

▼ M1

- D Advocaat (hígított), osztott*
- E Advocaat, kettős vakpróba