

32000R2870

29.12.2000

ОФИЦИАЛЕН ВЕСТНИК НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ

L 333/20

РЕГЛАМЕНТ (ЕО) № 2870/2000 НА КОМИСИЯТА
от 19 декември 2000 година
относно определяне на референтни методи на Общността за анализ на спиртните напитки

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската общност,

като взе предвид Регламент (ЕО) № 1576/89 на Съвета от 29 май 1989 г. за установяване на общи правила за дефинирането, описанието и представянето на спиртни напитки ⁽¹⁾, изменен с Акта за присъединяване на Австрия, Финландия и Швеция, и по-специално член 4, параграф 8 от него,

като има предвид, че:

- (1) Член 4, параграф 8 от Регламент (ЕИО) № 1576/89 предвижда приемане на методи, които трябва да бъдат използвани за анализ на спиртни напитки. Референтните методи трябва да се използват, за да гарантират съответствие с Регламент (ЕИО) № 1576/89 и с Регламент (ЕИО) № 1014/90 на Комисията от 24 април 1990 г. за установяване на общи правила за дефинирането, описанието и представянето на спиртни напитки ⁽²⁾, последно изменен с Регламент (ЕО) № 2140/98 ⁽³⁾, в случаите когато се извършва официален контрол или в случай на спор.
- (2) Доколкото е възможно, би било полезно да се приемат общоприетите методи и да се опишат като референтни методи на Общността за анализ.
- (3) С цел да се вземат под внимание научните постижения и различията в оборудването на официалните лаборатории, използването на методи, които се основават на принципи на измерване, различни от референтните методи, описани в приложението към настоящия регламент, се разрешава на отговорност на директора на лабораторията, когато тези методи предполагат наличието на достатъчни гаранции за резултатите и по-конкретно отговарят на критериите, включени в приложението към Директива 85/591/ЕИО на Съвета от 20 декември 1985 г. относно въвеждане на методи на Общността за вземане на проби и анализ с цел осъществяване на контрол на хранителните продукти, предназначени за консумация от човека ⁽⁴⁾, както и ако може да се докаже, че отклоненията в точността, повторемостта и възпроизводимостта на получените резултати са в рамките на резултатите, получени с помощта на референтните методи, описани в настоящия регламент. Ако това условие е изпълнено, разрешава се използването на други методи за анализ. Въпреки това е важно да се уточни, че при наличие на спор другите методи не могат да заменят референтните методи.

- (4) Мерките, предвидени в настоящия регламент, са в съответствие със становището на Изпълнителния комитет по спиртните напитки,

ПРИЕ НАСТОЯЩИЯ РЕГЛАМЕНТ:

Член 1

Референтните методи на Общността за анализ на спиртни напитки, които имат за цел да гарантират съответствие с Регламент (ЕИО) № 1576/89 и Регламент (ЕИО) № 1014/90:

- при наличието на официален контрол, или
- в случай на спор,

са методите, представени в приложението към настоящия регламент.

Член 2

Чрез дерогация от член 1, първо тире се разрешава използването на други методи за анализ, на отговорност на директора на лабораторията, при условие че точността и прецизността (повторяемост и възпроизводимост) на тези методи са най-малкото равностойни на съответните референтни методи за анализ, съдържащи се в приложението.

Член 3

В случаите, когато не са установени референтни методи за анализ на Общността за откриване и квалифициране на вещества, съдържащи се в конкретна спиртна напитка, се използват следните методи:

- а) методи за анализ, които са потвърдени чрез международно признати процедури и по-конкретно отговарят на критериите, посочени в приложението към Директива 85/591/ЕИО;
- б) методи за анализ, които са в съответствие с препоръчаните стандарти на Международната организация по стандартизация (ISO);
- в) методи за анализ, които са признати от Общото събрание на Международната организация по лозята и виното (OIV) и публикувани от нея;
- г) при липса на метод, посочен в а), б) или в), и по съображения, свързани с неговата точност, повторяемост и възпроизводимост:

— метод за анализ, одобрен от съответната държава-членка.

— там, където е необходимо — който и да е друг подходящ метод за анализ.

⁽¹⁾ ОВ L 160, 12.6.1989 г., стр. 1.

⁽²⁾ ОВ L 105, 25.4.1990 г., стр. 9.

⁽³⁾ ОВ L 270, 7.10.1998 г., стр. 9.

⁽⁴⁾ ОВ L 372, 31.12.1985 г., стр. 50.

Член 4

За целите на настоящия регламент:

- а) „граница на повторемостта“ е стойността, по-малка от или равна на тази, при която абсолютната разлика между два резултата от проби, получени при повторяеми условия (един и същ оператор, една и съща апаратура, една и съща лаборатория и кратък интервал от време), може да бъде с вероятност от 95 % (ISO 3534-1);
- б) „граница на възпроизводимостта“ е стойността, по-малка от или равна на тази, при която абсолютната разлика между два резултата от проби, получени при условия на възпроизводимост (различни оператори, различна апаратура и

различни лаборатории) може да бъде с вероятност от 95 % (ISO 3534-1);

- в) „точност“ е близост на съответствие между даден резултат от проба и приетата референтна стойност (ISO 3534-1).

Член 5

Настоящият регламент влиза в сила на седмия ден след публикуването му в *Официален вестник на Европейските общности*.

Той се прилага от 1 януари 2001 г.

Настоящият регламент е задължителен в своята цялост и се прилага пряко във всички държави-членки.

Съставено в Брюксел на 19 декември 2000 година.

За Комисията

Franz FISCHLER

Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ

ОПИСАНИЕ НА РЕФЕРЕНТНИТЕ МЕТОДИ ЗА АНАЛИЗ

- I. Определяне на алкохолното съдържание по обем
Допълнение I: Подготовка на дестилата
Допълнение II: Измерване на плътността на дестилата
— Метод А = пикнометрия
— Метод Б = електронна денсиметрия
— Метод В = денсиметрия с използване на хидростатични везни
 - II. Определяне на общия сух екстракт чрез гравиметрия
 - III. Определяне на летливите вещества и на метанола
 - III.1. Общи бележки
 - III.2. Летливи сродни вещества: алдехиди, висши алкохоли, етилацетат и метанол (чрез газова хроматография)
 - III.3. Летливи киселини (p.m.)
 - IV. Циановодородна киселина (p.m.)
 - V. Анетол (p.m.)
 - VI. Глициризова (glycyrrhizic) киселина (p.m.)
 - VII. Халкони (p.m.)
 - VIII. Захари, обшо (p.m.)
 - IX. Яйчен жълтък (p.m.)
-

I. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА АЛКОХОЛНОТО СЪДЪРЖАНИЕ НА СПИРТНИТЕ НАПИТКИ ПО ОБЕМ

Въведение

Референтният метод включва две приложения:

Допълнение I: Подготовка на дестилата

Допълнение II: Измерване на плътността на дестилата

1. Обхват

Методът е подходящ за определяне на действителното алкохолно съдържание на спиртните напитки по обем.

2. Нормативни референции

ISO 3696:1987: Вода за аналитична лабораторна употреба — Спецификации и методи на изследване

3. Термини и дефиниции

3.1. Референтна температура:

Референтната температура за определяне на алкохолното съдържание по обем, плътност и специфично тегло на спиртните напитки е 20 °C.

Бележка 1: Терминът „при температура °C“ се отнася за всяко определяне (на плътност или на алкохолно съдържание по обем), изразено в температура, различна от референтната температура от 20 °C.

3.2. Плътност:

Плътността е масата на единица обем във вакуум на спиртните напитки при 20 °C и се изразява по следния начин: $\rho_{20\text{ °C}}$ или ρ_{20} .

3.3. Специфично тегло

Специфичното тегло е съотношението, изразено като десетично число, между плътността на спиртните напитки при 20 °C спрямо плътността на водата при същата температура. То се изразява със символа $d_{20\text{ °C}/20\text{ °C}}$ или $d_{20/20}$ или просто с d , когато се изключва възможността от грешка. Измерената характеристика трябва да бъде посочена изрично в удостоверението за анализ само чрез горепосочените символи.

Бележка 2: Специфичното тегло може да се получи и от плътността ρ_{20} при 20 °C:

$$\rho_{20} = 998,203 \times d_{20/20} \text{ или}$$

$$d_{20/20} = \rho_{20}/998,203 \text{ където } 998,203 \text{ означава плътността на водата при температура } 20\text{ °C}.$$

3.4. Действително алкохолно съдържание по обем:

Действителното алкохолно съдържание по обем на спиртните напитки е равно на броя на литрите етилов алкохол, съдържащи се в 100 литра смес от вода и алкохол със същата плътност, каквато е плътността на алкохола или спирта след дестилация. Референтните стойности за алкохолно съдържание по обем (% vol.) при 20 °C в сравнение с плътността при 20 °C при различни смеси от вода и алкохол, които трябва да се използват, са стойностите, посочени в международната таблица, приета от Международната организация по метрология в нейната Препоръка № 22.

Общото уравнение, което се отнася за алкохолното съдържание по обем и плътност в смес от вода и алкохол при дадена температура е посочено на стр. 40 в глава „Алкохолно съдържание по обем“ на приложението към Регламент (ЕИО) № 2676/90 на Комисията (ОВ L 272, 3.10.1990 г., стр. 1) или в наръчника по аналитични методи на МОВ (стр. 17).

Бележка 3: За ликьори и кремове, при които е много трудно да се измери точно обемното съдържание, пробата трябва да се претегли и алкохолното съдържание да се изчисли първо по маса.

Формула за превръщане:

$$\text{алкохолно съдържание по обем} = \frac{\text{TAM (\% маса)} \times \rho_{20} \text{ (проба)}}{\rho_{20} \text{ (алкохол)}}$$

където ASM алкохолното съдържание по маса,
 ρ_{20} (алкохол) 789,24 kg/m³

4. Принцип

След дестилацията алкохолното съдържание на дестилата по обем се определя с пикнометрия, електронна денсиметрия или с денсиметрия с използване на хидростатични везни.

ДОПЪЛНЕНИЕ I: ПОДГОТОВКА НА ДЕСТИЛАТА

1. **Обхват**

Методът е подходящ за подготовка на дестилати, които се използват за определяне на действителното алкохолно съдържание по обем на спиртните напитки.

2. **Принцип**

Алкохолът се дестилира с цел отделяне на етиловия алкохол и другите летливи съединения от екстрахираното вещество (съединения, които не се дестилират).

3. **Реактиви и материали**

3.1. Гранули против кипене.

3.2. Концентрирана емулсия против пенене (за крем-ликьорите).

4. **Апаратура и оборудване**

Използване на лабораторна апаратура и по-конкретно следната:

4.1. Водна баня, която може да бъде поддържана при 10 °C до 15 °C.

Водна баня, която може да бъде поддържана при 20 °C ($\pm 0,2$ °C).

4.2. Колби от клас А по 100 ml и 200 ml, които са сертифицирани съответно към 0,1 % и 0,15 %.

4.3. Апарат за дестилация:

4.3.1. Общи изисквания

Апаратът за дестилация трябва да притежава следните спецификации:

— броят на съединенията не трябва да превишава стриктния минимум, необходим за гарантиране на липса на течове,

— включване на устройство, предназначено за предотвратяване на „даване“ (пълнене на врящата течност с пара) и за регулиране на скоростта на дестилиране на богатите на алкохол пари,

— бърза и пълна кондензация на алкохолните пари,

— събиране на първите дестилационни фракции във водна среда.

Източникът на топлина трябва да се използва с подходящ топлинен дифузер, за да се предотврати пирогенна реакция с извличаното вещество.

4.3.2. Пример за подходящ апарат за дестилация е даден на фигура 1; апаратът включва следните части:

— колба с кръгло дъно, еднолитрова, със стандартно съединение от матово стъкло,

— ректификационна колона, висока най-малко 20 cm (например колона на Вигрьо),

— раменен конектор с кондензатор с прави ръбове, дълъг приблизително 10 cm (кондензатор тип Уест), поставен вертикално,

— охлаждаща серпантина с дължина 40 cm,

— изтеглена тръба, по която влиза дестилатът от дъното на градуираната събирателна колба, съдържаща малко количество вода.

Бележка: Описаната по-горе апаратура е предназначена за проби с тегло най-малко 200 ml. От друга страна по-малки проби (100 ml) могат да бъдат дестилирани с по-малка дестилационна колба, при условие че се използва средство за предпазване от изплискване.

5. **Съхранение на лабораторните проби**

Преди анализа пробите се съхраняват при стайна температура.

6. **Процедура**

Предварителна бележка:

Дестилацията може да се извърши и с процедурата, публикувана от IUPAC (1968).

6.1. Проверка на дестилационната апаратура.

Апаратът трябва да може да прави следното:

дестилацията на 200 ml разтвор от вода и алкохол с позната концентрация, близка до 50 обемни процента, не трябва да води до загуба на алкохол, превишаваща 0,1 обемни процента.

6.2. Спиртни напитки с алкохолно съдържание под 50 обемни процента

Отмерете 200 ml алкохол в мерителна колба.

Отбележете температурата на тази течност или я поддържайте на стандартна температура (20 °C).

Излейте пробата в кръглата колба на дестилационния апарат и изплакнете мерителната колба с по три кратни числа на около 20 ml дестилирана вода. Прибавете всяко количество изплакната вода към съдържанието на дестилационната колба.

Забележка: Този 60-милилитров разтвор е достатъчен за алкохол, съдържащ по-малко от 250 g сух екстракт на литър. В останалите случаи, за да избегне пиролиза, количеството изплакната вода трябва да бъде най-малко 70 ml, ако концентрацията на сух екстракт е 300 g/l, 85 ml за сух екстракт 400 g/l и 100 ml за сух екстракт 500 g/l (някои плодови ликьори и крем-ликьори). Нагласете количеството в зависимост от обема на пробата.

Прибавете няколко гранули против кипене (3.1) (както и емулсия против пенене за крем ликьорите).

Налейте 20 ml дестилирана вода в оригиналната 200-милилитрова мерителна колба, в която ще държите дестилата. Тази колба трябва да се постави на студена водна баня (4.1) (10—15 °C за спиртни напитки с аромат на ананас).

Дестилирайте, като гледате да не се получи пълнене или обгаряне, като разклащате от време на време съдържанието на колбата, докато нивото на дестилата стигне няколко милиметра под знака на скалата на мерителната колба.

Когато температурата на този дестилат падне до около 0,5 °C от началната температура на течността, долейте дестилирана вода до знака на скалата и смесете добре.

Дестилатът се използва за определяне на алкохолното съдържание по обем (допълние II).

6.3. Спиртни напитки с алкохолно съдържание над 50 обемни процента

Отмерете 100 ml алкохол в 100-милилитрова мерителна колба и го излейте в кръглата колба на дестилационния апарат.

Изплакнете няколко пъти мерителната колба с дестилирана вода и прибавете тази вода към съдържанието на кръглата дестилационна колба. Използвайте достатъчно вода, така че съдържанието на колбата да стане приблизително 230 ml.

Налейте 20 ml дестилирана вода в 200-милилитрова мерителна колба, в която ще държите дестилата. Тази колба трябва да се постави на студена водна баня (4.1) (10—15 °C за спиртни напитки с аромат на ананас).

Дестилирайте, като разклащате от време на време съдържанието на колбата, докато нивото на дестилата стигне няколко милиметра под знака на скалата на мерителната колба.

Когато температурата на този дестилат падне до около 0,5 °C от началната температура на течността, долейте дестилирана вода до знака на скалата и смесете добре.

Дестилатът се използва за определяне на алкохолното съдържание по обем (допълние II).

Забележка: Алкохолното съдържание по обем на спиртните напитки е два пъти по-голямо от алкохолното съдържание на дестилата.

ДОПЪЛНЕНИЕ II: ИЗМЕРВАНЕ НА ПЛЪТНОСТТА НА ДЕСТИЛАТА

МЕТОД А: ОПРЕДЕЛЯНЕ НА АЛКОХОЛНОТО СЪДЪРЖАНИЕ НА СПИРТНИТЕ НАПИТКИ ПО ОБЕМ — ИЗМЕРВАНЕ ЧРЕЗ ПИКНОМЕТРИЯ**A.1. Принцип**

Алкохолното съдържание по обем се получава от плътността на дестилата, измерена с пикнометър.

A.2. Реактиви и материали

Освен ако не е постановено друго, по време на анализа използвайте само реактиви от призната аналитична категория и вода най-малко от категория 3, съгласно дефиницията на ISO 3696:1987.

A.2.1. Разтвор на натриев хлорид (2 % w/v)

За да получите 1 литър, претеглете 20 g натриев хлорид и разтворете в 1 литър вода.

A.3. Апаратура и оборудване

Обичайната лабораторна апаратура и по-конкретно следното:

A.3.1. Аналитични везни с възможност за отмерване до 0,1 mg.**A.3.2. Термометър със съединение от матово стъкло, калибриран до една десета от градуса от 10 до 30 °C. Този термометър трябва да бъде сертифициран или да бъде сверен със сертифициран термометър.****A.3.3. Пикнометър от пирексово стъкло с вместимост приблизително 100 ml, с подвижен термометър с матово стъкло (A.3.2). Пикнометърът има странична тръбичка с дължина 25 mm и вътрешен диаметър (максимум) 1 mm, която свършва в конично съединение. По желание могат да се използват други пикнометри, като тези, описани в ISO 3507, например с вместимост 50 ml.****A.3.4. Бутилка тара със същия външен обем (до 1 ml вътрешно), както и пикнометъра, и с маса, равна на масата на пикнометъра, напълнен с течност с плътност 1,01 (разтвор на натриев хлорид A.2.1).****A.3.5. Кожух с термоизолация, който прилепва добре към тялото на пикнометъра.**

Бележка 1: Методът за определяне на плътността *in vacuo* на спиртните напитки изисква наличието на везни с две блюда, пикнометър и бутилка тара със същия външен обем за неутрализиране на задържането на повърхността на водата в който и да е момент. Тази проста техника може да се използва и с помощта на везни с едно блюдо, при условие че бутилката тара се претегля отново с оглед да се контролират промените в задържането на въздуха на повърхността на водата в който и да е момент.

A.4. Процедура

Предварителни бележки:

Описана е следната процедура с използване на 100-милилитров пикнометър с цел определяне на алкохолното съдържание; така се получава най-голяма точност. От друга страна може да се ползва и по-малък пикнометър, например 50-милилитров.

A.4.1. Калибриране на пикнометъра

Пикнометърът се калибрира чрез определяне на следните параметри:

- тарата на празния пикнометър,
- обемът на пикнометъра при 20 °C,
- масата на запълнения с вода пикнометър при 20 °C.

A.4.1.1. Калибриране с използване на везни с едно блюдо:

Определете:

- масата на чистия сух пикнометър (P),
- масата на пълния с вода пикнометър при t °C (P1),
- масата на бутилката тара (T0)

A.4.1.1.1. Претеглете чистия сух пикнометър (P).

A.4.1.1.2. Напълнете внимателно пикнометъра с дестилирана вода при стайна температура и нагласете термометъра.

Избършете грижливо пикнометъра, докато го изсушите, и го поставете в термоизолиращия кожух. Раздрусайте, като обръщате съда, докато показанията на термометъра станат постоянни.

Нагласете струята за пикнометъра при горния ръб на страничната тръба. Разчетете внимателно температурата в t °C и, ако е необходимо, поправете възможните неточности.

Претеглете пълния с вода пикнометър (P1).

A.4.1.1.3. Претеглете бутилката тара (T0).

A.4.1.1.4. Изчисление

— тара на празния пикнометър = $P - m$

където m е масата на въздуха в пикнометъра.

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

Бележка 2: 0,0012 е плътността на сухия въздух при 20 °C и при налягане 760 mm Hg

— обем на пикнометъра при 20 °C:

$$V_{20\text{ °C}} = [P1 - (P - m)] \times F_t,1$$

където F_t е факторът на температурата t °C, взет от таблица I от Глава 1 „Плътност и специфично тепло“ на приложението към Регламент (ЕИО) № 2676/90 (стр. 10).

$V_{20\text{ °C}}$ трябва да бъде измерен с точност до 0,001 ml.

— масата на водата в пикнометъра при 20 °C:

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

където 0,998203 е плътността на водата при 20 °C.

Бележка 3: Ако е необходимо, може да се използва стойността 0,99715 на плътността във въздуха, а алкохолното съдържание да се изчисли по отношение на съответната плътност във въздуха, съгласно таблиците на митата и акцизите.

A.4.1.2. Метод на калибриране с помощта на везни с две блюда:

A.4.1.2.1. Поставете бутилката тара на лявото блюдо, а чистия сух пикнометър заедно със събиращия механизъм на дясното. Уравновесете ги, като поставяте теглилки от страна на пикнометъра: p грама.

A.4.1.2.2. Напълнете внимателно пикнометъра с дестилирана вода при стайна температура и нагласете термометъра; изсушете грижливо пикнометъра и го поставете в термоизолиращия кожух; раздрусайте, като обръщате съда, докато показанията на термометъра станат постоянни.

Нагласете много точно нивото до горния ръб на страничната тръбичка. Изчистете страничната тръбичка, нагласете събиращия механизъм; разчетете грижливо температурното показание t °C и, ако е необходимо, внесете съответните поправки в температурната скала.

Претеглете пълния с вода пикнометър; теглото в грамове p' дава равновесието.

A.4.1.2.3. Изчисление

— тара на празния пикнометър = $p + m$

където m е масата на въздуха в пикнометъра.

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

— обем на пикнометъра при 20 °C:

$$V_{20\text{ °C}} = (p + m - p') \times F_t,1$$

където F_t е факторът на температурата t °C, взет от таблица I от глава 1 „Плътност и специфично тепло“ на приложението към Регламент (ЕИО) № 2676/90 (стр. 10).

$V_{20\text{ °C}}$ трябва да бъде измерен с точност до 0,001 ml.

— масата на водата в пикнометъра при 20 °C:

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

където 0,998203 е плътността на водата при 20 °C.

A.4.2. Определяне на алкохолното съдържание на пробата за изследване

A.4.2.1. С използване на везни с едно блюдо.

A.4.2.1.1. Претеглете бутилката тара, тегло T1.

A.4.2.1.2. Претеглете пикнометъра с подготвения дестилат (виж допълнение I), P2 е неговото тегло при t °C.

A.4.2.1.3. Изчисление

$$— dT = T1 - T10$$

— масата на празния пикнометър към момента на измерване

$$= P - m + dT$$

— масата на течността в пикнометъра при t °C

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

— плътността при t °C в g/ml

$$— P_{t\text{°C}} = [P2 - (P - m + dT)] / V_{20\text{°C}}$$

— изразете плътността при t °C в килограми на m³, като умножите $P_{t\text{°C}}$ по 1000; стойността се означава с ρ_t .

— коригирайте ρ_t до 20, като използвате таблицата на плътностите ρ_t за смеси от вода и алкохол (таблица II от допълнение II към „Наръчник на OIV за аналитични методи“, 1994 г., стр. 17—29).

В таблицата намерете хоризонталната линия, която отговаря на температурата T в цели градуси непосредствено под t °C, най-малката плътност над ρ_t . Използвайте разликата в таблицата под тази плътност, за да изчислите плътността ρ_t на алкохола при температура T в цели градуси.

— Като използвате цялата температурна скала, изчислете разликата между плътността ρ' в таблицата непосредствено над ρ_t и изчислената плътност ρ_t . Разделете тази разлика в таблицата, която ще намерите влясно от плътността ρ' . Коефициентът представлява десетичната част на алкохолното съдържание, а цялото число на алкохолното съдържание ще намерите в горната част на колоната, в която се намира плътността ρ' (Dt, алкохолно съдържание).

Забележка: По избор дръжте пикнометъра във водна баня, която поддържате на 20 °C ($\pm 0,2$ °C), когато вземате показанията.

A.4.2.1.4. Резултат

Като използвате плътността ρ_{20} , изчислете действителното алкохолно съдържание с помощта на таблиците на алкохолното съдържание, дадени по-нататък:

Таблицата, която дава стойността на алкохолното съдържание по обем (% vol.) при 20 °C като функция на плътността при 20 °C на смеси от вода и алкохол, е международната таблица, приета от Международната правна организация по метрология в нейната Препоръка № 22.

A.4.2.2. Метод с използване на везни с едно блюдо

A.4.2.2.1. Претеглете пикнометъра с готовия дестилат (виж част I); p'' е масата при t °C.

A.4.2.2.2. Изчисление

— масата на течността в пикнометъра при t °C

$$= p + m - p''$$

— плътността при t °C в g/ml

$$P_{t\text{°C}} = (p + m - p'') / V_{20\text{°C}}$$

— Изразете плътността при t °C в килограми на m³ и направете температурната корекция с цел да изчислите алкохолното съдържание при 20 °C, както е посочено по-горе, с цел да се ползват везни с едно блюдо.

A.5. **Характеристики на метода (прецизност)**

A.5.1. Статистически резултати от междулабораторното изследване

Следните данни бяха получени в резултат на международно проучване на изпълнението на метода, извършено в съответствие с международно приетите процедури [1] [2].

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	20
Брой проби	6

Проби	А	Б	В	Г	Д	Е
Брой на лабораториите, останали след елиминирание на големите различия в стойностите	19	20	17	19	19	17
Брой на големите различия (лаборатории)	1	—	2	1	1	3
Брой на приетите резултати	38	40	34	38	38	34
Средна стойност (\bar{x}) в обемни проценти	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51 (*)			42,93 (*)	45,73 (*)	63,03 (*)
Норма на повторяемост (S_r) в обемни проценти	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Относително отклонение на повторяемост (RSD_r) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Граница на повторяемостта (r) в обемни проценти	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) в обемни проценти	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Граница на възпроизводимостта (R) в обемни проценти	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

Тип проби:

- А Плодов ликьор, разделяне на нивата (*).
 Б Бренди; слепи дубликати.
 В Уиски; слепи дубликати.
 Г Грапа; разделяне на нивата (*).
 Д Аквавит; разделяне на нивата (*).
 Е Ром; разделяне на нивата (*).

МЕТОД Б: ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ДЕЙСТВИТЕЛНОТО АЛКОХОЛНО СЪДЪРЖАНИЕ ПО ОБЕМ НА СПИРТНИТЕ НАПИТКИ — ИЗМЕРВАНЕ С ЕЛЕКТРОННА ДЕНСИМЕТРИЯ (ОСНОВАВАЩА СЕ НА РЕЗОНАНСНИ ЧЕСТОТНИ ТРЕПТЕНИЯ НА ОБРАЗЕЦ В ОСЦИЛИРАЩА КЛЕТКА)

Б.1. Принцип

Плътноста на течността се определя с електронно измерване на трептенията на вибрираща тръба с U-образна форма. За да се извърши това измерване, образецът се поставя в осцилираща система, чиято специфична честота на трептене се изменя от прибавената маса.

Б.2. Реактиви и материали

Освен ако не е постановено друго, по време на анализа използвайте само реактиви от призната аналитична категория и вода най-малко от категория 3, съгласно дефиницията на ISO 3696:1987.

Б.2.1. Ацетон (CAS 686-52-4) или чист алкохол

Б.2.2. Сух въздух.

Б.3. Апаратура и оборудване

Обичайната лабораторна апаратура и по-конкретно следното:

Б.3.1. Денсиметър с дигитален дисплей

Електронният денсиметър за извършване на тези измервания трябва да може да изразява плътността в g/ml до петия знак след десетичната запетая.

Бележка 1: Денсиметърът трябва да бъде поставен на много стабилна основа, която е изолирана от всякакъв вид трептения.

Б.3.2. Регулиране на температурата.

Дейността на денсиметъра е валидна само ако измерващата клетка е свързана с вграден терморегулатор, който може да постигне същата температурна стабилност с точност от $\pm 0,02$ °C или повече.

Бележка 2: Прецизното нагласяне и контролът върху температурата в измерващата клетка са много важни, защото грешка от 0,1 °C може да доведе до отклонение в плътността от порядъка на 0,1 kg/m³.

Б.3.3. Прости инжекционни спринцовки или автоматичен уред за вземане на проби.

Б.4. Процедура**Б.4.1. Калибриране на денсиметъра**

Когато се употребява за пръв път, апаратът трябва да се калибрира в съответствие с инструкциите на производителя. Той трябва да се калибрира редовно и да се сверява със сертифициран референтен образец или с вътрешнолабораторен референтен разтвор, въз основа на сертифицирана референтен образец.

Б.4.2. Определяне на плътността на пробата**Б.4.2.1. Ако е необходимо, преди измерването почистете и изсушете клетката с ацетон или с чист спирт и сух въздух. Изплакнете клетката с пробата.****Б.4.2.2. Инжектирайте пробата в клетката (използвайте спринцовка или автоматичен уред за вземане на проби), докато клетката се напълни догоре. По време на пълненето на клетката се уверете дали въздушните мехурчета са напълно изчезнали. Пробата трябва да бъде хомогенна и не трябва да съдържа никакви твърди частици. Всякакви суспендирани вещества трябва да бъдат отстранени чрез филтриране преди анализа.****Б.4.2.3. След като стабилизирате резултатите, отбележете плътността ρ_{20} или алкохолното съдържание, което отчита денсиметърът.****Б.4.3. Резултат**

Когато използвате плътност ρ_{20} , изчислете действителното алкохолно съдържание, като използвате таблиците за алкохолно съдържание, дадени по-долу.

Таблицата, която дава стойността на алкохолното съдържание по обем (% vol.) при 20 °C като функция на плътността при 20 °C на смеси от вода и алкохол, е международната таблица, приета от Международната правна организация по метрология в нейната Препоръка № 22.

Б.5. Характеристики на метода (прецизност)**Б.5.1. Статистически резултати от междулабораторното изследване**

Следните данни бяха получени в резултат на международно проучване на изпълнението на метода, извършено в съответствие с международно приетите процедури [1] [2].

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	16
Брой проби	6

Проби	А	Б	В	Г	Д	Е
Брой на лабораториите, останали след елиминирани на големите различия в стойностите	11	13	15	16	14	13
Брой на големите различия (лаборатории)	2	3	1	—	1	2
Брой на приетите резултати	22	26	30	32	28	26
Средна стойност (\bar{x}) в обемни проценти	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
	26,52 (*)			43,10 (*)	45,91 (*)	63,31 (*)
Стандартно отклонение на повторяемост (S_p) в обемни проценти	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Относително отклонение на повторяемост (RSD_p) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Граница на повторяемостта (r) в обемни проценти	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) в обемни проценти	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Граница на възпроизводимостта (R) в обемни проценти	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

Тип проби:

А Плодов ликьор, разделяне на нивата (*).

Б Бренди; слепи дубликати.

В Уиски; слепи дубликати.

Г Грапа; разделяне на нивата (*).

Д Аквавит; разделяне на нивата (*).

Е Ром; разделяне на нивата (*).

МЕТОД В: ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ДЕЙСТВИТЕЛНОТО АЛКОХОЛНО СЪДЪРЖАНИЕ ПО ОБЕМ НА СПИРТНИТЕ НАПИТКИ — ИЗМЕРВАНЕ С ДЕНСИМЕТРИЯ С ИЗПОЛЗВАНЕ НА ХИДРОСТАТИЧНИ ВЕЗНИ

В.1. Принцип

Алкохолното съдържание на спиртните напитки се измерва с денсиметрия с помощта на хидростатични везни, въз основа на принципа на Архимед, съгласно който всяко тяло, потопено в течност, среща вертикален пласък от течността в посока нагоре, равен на теглото на изместената течност.

В.2. Реактиви и материали

Освен ако не е постановено друго, по време на анализа използвайте само реактиви от призната аналитична категория и вода най-малко от категория 3, съгласно дефиницията на ISO 3696:1987.

В.2.1. Почиваш разтвор (натриев хидроксид, 30 % w/v) за поплавка

За да приготвите 100 ml, отмерете 30 g натриев хидроксид и допълнете до искания обем, като използвате 96 % етанол.

В.3. Апаратура и оборудване

Обичайната лабораторна апаратура и по-конкретно следното:

В.3.1. Хидростатични везни с едно блюдо, с чувствителност 1 mg.

В.3.2. Поплавък с обем най-малко 20 ml, специално пригоден за везните, суспендиран с нишка с диаметър, който не е по-голям от 0,1 mm.

В.3.3. Мерителен цилиндър с обозначено ниво. Поплавъкът трябва да може да влезе много добре в цилиндъра, под градуирания знак за нивото; през повърхността на течността може да мине само поддържащият конец. Вътрешният диаметър на мерителния цилиндър трябва да бъде поне с 6 mm по-широк от поплавката.

В.3.4. Термометър (или сонда за измерване на температура), градуиран в степени и десети от степента, от 10 до 40 °C, калибриран до 0,05 °C.

В.3.5. Теглилки, калибрирани от одобрен сертифициращ орган.

Бележка 1: Може да се използват и везни с две блюда; принципът е описан в глава 1 „Плътност и специфично тегло“ на приложението към Регламент (ЕИО) № 2676/90 (стр. 7).

В.4. Процедура

Поплавъкът и мерителният цилиндър трябва да се почистват след всяко измерване с дестилирана вода, да се подсушат с мека лабораторна хартия, която не оставя влакна, и да се изплакват с разтвора, чиято плътност предстои да бъде определена. Изследванията трябва да се направят, веднага след стабилизирането на апарата, за да се ограничи загубата чрез изпаряване.

В.4.1. Калибриране на везните

Въпреки че везните обикновено имат вътрешна система за калибриране, хидростатичните везни трябва да могат да бъдат калибрирани с теглилки, проверени от официален сертифициращ орган.

В.4.2. Калибриране на поплавката

В.4.2.1. Напълнете мерителния цилиндър до обозначеното ниво с двойно дестилирана вода (или с вода с еквивалентна чистота, например микрофилтрирана вода с проводимост 18,2 MΩ/cm при температура между 15 и 25 °C, но за предпочитане е при температура 20 °C.

В.4.2.2. Поставете поплавката и термометъра, разбъркайте, разчетете показанието на уреда за плътността на течността и, ако е необходимо, коригирайте показанието, така че то да е равно на това на водата при температурата на измерване.

В.4.3. Контролирайте с помощта на разтвор от вода и алкохол.

В.4.3.1. Напълнете мерителния цилиндър до знака на скалата със смес от вода и алкохол с познато съдържание при температура между 15 и 25 °C, но за предпочитане при температура от 20 °C.

В.4.3.2. Поставете поплавката и термометъра, разбъркайте, разчетете показанието на апарата за плътността на течността (или за алкохолното съдържание, ако това е възможно). Така установеното алкохолно съдържание трябва да бъде еднакво с алкохолното съдържание, измерено преди това.

Бележка 2: Този разтвор с познато алкохолно съдържание може да се използва и за калибриране на поплавката, вместо двойно дестилираната вода.

В.4.4. Измерване на плътността на дестилата (или на неговото алкохолно съдържание, ако апаратът позволява това).

В.4.4.1. Излейте пробния образец в мерителния цилиндър до знака на скалата.

В.4.4.2. Поставете поплавка и термометъра, разбъркайте, разчетете показанията на апарата за плътността на течността (или за алкохолното съдържание, ако това е възможно). Отбележете температурата, ако се измерва плътността при t °C.

В.4.4.3. Коригирайте ρ_t до 20, като използвате таблицата на плътностите ρ_t за смеси от вода и алкохол (таблица II от приложение II към „Наръчник на OIV за аналитични методи“, 1994 г., стр. 17—29).

В.4.5. Почистване на поплавка и мерителния цилиндър.

В.4.5.1. Поставете поплавка в разтвора за почистване на поплавка, в мерителния цилиндър.

В.4.5.2. Оставете го да кисне в продължение на един час, като от време на време разклащате поплавка.

В.4.5.3. Изплакнете обилно първо с чешмяна вода, след това с дестилирана вода.

В.4.5.4. Изсушете с мека лабораторна хартия, която не оставя влакна.

Извършете процедурата, когато поплавката се използва за първи път, след което редовно, в зависимост от нуждите.

В.4.6. Резултат

Като използвате плътността ρ_{20} , изчислете действителното алкохолно съдържание с помощта на таблиците за алкохолно съдържание, дадени по-долу.

Таблицата, която дава стойността на алкохолното съдържание по обем (% vol.) при 20 °C като функция на плътността при 20 °C на смеси от вода и алкохол, е международната таблица, приета от Международната правна организация по метрология в нейната Препоръка № 22.

В.5. Характеристики на метода (прецизност)

В.5.1. Статистически резултати от междулабораторното изследване

Следните данни бяха получени в резултат на международно проучване на изпълнението на метода, извършено в съответствие с международно приетите процедури [1] [2].

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	12
Брой проби	6

Проби	А	Б	В	Г	Д	Е
Брой на лабораториите, останали след елиминирани на големите различия в стойностите	12	10	11	12	11	9
Брой на големите различия (лаборатории)	—	2	1	—	1	2
Брой на приетите резултати	24	20	22	24	22	18
Средна стойност (\bar{x}) в обемни проценти	23,80	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,51 (*)			43,09 (*)	45,89 (*)	63,44 (*)
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_p) в обемни проценти	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Относително отклонение на повтаряемост (RSD _p) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Граница на повтаряемостта (t) в обемни проценти	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) в обемни проценти	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD _R) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Граница на възпроизводимостта (R) в обемни проценти	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

Тип проби:

А Плодов ликьор, разделяне на нивата (*).

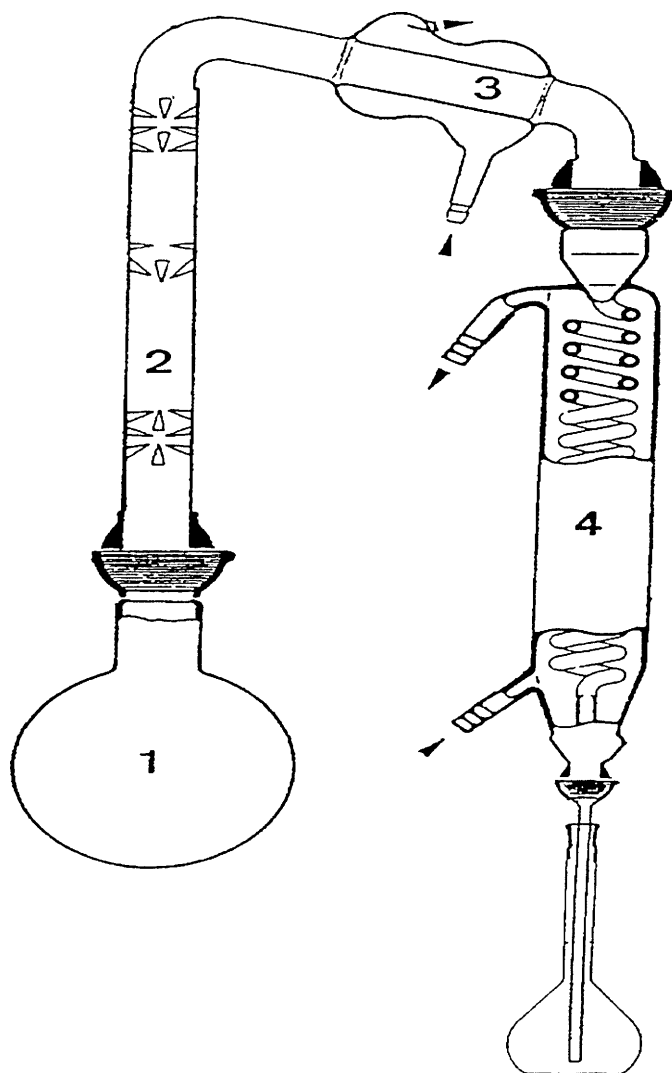
Б Бренди; слепи дубликати.

В Уиски; слепи дубликати.

Г Грапа; разделяне на нивата (*).

Д Аквavit; разделяне на нивата (*).

Е Ром; разделяне на нивата (*).



Фигура 1. Апарат за дестилация за измерване на алкохолното съдържание по обем на спиртни напитки

1. Еднолитрова кръгла колба със стандартно сферично съединение от матово стъкло.
2. Ректификационна колона на Вигрьо с дължина 20 cm.
3. 10-сантиметров кондензатор тип Уест с вертикални ръбове.
4. Охлаждаща серпантина с дължина 40 cm.

II. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ОБЩИЯ СУХ ЕКСТРАКТ В СПИРТНИТЕ НАПИТКИ ЧРЕЗ ГРАВИМЕТРИЯ

1. Обхват

Регламент (ЕИО) № 1576/89 предписва този метод само за аквавит, в който сухият екстракт е ограничен до 15 g/l.

2. Нормативни референции

ISO 3696:1987: Вода за лабораторна употреба — Спецификации и методи на изследване.

3. Дефиниция

Общото количество сухо вещество или сух екстракт включва всички вещества, които не са летливи при конкретни физически условия.

4. Принцип

Претегляне на утайката, останала след изпаряване на спирта на кипяща водна баня и сушене в пещ за сушене.

5. Апаратура и оборудване

- 5.1. Цилиндрична изпарителна ваничка с плоско дъно и с диаметър 55 mm.
- 5.2. Кипяща водна баня.
- 5.3. Пипета от 25 ml, клас А.
- 5.4. Пещ за сушене.
- 5.5. Сушилня.
- 5.6. Аналитични везни с точност до 0,1 mg.

6. Вземане на проби

Пробите се съхраняват на стайна температура преди анализа.

7. Процедура

- 7.1. С пипета се слага 25 ml спирт, съдържащ по-малко от 15 g/l сухо вещество, в предварително претеглена цилиндрична изпарителна ваничка с диаметър 55 mm. По време на първия час на изпаряването, изпарителната ваничка се поставя върху капака на кипяща водна баня, така че течността да не заври, тъй като това би довело до загуби чрез разплискване. Оставете да постои още един час в пряк контакт с парата на кипящата водна баня.
- 7.1. Завършете сушенето, като поставите изпарителната ваничка в пещ за сушене при температура 105 °C, ± 3 °C, в продължение на два часа. Оставете изпарителната ваничка да изстине в сушилня и претеглете изпарителната ваничка и нейното съдържание.

8. Изчисление

Масата на утайката, умножена по 40, е равна на сухия екстракт, съдържащ се в спирта, и трябва да се изрази в g/l до първия десетичен знак след десетичната запетая.

9. Характеристики на метода (прецизност)

9.1. Статистически резултати от междулабораторното изследване

Следните данни бяха получени в резултат на международно проучване на изпълнението на метода, извършено в съответствие с международно приетите процедури [1] [2].

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	10
Брой проби	4

Проби	А	Б	В	Г
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	9	9	8	9
Брой на големите различия (лаборатории)	1	1	2	—
Брой на приетите резултати	18	18	16	18
Средна стойност (\bar{x}) g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Стандартно отклонение на повторяемост (S_r) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Относително отклонение на повторяемост (RSD_r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Граница на повторяемостта (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Граница на възпроизводимостта (R) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6

Тип проби:

- А Бренди; слепи дубликати.
- Б Ром; разделяне на нивата.
- В Грапа; разделяне на нивата.
- Г Аквавит; разделяне на нивата.

III. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЛЕТЛИВИТЕ ВЕЩЕСТВА И МЕТАНОЛА В СПИРТНИТЕ НАПИТКИ**III.1. ОБЩИ БЕЛЕЖКИ****1. Дефиниции**

Регламент (ЕИО) № 1576/89 определя минималните нива на летливите съединения, различни от етанол и метанол, за няколко вида спиртни напитки (ром, спиртни напитки с лозарски произход, плодови спиртни напитки, и др.). Само за тази поредица от напитки, тези нива по принцип се считат за еквивалентни на сбора от концентрациите на:

1. летливи киселини, изразени като оцетна киселина;
2. алдехиди, изразени като етанал чрез сбора на етанал (ацеталдехид) и етаналовата фракция, съдържаща се в 1,1-диетилоксиетан (ацетал);
3. следните висши алкохоли: пропан-1-ол, бутан-1-ол, бутан-2-ол, 2-метилпропан-1-ол при анализ с индивидуален алкохол и 2-метилбутан-1-ол, както и 3-метилбутан-1-ол при анализ с индивидуален алкохол, или сборът от двете;
4. етилацетат.

Следните методи се считат за конвенционални за измерване на летливите съединения:

- летливи киселини чрез летлива киселинност;
- алдехиди (етанал и ацетал), етилацетат и алкохоли чрез газова хроматография (GPC).

2. Анализ чрез газова хроматография на летливите съединения

Анализът чрез газова хроматография на летливи съединения, различни от тези, посочени по-горе, може да се окаже особено интересен като средство за определяне както на произхода на суровината, използвана при дестилацията, така и на действителните условия на дестилацията.

Някои спиртни напитки съдържат други летливи съединения, например ароматични съединения, които са характерни за суровините, използвани при получаване на алкохола, за букета на спиртната напитка и за специалните условия, характерни за подготовката на спиртната напитка. Тези съединения са важни за оценяване на изискванията, определени в Регламент (ЕИО) № 1576/89.

III.2. ОПРЕДЕЛЯНЕ ЧРЕЗ ГАЗОВА ХРОМАТОГРАФИЯ НА СРОДНИТЕ ЛЕТЛИВИ СЪСТАВКИ: АЛДЕХИДИ, ЧИСТ АЛКОХОЛ, ЕТИЛАЦЕТАТ И МЕТАНОЛ**1. Обхват**

Този метод е подходящ за определяне на 1,1-диетоксиетан (ацетал), 2-метилбутан-1-ол (активен амилов алкохол), 3-метилбутан-1-ол (изоамилов алкохол), метанол (метилов алкохол), етилетаноат (етилацетат), бутан-1-ол (п-бутанол), бутан-2-ол (sec-бутанол), 2-метилпропан-1-ол (изобутилов алкохол), пропан-1-ол (п-пропанол) и етанал (ацеталдехид) в спиртните напитки чрез газова хроматография. Методът използва вътрешен образец, например пентан-3-ол. Концентрациите на анализите се изразяват в грамове на 100 литра абсолютен алкохол; алкохолното съдържание на продукта трябва да се определи преди анализа. Спиртните напитки, които могат да бъдат анализирани с помощта на този метод, включват уиски, бренди, ром, бяло вино, плодови спиртни напитки и джиброва гроздова ракия.

2. Нормативни референции

ISO 3696:1987: Вода за лабораторна употреба — Спецификации и методи на изследване.

3. Дефиниция

Сродните съставки са летливи вещества, които се образуват заедно с етанола по време на ферментацията, дестилацията и зреенето на спиртните напитки.

4. Принцип

Сродните съставки в спиртните напитки се определят с пряко инжектиране на спиртната напитка — или на подходящо разрежена спиртна напитка — в системата за газова хроматография (GC). Преди инжектирането към спиртната напитка се прибавя съответен вътрешен образец. Сродните съставки се отделят чрез програмиране на температурата в подходяща колона и се откриват с помощта на газов йонизиращ сигнализатор (FID). Концентрацията на всяка сродна съставка се определя по отношение на вътрешния образец чрез фактори на реагирането, които се получават по време на калибриране при същите условия в хроматографа, както тези при анализа на спиртните напитки.

5. Реактиви и материали

Освен ако не е постановено друго, използвайте само реактиви с чистота, по-висока от 97 %, купени от доставчик, акредитиран по ISO, със съпътстващо удостоверение за чистота и за липса на всякакви сродни съставки при пробно разреждане (това може да се установи чрез инжектиране на индивидуални проби на сродни съставки при пробното разреждане в условията на GC, посочени в 6.4), само вода най-малко от клас 3, съгласно дефиницията по ISO 3696. Ацеталът и ацеталдехидът могат да се съхраняват на тъмно при температура < 5 °C; всички други реактиви могат да се съхраняват при стайна температура.

- 5.1. Чист етанол (CAS 64-17).
- 5.2. Метанол (CAS 67-56-1).
- 5.3. Пропан-1-ол (CAS 71-23-8).
- 5.4. 2-метилпропан-1-ол (CAS 78-33-1).
- 5.5. Приемливи вътрешни образци: пентан-3-ол (CAS 584-02-01), пентан-1-ол (CAS 71-41-0), 4-метилпентан-1-ол (CAS 626-89-1) или метилнонаноат (CAS 1731-84-6).
- 5.6. 2-метилбутан-1-ол (CAS 137-32-6).
- 5.7. 3-метилбутан-1-ол (CAS 123-51-3).
- 5.8. Етилацетат (CAS 141-78-6).
- 5.9. Бутан-1-ол (CAS 71-36-3).
- 5.10. Бутан-2-ол (CAS 78-92-2).
- 5.11. Ацеталдехид (CAS 75-07-0).
- 5.12. Ацетал (CAS 105-57-7).
- 5.13. 40 % разтвор на етанол

За да пригответе 400 ml/l разтвор на етанол, излейте 400 ml етанол (5.1) в еднолитрова мерителна колба, добавете дестилирана вода до нужния обем и разбъркайте добре.

- 5.14. Подготовка и съхранение на разтворите образци (процедура, която се отнася за валидирания метод).

Всички разтвори образци трябва да се съхраняват при температура < 5 °C и се приготвят всеки месец, за да бъдат пресни. Масата на съставките и разтворите се измерва с точност до 0,1 mg.

5.14.1. Разтвор образец — А

С помощта на пипета поставете следните реактиви в мерителна колба от 100 ml, съдържаща приблизително 60 ml разтвор на етанол (5.13) с цел да сведете до минимум изпаряването, добавете разтвор на етанол (5.13) до необходимия обем и разбъркайте добре. Отбележете си теглото на колбата, на всеки прибавен компонент и общото крайно тегло на съдържанието.

Компонент	Обем (ml)
Метанол (5.2)	3,0
Пропан-1-ол (5.3)	3,0
2-метилпропан-1-ол (5.4)	3,0
2-метилбутан-1-ол (5.6)	3,0
3-метилбутан-1-ол (5.7)	3,0
Етилацетат (5.8)	3,0
Бутан-1-ол (5.9)	3,0
Бутан-2-ол (5.10)	3,0
Ацеталдехид (5.11)	3,0
Ацетал (5.12)	3,0

Бележка 1: За предпочитане е ацеталът и ацеталдехидът да се прибавят последни, с цел да се сведат до минимум загубите от изпаряване.

5.14.2. Разтвор образец — Б

С помощта на пипета поставете 3 ml пентан-3-ол или друг подходящ вътрешен образец (5.5) в мерителна колба от 100 ml, съдържаща приблизително 80 ml разтвор на етанол (5.13), добавете разтвор на етанол (5.13) до необходимия обем и разбъркайте добре.

Отбележете си температурата на колбата, температурата на пентан-3-ол или на другия вътрешен образец, който сте прибавили, както и общото крайно тегло на съдържанието.

5.14.3. Разтвор образец — В

С помощта на пипета поставете 1 ml разтвор А (5.14.1) и 1 ml разтвор Б (5.14.2) в мерителна колба, съдържаща приблизително 80 ml разтвор на етанол (5.13), добавете разтвор на етанол (5.13) до необходимия обем и разбъркайте добре.

Отбележете си температурата на колбата, температурата на всеки отделен компонент, който сте прибавили, както и общото крайно тегло на съдържанието.

5.14.4. Разтвор образец — Г

С цел да се осигури последователност на аналитичното измерване, подгответе разтвор образец за качествен контрол, като използвате предварително приготвения образец А (5.14.1). С помощта на пипета поставете 1 ml разтвор А (5.14.1) в мерителна колба от 100 ml, съдържаща приблизително 80 ml разтвор на етанол (5.13), добавете разтвор на етанол (5.13) до необходимия обем и разбъркайте добре.

Отбележете си температурата на колбата, температурата на всеки отделен компонент, който сте прибавили, както и общото крайно тегло на съдържанието.

5.14.5. Разтвор образец — Д

С помощта на пипета поставете 10 ml разтвор Б (5.14.2) в мерителна колба от 100 ml, съдържаща приблизително 80 ml разтвор на етанол (5.13), добавете разтвор на етанол (5.13) до необходимия обем и разбъркайте добре.

Отбележете си температурата на колбата, температурата на всеки отделен компонент, който сте прибавили, както и общото крайно тегло на съдържанието.

5.14.6. Разтвор образец — Е

Като използвате отделни мерителни колби от по 100 ml, съдържащи приблизително 80 ml разтвор на етанол (5.13), налейте с пипета 0; 0,1; 0,5; 1,0 и 2,0 разтвор А (5.14.1) и 1 ml разтвор Б (5.14.2), добавете разтвор на етанол (5.13) до необходимия обем и разбъркайте добре.

Отбележете си температурата на колбата, температурата на всеки отделен компонент, който сте прибавили, както и общото крайно тегло на съдържанието.

5.14.7. Разтвор образец QC

С помощта на пипета поставете 9 ml разтвор образец Г (5.14.4) и 1 ml разтвор образец Д (5.14.5) в теглилка и разбъркайте добре.

Отбележете си температурата на колбата, температурата на всеки отделен компонент, който сте прибавили, както и общото крайно тегло на съдържанието.

6. Апаратура и оборудване

- 6.1. Апарат, който може да измерва плътността и алкохолното съдържание.
- 6.2. Аналитични весни, с които се измерва до четвъртия знак след десетичната запетая.
- 6.3. Газов хроматограф с програмирана температура, снабден с газов йонизиращ сигнализатор и с интегратор или друга система за обработване на данни с цел измерване на върховите показания.
- 6.4. Колони за газовия хроматограф, които могат да отделят анализите по такъв начин, че минималната разделителна способност между отделните компоненти (различни от 2-метилбутан-1-ол и 3-метилбутан-1-ол) е най-малко 1.3.

Бележка 2: Следните колони и условия на газовия хроматограф са подходящи примери:

1. Стабилизационен интервал 1 m × 0.32 mm i.d., свързан с колона CP-WAX 57 CB с размери 50 m × 0.32 mm i.d. 0.2 μm дебелина на слоя (стабилизирани полиетилен гликол), последван от колона Carbowax 400 с размери 50 m × 0.32 mm i.d. 0.2 μm дебелина на слоя. (Колоните са свързани с помощта на притискащи конектори.)

- | | |
|---------------------------|--|
| Носещ газ и налягане: | Хелий (135 kPa) |
| Температура на колоната: | 35 °C в продължение на 17 минути, 35 до 70 °C при 12 °C/мин., оставя се 25 минути на 70 °C |
| Температура на инжектора: | 150 °C |
| Температура на детектора: | 250 °C |
| Обем на инжектора: | 1 µl, деление 20 на 100:1 |
2. Стабилизационен интервал 1 m × 0.32 mm i.d., свързан с колона CP-WAX 57 CB с размери 50 × 0.32 mm i.d. 0.2 µm дебелина (стабилизиран полиетилен гликол). (Стабилизационният интервал е свързан с помощта на притискаш конектор.)
- | | |
|---------------------------|--|
| Носещ газ и налягане: | Хелий (65 kPa) |
| Температура на колоната: | 35 °C в продължение на 10 минути, 35 до 110 °C при 5 °C/мин., оставя се 2 минути на 190 °C |
| Температура на инжектора: | 260 °C |
| Температура на детектора: | 300 °C |
| Обем на инжектора: | 1 µl, деление 55:1 |
3. Пакет колона (5 % CW, 20 M, Carborapak B), 2 m × 2 mm i.d.
- | | |
|---------------------------|---|
| Температура на колоната: | 65 °C в продължение на 4 минути, 65 до 140 °C при 5 °C/мин., оставя се 3 минути на 150 °C |
| Температура на инжектора: | 65 °C |
| Температура на детектора: | 200 °C |
| Обем на инжектора: | 1 µl |

7. Вземане на проби.

7.1. Лабораторна проба

При приемане се измерва алкохолното съдържание на всяка проба (6.1).

8. Процедура (използва се при валидирания метод)

8.1. Вземане от пробата

8.1.1. Претеглете подходяща запечатана теглилка и отбележете теглото на съда.

8.1.2. Като използвате пипета, поставете 9 ml от лабораторния образец в съда и си отбележете теглото ($M_{\text{образец}}$).

8.1.3. Прибавете 1 ml от развора образец Д (5.14.5) и си отбележете теглото (M_{15}).

8.1.4. Разклатете енергично материала (най-малко 20 обръщания). Образците се съхраняват при температура, по-ниска от 5 °C преди анализа, за да се сведат до минимум всякакви загуби от изпаряване.

8.2. Контролна проба

8.2.1. Като използвате везни, измерващи четири знака след десетичната запетая, (6.2), претеглете подходяща запечатана теглилка и си отбележете теглото й.

8.2.2. Като използвате пипета, поставете 9 ml от 400-милилитровия разтвор на етанол (5.13) в съда и си отбележете теглото.

8.2.3. Прибавете 1 ml от развора образец Д (5.14.5) и си отбележете теглото.

8.2.4. Разклатете енергично материала (най-малко 20 обръщания). Образците се съхраняват при температура, по-ниска от 5 °C преди анализа, за да се сведат до минимум всякакви загуби от изпаряване.

8.3. Предварителен тест

Инжектирайте разтвор образец В (5.14.3), за да бъдете сигурни, че всички аналити са отделени с минимална разделителна способност, равна на 1,3 (с изключение на 2-метилбутан-1-ол и 3-метилбутан-1-ол).

8.4. Калибриране

Калибрирането трябва да се провери с помощта на следната процедура. Първо се уверете дали реактантът е линеарно, като анализирате последователно, по три пъти, линеарността на всеки един от разтворите образци (5.14.6), съдържащи вътрешния образец (IS). Въз основа на върховите точки на интегратора, получени при всяко инжектиране на разтвор, изчислете съотношението R на всяка сродна съставка и нарисуйте диаграма с кривата R противоположно на коефициента на концентрация на сродната съставка по отношение на вътрешния образец (IS), C. Трябва да се получи линейна диаграма с коефициент на съотношението най-малко 0,99.

$$R = \frac{\text{Върхова точка или област на сродната съставка}}{\text{Върхова област или връх на IS}}$$

$$C = \frac{\text{Концентрация на сродната съставка } (\mu\text{g/g})}{\text{Концентрация на IS } (\mu\text{g/g})}$$

8.5. Определяне

Инжектирайте развора образец C (5.14.3) и 2 развора образец QC (5.14.7). Продължете с непознати образци (приготвени съгласно 8.1 и 8.2), като вкарвате по един образец QC на всеки 10 образци, за да осигурите стабилност на анализа. Инжектирайте по един разтвор образец B (5.14.3) след всеки пети образец.

9. Изчисление

Може да се използва автоматизирана система за обработка на данни, при условие че данните могат да бъдат проверени с помощта на принципите, описани в дадения по-долу метод.

Измерете и отбележете всяка върхова точка или област на сродните съставки и върховете на вътрешната мостра.

9.1. Изчисляване на фактора на реагиране

От хроматограмата на инжектирането с развора образец C (5.14.3) изчислете факторите на реагиране на всяка сродна съставка с помощта на уравнението (1).

$$(1) \text{ Фактор на реагиране} = \frac{\text{Върхова област или връх на IS}}{\text{Върхова точка или област на сродната съставка}} \times \frac{\text{Концентр. ср. съст. } (\mu\text{g/g})}{\text{Концентр. IS } (\mu\text{g/g})}$$

където:

IS = вътрешен образец

Концентр. ср. съст. = концентрация на сродните съставки в развора C (5.14.3)

Концентр. IS = концентрация на вътрешния образец в развора C (5.14.3)

9.1.2. Анализ на образца

С помощта на уравнението (2), дадено по-долу, изчислете концентрацията на всяка сродна съставка в образците.

(2) Концентрациите на сродните съставки ($\mu\text{g/g}$) =

$$\frac{\text{Върхова точка или област на сродната съставка}}{\text{Върхова област или връх на IS}} \times \frac{M_{\text{IS}} (\text{g})}{M_{\text{ОБРАЗЕЦ}} (\text{g})} \times \text{Концентр. IS } (\mu\text{g/g}) \times \text{RF}$$

$M_{\text{образец}}$ = теглото на образца (8.1.2);

M_{IS} = теглото на вътрешния образец (8.1.3);

Концентр. IS = концентрацията на вътрешния образец в разтвор D (5.14.5);

RF = факторът на реагиране, изчислен с помощта на уравнение 1.

9.1.3. Анализ на развора образец за качествен контрол

С помощта на уравнението (3), дадено по-долу, изчислете в проценти възстановяване на целевата стойност на всяка сродна съставка в развора образец за качествен контрол (5.14.7):

$$(3) \% \text{ възстановяване на развора QC} = \frac{\text{концентрация на анализа в образца QC}}{\text{концентрация на анализа в развора D}} \times 100$$

Концентрацията на анализа в развора образец за качествен контрол се изчислява с помощта на уравнение (1) и (2), дадени по-горе.

9.2. Окончателно представяне на резултатите

Резултатите се обръщат от μg в g на 100 литра чист алкохол в образците с помощта на уравнение (4):

(4) Концентрацията в g на 100 l чист алкохол =

$$\text{Конц. } (\mu\text{g/l}) \times \rho \times 10 / (\text{алкохолно съдържание в обемни проценти}) \times 1000$$

където

ρ = плътността в kg/m^3 .

Резултатите се дават в три значещи цифри, най-много с един знак след десетичната запетая, например 11,4 g на 100 l чист алкохол.

10. Качествен контрол и гаранция (при валидирания метод)

С помощта на уравнение (2) по-горе, изчислете концентрацията на всяка сродна съставка в разтворите образци за качествен контрол, приготвени съгласно процедурата, дадена в 8.1.1—8.1.4. Като използвате уравнение (3), изчислете процента на възстановяване на всяка целева стойност. Ако резултатите от анализа са в рамките на $\pm 10\%$ от теоретичните стойности на всяка сродна съставка, можете да продължите с анализа. Ако не, нещата трябва да се проучат, за да се разбере каква е причината за неточностите и да се предприемат последващи действия.

11. Характеристики на метода (прецизност)

Статистически резултати от между-лабораторния анализ: дадените по-долу таблици съдържат стойностите на следните съставки: етанал, етилацетат, ацетал, чист етанал, метанол, бутан-2-ол, пропан-1-ол, бутан-1-ол, 2-метилпропан-1-ол, 2-метилбутан-1-ол, 3-метилбутан-1-ол.

Следните данни бяха получени в резултат на международно проучване на изпълнението на метода, извършено в съответствие с международно приетите процедури.

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	етанал

Проби	А	Б	В	Г	Д
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	28	26	27	27	28
Брой на големите различия (лаборатории)	2	4	3	3	2
Брой на приетите резултати	56	52	54	54	56
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	63,4	71,67	130,4	38,4	28,6
				13,8 (*)	52,2 (*)
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Относително отклонение на повтаряемост (RSD_r) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Граница на повтаряемостта (r) $\mu\text{g/g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	12	14	22	6,8	8,9
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

Тип проби:

А Бренди; слепи дубликати.

Б Вишновка; слепи дубликати.

В Грапа; слепи дубликати.

Г Уиски; разделяне на нивата (*).

Д Ром; разделяне на нивата (*).

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	етилацетат

Проби	А	Б	В	Г	Д
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	24	24	25	24	24
Брой на големите различия (лаборатории)	2	2	1	2	2
Брой на приетите резултати	48	48	50	48	48
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	96,8	1046	120,3	112,5 91,8 (*)	99,1 117,0 (*)
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_p) $\mu\text{g/g}$	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Относително отклонение на повтаряемост (RSD_p) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Граница на повтаряемостта (t) $\mu\text{g/g}$	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0

Тип проби:

- А Бренди; слепи дубликати.
 Б Вишновка; слепи дубликати.
 В Грапа; слепи дубликати.
 Г Уиски; разделяне на нивата (*).
 Д Ром; разделяне на нивата (*).

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	ацетал

Проби	А	Б	В	Г	Д
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	20	21	22	17	21
Брой на големите различия (лаборатории)	4	3	2	4	3
Брой на приетите резултати	40	42	44	34	42
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	35,04	36,46	68,5	20,36 6,60 (*)	15,1 28,3 (*)
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_p) $\mu\text{g/g}$	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Относително отклонение на повтаряемост (RSD_p) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Граница на повтаряемостта (t) $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

Тип проби:

- А Бренди; слепи дубликати.
 Б Вишновка; слепи дубликати.
 В Грапа; слепи дубликати.
 Г Уиски; разделяне на нивата (*).
 Д Ром; разделяне на нивата (*).

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	чист етанол

Проби	А	Б	В	Г	Д
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	23	19	22	21	22
Брой на големите различия (лаборатории)	1	5	2	3	2
Брой на приетите резултати	46	38	44	42	44
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8 (*)	61,8 (*)
Стандартно отклонение на повторяемост (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Относително отклонение на повторяемост (RSD_r) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Граница на повторяемостта (r) $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	15	24,1	7,3	9,0
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

Тип проби:

- А Бренди; слепи дубликати.
 Б Вишновка; слепи дубликати.
 В Грапа; слепи дубликати.
 Г Уиски; разделяне на нивата (*).
 Д Ром; разделяне на нивата (*).

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	метанол

Проби	А	Б	В	Г	Д
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	26	27	27	28	25
Брой на големите различия (лаборатории)	4	3	3	1	4
Брой на приетите резултати	52	54	54	56	50
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	319,8	2245	1326	83,0	18,6
				61,5 (*)	28,9 (*)
Стандартно отклонение на повторяемост (S_r) $\mu\text{g/g}$	4,4	27	22	1,5	1,3
Относително отклонение на повторяемост (RSD_r) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Граница на повторяемостта (r) $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

Тип проби:

- А Бренди; слепи дубликати.
 Б Вишновка; слепи дубликати.
 В Грапа; слепи дубликати.
 Г Уиски; разделяне на нивата (*).
 Д Ром; разделяне на нивата (*).

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	бутан-2-ол

Проби	А	Б	В	Г
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	21	27	29	22
Брой на големите различия (лаборатории)	4	3	1	3
Брой на приетите резултати	42	54	58	44
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83 14,12 (*)
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_p) $\mu\text{g/g}$	0,40	2,2	0,87	0,64
Относително отклонение на повтаряемост (RSD_p) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Граница на повтаряемостта (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4

Тип проби:

- А Бренди; слепи дубликати.
 Б Вишновка; слепи дубликати.
 В Грапа; слепи дубликати.
 Г Ром; разделяне на нивата (*).

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	пропан-1-ол

Проби	А	Б	В	Г	Д
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	29	27	27	29	29
Брой на големите различия (лаборатории)	2	4	3	2	2
Брой на приетите резултати	58	54	54	58	58
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	86,4	3541	159,1	272,1 229,3 (*)	177,1 222,1 (*)
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_p) $\mu\text{g/g}$	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Относително отклонение на повтаряемост (RSD_p) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Граница на повтаряемостта (r) $\mu\text{g/g}$	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

Тип проби:

- А Бренди; слепи дубликати.
 Б Вишновка; слепи дубликати.
 В Грапа; слепи дубликати.
 Г Уиски; разделяне на нивата (*).
 Д Ром; разделяне на нивата (*).

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	пропан-1-ол

Проби	А	Б	В
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	20	22	22
Брой на големите различия (лаборатории)	4	4	6
Брой на приетите резултати	40	44	44
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	3,79	5,57	7,54
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,43	0,20	0,43
Относително отклонение на повтаряемост (RSD_r) (%)	11,2	3,6	5,6
Граница на повтаряемостта (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	0,6	1,2
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,59	0,55	0,82
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	15,7	9,8	10,8
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3

Тип проби:

А Бренди; слепи дубликати.

Б Вишновка; слепи дубликати.

В Грапа; слепи дубликати (*).

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	2-метилпропан-1-ол

Проби	А	Б	В	Г	Д
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	28	31	30	26	25
Брой на големите различия (лаборатории)	3	0	1	5	6
Брой на приетите резултати	56	62	60	52	50
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7	185,0	291,0 246,8 (*)	115,99 133,87 (*)
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_r) $\mu\text{g/g}$	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Относително отклонение на повтаряемост (RSD_r) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Граница на повтаряемостта (r) $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

Тип проби:

А Бренди; слепи дубликати.

Б Вишновка; слепи дубликати.

В Грапа; слепи дубликати.

Г Уиски; разделяне на нивата (*).

Д Ром; разделяне на нивата (*).

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	2-метилбутан-1-ол

Проби	А	Б	В	Г	Д
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	25	26	25	27	25
Брой на големите различия (лаборатории)	3	2	3	1	2
Брой на приетите резултати	50	52	50	54	50
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	113,0	48,3	91,6	72,1 45,2 (*)	39,5 61,5 (*)
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_p) $\mu\text{g/g}$	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Относително отклонение на повтаряемост (RSD_p) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Граница на повтаряемостта (t) $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

Тип проби:

- А Бренди; слепи дубликати.
 Б Вишновка; слепи дубликати.
 В Грапа; слепи дубликати.
 Г Уиски; разделяне на нивата (*).
 Д Ром; разделяне на нивата (*).

Година на междулабораторното изследване	1997
Брой лаборатории	32
Брой проби	5
Аналит	3-метилбутан-1-ол

Проби	А	Б	В	Г	Д
Брой на лабораториите, останали след елиминиране на големите различия в стойностите	23	23	24	27	21
Брой на големите различия (лаборатории)	5	5	4	1	6
Брой на приетите резултати	46	46	48	54	42
Средна стойност (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	459,4	242,7	288,4	142,2 120,4 (*)	212,3 245,6 (*)
Стандартно отклонение на повтаряемост (S_p) $\mu\text{g/g}$	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Относително отклонение на повтаряемост (RSD_p) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Граница на повтаряемостта (t) $\mu\text{g/g}$	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Стандартно отклонение на възпроизводимостта (S_R) $\mu\text{g/g}$	29,8	13	21	8,5	6,7
Относително отклонение на възпроизводимостта (RSD_R) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Граница на възпроизводимостта (R) $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

Тип проби:

- А Бренди; слепи дубликати.
 Б Вишновка; слепи дубликати.
 В Грапа; слепи дубликати.
 Г Уиски; разделяне на нивата (*).
 Д Ром; разделяне на нивата (*).