

32000R2870

L 333/20

EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA

29.12.2000

KOMISJONI MÄÄRUS (EÜ) nr 2870/2000,**19. detsember 2000,****millega sätestatakse ühenduse standardmeetodid piiritusjookide analüüsimiseks**

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

(4) Käesolevas määruses ettenähtud meetmed on kooskõlas piiritusjookide rakenduskomitee arvamusega,

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 29. mai 1989. aasta määrust (EMÜ) nr 1576/89, millega kehtestatakse piiritusjookide määramise, kirjeldamise ja esitlemise üldeeskirjad, ⁽¹⁾ muudetud Austria, Soome ja Rootsi ühinemisaktiga, eriti selle artikli 4 lõiget 8,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

Artikkel 1

ning arvestades järgmist:

Piiritusjookide analüüsimisel kasutatavad ühenduse standardmeetodid määruse (EMÜ) nr 1576/89 ja määruse (EMÜ) nr 1014/90 järgimise tagamiseks:

(1) Määruse (EMÜ) nr 1576/89 artikli 4 lõikes 8 nähakse ette piiritusjookide analüüsimisel kasutatavate meetodite vastuvõtmine. Ametliku kontrolli või vaidluse korral tuleks kasutada standardmeetodeid, et tagada määruse (EMÜ) nr 1576/89 ja komisjoni 24. aprilli 1990. aasta määruse (EMÜ) nr 1014/90 (millega kehtestatakse piiritusjookide määramise, kirjeldamise ja esitlemise üldeeskirjad, ⁽²⁾ viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 2140/98 ⁽³⁾) järgimine.

— ametliku kontrolli, või

— vaidluse korral

on sätestatud käesoleva määruse lisas.

Artikkel 2

(2) Võimaluste piires tuleks ühenduse standardanalüüsimetoditena kasutada ja kirjeldada üldtunnustatud meetodeid.

Olenemata artikli 1 esimesest taandest lubatakse laborijuhataja vastutusel kasutada muid analüüsimetodeid, tingimusel et meetodite õigsus ja täpsus (korratavus ja reprodutseeritavus) on vähemalt samaväärsed lisas esitatud standardanalüüsimetodide vastavate näitajatega.

(3) Selleks, et võtta arvesse teaduse edusammude ja ametlike laborite seadmete erinevusi, tuleks laborijuhataja vastutusel lubada kasutada muudel mõõtmispõhimõtetel kui käesoleva määruse lisas kirjeldatud standardmeetoditel põhinevaid meetodeid, kui kõnealused meetodid annavad piisava tagatise tulemuste osas ning eelkõige vastavad nõukogu 20. detsembri 1985. aasta direktiivi 85/591/EMÜ (inimtarbimiseks ettenähtud toiduainete kontrolliks vajalike ühenduse proovivõtu- ja analüüsimetodite kehtestamise kohta) ⁽⁴⁾ lisas kehtestatud kriteeriumidele ning kui on võimalik tõendada, et saadud tulemuste täpsuse, korratavuse ja reprodutseeritavuse kõikumine on samades piirides nagu käesolevas määruses kirjeldatud standardmeetodite kasutamise saadud tulemuste korral. Kui see tingimus on täidetud, tuleks lubada kasutada muid analüüsimetodeid. Siiski on oluline täpsustada, et vaidluse korral ei või standardmeetodite asemel kasutada muid meetodeid.

Artikkel 3

Kui teatavas piiritusjoogis sisalduvate ainete avastamiseks ja kvantitatiivseks määramiseks ei ole ette nähtud ühenduse standardanalüüsimetodeid, kasutatakse järgmisi meetodeid:

a) analüüsimetodid, mis vastavad rahvusvaheliselt tunnustatud menetlustele ning eelkõige direktiivi 85/591/EMÜ lisas kehtestatud kriteeriumitele;

b) Rahvusvahelise Standardiorganisatsiooni (ISO) soovitatud standarditele vastavad analüüsimetodid;

c) Rahvusvahelise Veiniameti (OIV) Üldkogu tunnustatud ja selle organisatsiooni avaldatud analüüsimetodid;

d) punktides a, b või c nimetatud meetodite puudumise korral ning õigsuse, korratavuse ja reprodutseeritavuse huvides:

— asjaomase liikmesriigi heakskiidetud analüüsimetod,

— vajaduse korral muu asjakohane analüüsimetod.

⁽¹⁾ EÜT L 160, 12.6.1989, lk 1.⁽²⁾ EÜT L 105, 25.4.1990, lk 9.⁽³⁾ EÜT L 270, 7.10.1998, lk 9.⁽⁴⁾ EÜT L 372, 31.12.1985, lk 50.

Artikkel 4

Käesoleva määruse kohaldamisel kasutatakse järgmisi mõisteid:

- a) *korratavuse piinorm* – väärtus, mis on 95 % tõenäosusega suurem korratavatel tingimustel (sama sooritaja, samad seadmed, sama labor, sama aeg) tehtud kahe katse tulemuste absoluutsest erinevusest {ISO 3534-1};
- b) *reprodutseeritavuse piinorm* – väärtus, mis on 95 % tõenäosusega suurem reprodutseeritavuse tingimustel (eri sooritajad, eri seadmed ja eri laborid) tehtud kahe katse tulemuste absoluutsest erinevusest {ISO 3534-1};

- c) *täpsus* – katse tulemuse ja heakskiidetud standardväärtuse kokkulangevus {ISO 3534-1}.

Artikkel 5

Käesolev määrus jõustub seitsmendal päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Ühenduste Teatajas*.

Käesolevat määrust kohaldatakse alates 1. jaanuarist 2001.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 19. detsember 2000

Komisjoni nimel
komisjoni liige
Franz FISCHLER

LISA

STANDARDANALÜÜSIMEETODITE KIRJELDUS

- I. Alkoholisalduse määramine mahuprotsentides
 - I liide: Destillaadi valmistamine
 - II liide: Destillaadi tiheduse mõõtmine
 - Meetod A = püknomeetria
 - Meetod B = elektrooniline densimeetria
 - Meetod C = densimeetria hüdrostaatilisi kaale kasutades
 - II. Kuivekstrakti üldsisalduse gravimeetriline määramine
 - III. Lenduvate ainete ja metanooli määramine
 - III.1 Üldised märkused
 - III.2 Lenduvad aromaatsed ühendid: aldehüüdid, kõrgemad alkoholid, etüülatsetaat ja metanool (gaasikromatograafia)
 - III.3 Lenduvate hapete sisaldus (p.m.)
 - IV. Vesiniktsüaniidhape (p.m.)
 - V. Anetool (p.m.)
 - VI. Glütsürritsiinhape (p.m.)
 - VII. Halkoonid (p.m.)
 - VIII. Üldsuhkur (p.m.)
 - IX. Munakollane (p.m.)
-

I. PIIRITUSJOOKIDE ALKOHOLISALDUSE MÄÄRAMINE MAHUPROTSENTIDES

Sissejuhatus

Standardmeetod sisaldab kahte liidet:

I liide: Destillaadi valmistamine

II liide: Destillaadi tiheduse mõõtmine

1. Rakendusala

Meetod sobib piiritusjookide tegeliku alkoholisisalduse määramiseks mahuprotsentides.

2. Viited normidele

ISO 3696:1987: Vesi analüütiliseks kasutamiseks – Spetsifikatsioon ja katsemeetodid.

3. Terminid ja määratlused

3.1 Standardtemperatuur

Standardtemperatuur piiritusjookide alkoholisisalduse määramiseks mahuprotsentides ning tiheduse ja suhtelise tiheduse määramiseks on 20 °C.

Märkus 1: Väljendit "temperatuuril t °C" kasutatakse kõikide määramiste korral (tihedus või alkoholisisaldus mahuprotsentides), mida väljendatakse muul temperatuuril kui standardtemperatuur 20 °C.

3.2 Tihedus

Tihedus on piiritusjooogi mass mahuühiku kohta vaakumis 20 °C juures. Seda väljendatakse kilogrammides kuupmeetri kohta ning selle sümbol on ρ_{20} °C või ρ_{20} .

3.3 Suhteline tihedus

Suhteline tihedus on 20 °C piiritusjooogi tiheduse ja samal temperatuuril oleva vee tiheduse suhe, mis on väljendatud kümnendmurruna. Seda tähistatakse sümboliga $d_{20}^{\circ\text{C}/20}^{\circ\text{C}}$ või $d_{20}/20$, või lihtsalt d , kui ei teki arusaamatust. Mõõdetud näitaja tuleb märkida analüüsisertifikaadile, kasutades üksnes eespool esitatud sümboleid.

Märkus 2: Suhtelist tihedust on võimalik arvutada tiheduse ρ_{20} põhjal 20 °C juures:

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

kus 998,203 on vee tihedus 20 °C juures.

3.4 Tegelik alkoholisisaldus mahuprotsentides

Piiritusjookide tegelik alkoholisisaldus mahuprotsentides võrdub etanooli liitrite arvuga 100 liitris vee ja alkoholi segus, mille tihedus on sama mis alkoholil või piiritusjoogil pärast destilleerimist. Erinevate vee ja alkoholi segude alkoholisisalduse (mahuprotsentides) või tiheduse kontrolliväärtustena 20 °C juures tuleb kasutada väärtusi, mis on esitatud Rahvusvahelise Legaalmetroloogia Organisatsiooni soovitusena nr 22 vastu võetud rahvusvahelises tabelis.

Üldvõrrand, mida kasutatakse vee ja alkoholi segu alkoholisisalduse ja tiheduse määramiseks teataval temperatuuril, on esitatud komisjoni määruse (EMÜ) nr 2676/90 (EÜT L 272, 3.10.1990, lk 1) lisa 3. peatükis "Alkoholisisaldus mahuprotsentides" leheküljel 40 või Rahvusvahelise Veiniamet analüüsimeetodite käsiraamatus (1994, lk 17).

Märkus 3: Kuna likööride ja koorelikööride puhul on ruumala väga raske täpselt mõõta, tuleb proov kaaluda ning alkoholisisaldus arvutada kõigepealt massiprotsentides.

Ümberarvestusvalem:

$$\text{alkoholisisaldus mahuprotsentides} = \frac{(\text{ASM massi\%}) \times P_{20} (\text{proov})}{P_{20} (\text{alkohol})}$$

kus ASM = alkoholisisaldus massiprotsentides,

$$\rho_{20} (\text{alkohol}) = 789,24 \text{ kg/m}^3$$

4. Põhimõte

Pärast destilleerimist määratakse destillaadi alkoholisisaldus mahuprotsentides püknomeetria või elektroonilise densimeetria abil või densimeetria abil, kasutades hüdrostaatilisi kaale.

I LIIDE: DESTILLAADI VALMISTAMINE

1. Rakendusala

Meetod sobib selliste destillaatide valmistamiseks, mida kasutatakse piiritusjookide tegeliku alkoholisisalduse määramiseks mahuprotsentides.

2. Põhimõte

Piiritusjook destilleeritakse etanooli ning muude lenduvate ühendite eraldamiseks ekstraktiivainest (ained, mis ei destilleeru).

3. Reaktiivid ja materjalid**3.1 Keemistsentrid.****3.2 Kontsentreeritud vahutamistavastane emulsioon (koorelikööride jaoks).****4. Seadmed ja aparatuur**

Tavalised, eelkõige järgmised laboratooriumiseadmed.

4.1 Veevann, milles saab hoida temperatuuri 10–15 °C.

Veevann, milles saab hoida temperatuuri 20 °C ($\pm 0,2$ °C).

4.2 A-klassi mõõtekolbid (100 ml ja 200 ml), mille tagatud mõõtetäpsus on vastavalt 0,1 % ja 0,15 %.**4.3 Destilleerimisaparaat****4.3.1 Üldnõuded**

Destilleerimisaparaat peab vastama järgmistele nõuetele:

- liigendeid peab olema nii vähe, kui on vaja süsteemi lekkekindluse tagamiseks,
- sellel peab olema seade, mis takistab keeva vedeliku piiskade kaasahaaramist auruga ning reguleerib alkoholirikka auru destilleerimiskiirust,
- alkoholiauru kondenseerumine peab olema kiire ja täielik,
- esimesed destillatsioonifraktsioonid tuleb koguda vesikeskkonnas. Soojusallikat tuleb kasutada sobiva soojahajutajaga, et vältida ekstraktiivaine põhjakõrbemist.

4.3.2 Sobiva destilleerimisaparaadi näidis on esitatud joonisel 1 ning sellel on järgmised osad:

- standardse lihühendusega 1-liitrine ümarkolb,
- vähemalt 20 cm kõrgune rektifikatsioonikolonn (näiteks "Vigreux" kolonn),
- ligikaudu 10 cm pikkuse vertikaalselt asetseva Westi tüüpi jahutiga põlvühendus,
- 40 cm pikkune jahutusspiraal,
- äravoolutoru, mis juhhib destillaadi väheses koguses vett sisaldava gradueeritud kogumiskolbi põhja.

Märkus: Eespool kirjeldatud aparatuur on mõeldud vähemalt 200 ml proovi jaoks. Väiksemaid proove (100 ml) saab siiski destilleerida väiksemat destillatsioonikolbi kasutades, tingimusel et kasutatakse kaitseotsakut või mõnda muud seadet piiskade kaasahaaramise vältimiseks.

5. Uuritavate proovide hoidmine

Enne analüüsimist säilitatakse proove toatemperatuuril.

6. Töö käik

Sissejuhatav märkus:

Destilleerida võib ka IUPACi (1968) avaldatud menetlust kasutades.

6.1 Destilleerimisaparaadi kontroll

Kasutatav aparatuur peab vastama järgmisele tingimusele:

200 ml vee ja alkoholi lahuse destilleerimisel, kui lahuse teadaolev kontsentratsioon on ligikaudu 50 mahu %, ei tohi alkoholi kadu ületada 0,1 mahu %.

- 6.2 Piiritusjoogid, mille alkoholisisaldus on alla 50 mahu %
- 200 ml piiritusjooki valatakse mõõtekolbi.
- Registreeritakse kõnealuse vedeliku temperatuur või hoitakse vedelikku standardtemperatuuril (20 °C).
- Proov valatakse destilleerimisaparaadi ümarkolbi ning mõõtekolb pestakse kolm korda ligikaudu 20 ml destilleeritud veega. Iga pesuvee alikvoot lisatakse destillatsioonikolbi.
- Märkus: Kõnealusest 60 ml lahjendusest piisab selliste piiritusjookide jaoks, mis sisaldavad alla 250 grammi kuivekstrakti liitri kohta. Muudel juhtudel peab pürolüüsi vältimiseks olema pesuvett vähemalt 70 ml, kui kuivekstrakti sisaldus on 300 g/l, 85 ml, kui kuivekstrakti sisaldus on 400 g/l, ning 100 ml, kui kuivekstrakti sisaldus on 500 g/l (teatavad puuvilja- või kooreliköörid). Kõnealuseid mahte kohandatakse võrdeliselt eri proovide mahuga.
- Lisatakse mõned keemistsentrid (3.1) (ja vahutamisvastast emulsiooni koorelikööride puhul).
- 20 ml destilleeritud vett valatakse esialgsesse 200 ml mõõtekolbi, mida kasutatakse destillaadi hoidmiseks. Kolb asetatakse seejärel külma vee vanni (4.1) (aniisimaitsete piiritusjookide puhul 10–15 °C).
- Destilleeritakse, vältides piiskade kaasahaaramist ja söestumist ning segades kolvi sisu aeg-ajalt, kuni destillaadi tase on mõni millimeeter alla mõõtekolvi kalibreerimismärgi.
- Kui destillaadi temperatuur on langenud vedeliku esialgse temperatuurini $\pm 0,5$ °C, täidetakse kolb destilleeritud veega kuni märgini ja segatakse põhjalikult.
- Saadud destillaati kasutatakse alkoholisisalduse määramiseks mahuprotsentides (II liide).
- 6.3 Piiritusjoogid, mille alkoholisisaldus on üle 50 mahu %
- 100 ml mõõtekolbiga mõõdetakse 100 ml piiritusjooki ja valatakse see destilleerimisaparaadi ümarkolbi.
- Mõõtekolb pestakse mitu korda destilleeritud veega ning pesuveesi lisatakse destillatsiooniparaadi ümarkolbi. Kasutatakse piisavalt vett, et kolvi sisu oleks ligikaudu 230 ml.
- 20 ml destilleeritud vett valatakse 200 ml mõõtekolbi, mida kasutatakse destillaadi hoidmiseks. Kolb asetatakse seejärel külma vee vanni (4.1) (aniisimaitsete piiritusjookide puhul 10–15 °C).
- Destilleeritakse, segades kolvi sisu aeg-ajalt, kuni destillaadi tase on mõni millimeeter alla 200 ml mõõtekolvi kalibreerimismärgi.
- Kui destillaadi temperatuur on langenud vedeliku esialgse temperatuurini $\pm 0,5$ °C, täidetakse kolb destilleeritud veega kuni märgini ja segatakse põhjalikult.
- Saadud destillaati kasutatakse alkoholisisalduse määramiseks mahuprotsentides (II liide).
- Märkus: Piiritusjooigi alkoholisisaldus mahuprotsentides on kaks korda suurem destillaadi alkoholisisaldusest.

II LIIDE: DESTILLAADI TIHEDUSE MÕÕTMINE

MEETOD A: PIIRITUSJOOKIDE TEGELIKU ALKOHOLISISALDUSE MÄÄRAMINE MAHUPROTSENTIDES – MÕÕTMINE PÜKNOMEETRIA ABIL**A.1 Põhimõte**

Alkoholi sisaldus mahuprotsentides saadakse destillaadi tihedusest, mis mõõdetakse püknomeetria abil.

A.2 Reaktiivid ja materjalid

Kui ei ole sätestatud teisiti, kasutatakse analüüsimisel üksnes analüütiliselt puhtaid reaktiive ja vähemalt 3. klassi vett vastavalt ISO 3696:1987 standardile.

A.2.1 Naatriumkloriidi lahus (2 % w/v)

Ühe liitri valmistamiseks võetakse 20 g naatriumkloriidi kaalutis ja lahustatakse vees ühe liitrini.

A.3 Seadmed ja aparatuur

Tavalised, eelkõige järgmised laboratooriumiseadmed.

A.3.1 Analüütilised kaalud täpsusega 0,1 mg.**A.3.2 Lihvühendusega termomeeter, mis on kalibreeritud kümnendikkraadides vahemikus 10–30 °C. Kõnealune termomeeter peab olema sertifitseeritud või kontrollitud sertifitseeritud termomeetri põhjal.****A.3.3 Ligikaudu 100 ml Pyrex-klaasist püknomeeter, millel on eemaldatav lihvühendusega termomeeter (A.3.2). Püknomeetril on 25 mm pikkune külgtoru, mille sisediameeter on (kuni) 1 mm ja mille lõpus on kooniline klaaslihv. Vajaduse korral võib kasutada teisi ISO 3507 standardis kirjeldatud püknomeetreid, nt 50 ml.****A.3.4 Taarapudel, mis on täidetud 1,01 tihedusega vedelikuga (naatriumkloriidi lahus A.2.1) ja millel on püknomeetriga sama välismaht (±1 ml) ning mass.****A.3.5 Soojustisolatsiooniga ümbris, mis sobib täpselt püknomeetritele.**

Märkus 1: Piiritusjookide tiheduse määramiseks vaakumis kasutatava meetodi korral on vaja kahe kaalukaussiga kaalu, püknomeetrit ja sama välismahuga taarapudelit õhu üleslükkejõu tasakaalustamiseks mis tahes ajahetkel. Seda lihtsat meetodit võib kasutada ka ühe kaalukaussiga kaalu puhul, tingimusel et taarapudelit kaalutakse uuesti, et kontrollida õhu üleslükkejõu muutusi aja jooksul.

A.4 Töö käik

Sissejuhatavad märkused

Järgnevalt kirjeldatakse töö käiku 100 ml püknomeetri kasutamise korral alkoholisalduse määramiseks; sellega saadakse suurim täpsus. Siiski võib kasutada ka väiksemat püknomeetrit, nt 50 ml.

A.4.1 Püknomeetri kalibreerimine

Püknomeeter kalibreeritakse, määrates järgmised parameetrid:

- tühja püknomeetri mass,
- püknomeetri maht 20 °C juures,
- veega täidetud püknomeetri mass 20 °C juures.

A.4.1.1 Kalibreerimine ühe kaalukaussiga kaalu kasutades

Määratakse kindlaks:

- puhta, kuiva püknomeetri mass (P),
- veega täidetud püknomeetri mass t °C juures (P1),
- taarapudeli mass (T0).

A.4.1.1.1 Puhas, kuiv püknomeeter kaalutakse (P).

- A.4.1.1.2 Püknomeeter täidetakse ettevaatlikult ümbritseva õhu temperatuuril oleva destilleeritud veega ning paigaldatakse termomeeter.

Püknomeeter pühitakse ettevaatlikult kuivaks ning asetatakse soojusisolatsiooniga ümbriksesse. Segamiseks pööratakse mahutit, kuni termomeeter näitab püsivat temperatuuri.

Vedeliku pind püknomeetris viiakse täpselt kohakuti külgtoru ülemise äärega. Temperatuur t °C mõõdetakse täpselt ning vajadusel korrigeeritakse ebatäpsused temperatuuriskaalal.

Veega täidetud püknomeeter kaalutakse (P1).

- A.4.1.1.3 Taarapudel kaalutakse (T0).

- A.4.1.1.4 Arvutamine

— tühja püknomeetri mass = P – m,

kus m = püknomeetris oleva õhu mass.

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

Märkus 2: 0,0012 on kuiva õhu tihedus temperatuuril 20 °C ja rõhu juures 760 mm Hg.

— püknomeetri maht 20 °C juures:

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

kus F_t on konstant temperatuuril t °C, mis on saadud määruse (EMÜ) nr 2676/90 1. peatüki "Tihedus ja suhteline tihedus" I tabelist (lk 10).

$V_{20\text{ °C}}$ peab olema esitatud 0,001 ml täpsusega.

— vee mass püknomeetris 20 °C juures:

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

kus 0,998203 on vee tihedus 20 °C juures.

Märkus 3: Vajadusel võib kasutada õhu tiheduse väärtust 0,99715 ning arvutada alkoholisisalduse Ühendkuningriigi tolliameti tabelites esitatud vastava tiheduse põhjal õhus.

- A.4.1.2 Kalibreerimine kahe kaalukausiga kaalu kasutades

- A.4.1.2.1 Taarapudel asetatakse vasakpoolsele ning puhas ja kuiv püknomeeter koos korgiga parempoolsele kaalukausile. Kaalukausid viiakse tasakaalu, asetades püknomeetri poolele kaaluvihete, p grammi.

- A.4.1.2.2 Püknomeeter täidetakse ettevaatlikult ümbritseva õhu temperatuuril oleva destilleeritud veega ning paigaldatakse termomeeter; püknomeeter pühitakse ettevaatlikult kuivaks ning asetatakse soojusisolatsiooniga ümbriksesse; segamiseks pööratakse mahutit, kuni termomeeter näitab püsivat temperatuuri.

Vedeliku pind püknomeetris viiakse täpselt kohakuti külgtoru ülemise äärega. Külgtoru puhastatakse ning paigaldatakse kork; temperatuur t °C mõõdetakse täpselt ning vajadusel korrigeeritakse ebatäpsused temperatuuriskaalal.

Veega täidetud püknomeeter kaalutakse, kusjuures p' on mass grammides, mis on vajalik tasakaalu saavutamiseks.

- A.4.1.2.3 Arvutamine

— tühja püknomeetri mass = p + m,

kus m = püknomeetris oleva õhu mass.

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

— püknomeetri maht 20 °C juures:

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

kus F_t on konstant temperatuuril t °C, mis on saadud määruse (EMÜ) nr 2676/90 1. peatüki "Tihedus ja suhteline tihedus" I tabelist (lk 10).

$V_{20\text{ °C}}$ peab olema esitatud 0,001 ml täpsusega.

— vee mass püknomeetris 20 °C juures:

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

kus 0,998203 on vee tihedus 20 °C juures.

- A.4.2 Uuritava proovi alkoholisisalduse määramine
- A.4.2.1 Meetod ühe kaalukaasiga kaalu puhul
- A.4.2.1.1 Taarapudel kaalutakse, mass T1.
- A.4.2.1.2 Kaalutakse valmis destillaadiga püknomeeter (vaata I liide), mille mass on P2 temperatuuril t °C.
- A.4.2.1.3 Arvutamine
- $dT = T1 - T0$
 - tühja püknomeetri mass mõõtmishetkel
= $P - m + dT$
 - vedeliku mass püknomeetris temperatuuril t °C
= $P2 - (P - m + dT)$
 - tihedus g/ml temperatuuril t °C
 - $$\rho_{t^{\circ}\text{C}} = [P2 - (P - m + dT)] / V_{20^{\circ}\text{C}}$$
 - Tihedus ρ_t temperatuuril t °C väljendatakse kilogrammides kuupmeetri kohta, korrutades $\rho_{t^{\circ}\text{C}}$ arvuga 1 000,
 - ρ_t arvestatakse ümber ρ_{20} -ks, kasutades tiheduse ρ_t väärtuste tabelit vee ja alkoholi segude jaoks (Rahvusvahelise Veiniameti analüüsimeetodite käsiraamatu (1994, lk 17–29) II lisa II tabel).
Mööda tabeli horisontaalset rida, mis vastab temperatuurile T täiskraadides vahetult alla t °C, leitakse väikseim tihedus üle ρ_t .
Kogu temperatuuriväärtuste rida kasutades arvutatakse tabelis ρ_t -st vahetult suurema tiheduse ρ' ning arvatud tiheduse ρ_t vahe.
 - Kõnealune vahe jagatakse tabelis tiheduse ρ' väärtusest paremal toodud vahega. Jagatis näitab alkoholisisalduse kümnendosa, alkoholisisaldus täisosa leitakse selle tulba algusest, kust leitakse tihedus ρ' (Dt – alkoholisisaldus).
- Märkus 4: Soovi korral võib püknomeetrit hoida veevannis 20 °C juures ($\pm 0,2$ °C), kuni seda täiendatakse märgini.
- A.4.2.1.4 Tulemus
- Kasutades tiheduse ρ_{20} väärtust, arvutatakse tegelik alkoholisisaldus allpool esitatud alkoholisisalduse tabelite põhjal.
- Tabel, milles on toodud alkoholisisalduse väärtused mahuprotsentides 20 °C juures vee ja alkoholi segude tiheduse funktsioonina 20 °C juures, on Rahvusvahelise Legaalmetroloogia Organisatsiooni soovitusena nr 22 vastu võetud rahvusvaheline tabel.
- A.4.2.2 Meetod kahe kaalukaasiga kaalu puhul
- A.4.2.2.1 Kaalutakse valmis destillaadiga püknomeeter (vaata I osa), mille mass on p'' temperatuuril t °C.
- A.4.2.2.2 Arvutamine
- vedeliku mass püknomeetris temperatuuril t °C
= $p + m - p''$
 - tihedus g/ml temperatuuril t °C
 - $$\rho_{t^{\circ}\text{C}} = (p + m - p'') / V_{20^{\circ}\text{C}}$$
 - Tihedus temperatuuril t °C väljendatakse kilogrammides kuupmeetri kohta ning temperatuur korrigeeritakse alkoholisisalduse arvutamiseks 20 °C juures vastavalt eespool toodud kirjeldusele ühe kaalukaasiga kaalu puhul.
- A.5 **Meetodi suutlikkuse näitajad (täpsus)**
- A.5.1 Laboritevahelise katse statistilised tulemused
- Vastavalt rahvusvaheliselt kokkulepitud menetlustele [1] [2] läbi viidud meetodi suutlikkuse rahvusvahelise uurimuse põhjal saadi järgmised andmed.

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	20
Proovide arv	6

Proovid	A	B	C	D	E	F
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	19	20	17	19	19	17
Võõrväärtuste arv (laborid)	1	–	2	1	1	3
Tunnustatud tulemuste arv	38	40	34	38	38	34
Keskvärtus (\bar{x})(mahu%)	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51 (°)			42,93 (°)	45,73 (°)	63,03 (°)
Korratavuse standardhälve (Sr) (mahu%)	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Korratavuse piirnorm (r) (mahu%)	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) (mahu%)	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) (mahu%)	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

Proovide liigid

- A Puuviljaliköör; jaotustase. (°)
 B Brändi; pime kordusproov.
 C Viski; pime kordusproov.
 D Grappa; jaotustase. (°)
 E Akvaviit; jaotustase. (°)
 F Rumm; jaotustase. (°)

MEETOD B: PIIRITUSJOOKIDE TEGELIKU ALKOHOLISISALDUSE MÄÄRAMINE MAHUPROTSENTIDES – MÕOTMINE ELEKTROONILISE DENSIMEETRIA ABIL (PROOVI REZONANTSVÕNKESAGEDUSE PÕHJAL OSTILLATSIOONIRAKUS)

B.1 Põhimõte

Vedeliku tihedus määratakse kindlaks vibreeriva U-toru võngete elektroonilisel mõõtmisel. Kõnealuseks mõõtmiseks lisatakse proov võnkesüsteemi, mille omavõnkesagedus muutub lisatud massi mõjul.

B.2 Reaktiivid ja materjalid

Kui ei ole sätestatud teisiti, kasutatakse analüüsimisel üksnes analüütiliselt puhtaid reaktiive ja vähemalt 3. klassi vett vastavalt ISO 3696:1987 standardile.

B.2.1 Atsetoon (CASi nr 666-52-4) või absoluutalkohol

B.2.2 Kuiv õhk

B.3 Seadmed ja aparatuur

Tavalised, eelkõige järgmised laboratooriumiseadmed.

B.3.1 Digitaalse näiduga densimeeter

Käesoleva mõõtmise puhul kasutatava elektroonilise densimeetriga peab saama väljendada tihedust grammides milliliitri kohta viie kümnendkohaga.

Märkus 1: Densimeeter tuleks asetada täiesti stabiilsele alusele, mis on isoleeritud igasuguse vibratsiooni vastu.

B.3.2 Temperatuuri reguleerimine

Densimeetri näidud kehtivad üksnes juhul, kui mõõteküvetis on ühendatud seadmesse ehitatud termoregulaatori külge, millega saavutatakse temperatuuri püsivus $\pm 0,02$ °C täpsusega.

Märkus 2: Temperatuuri täpne reguleerimine ja kontroll mõõteküvetis on väga oluline, kuna 0,1 °C viga võib muuta tiheduse väärtust suurusjärgus 0,1 kg/m³.

B.3.3 Proovi injektsioonisüstlad või automaatproovivõtja

B.4 **Töö käik**

B.4.1 Densimeetri kalibreerimine

Esimesel kasutuskorral tuleb aparaat kalibreerida vastavalt tootja juhendile. Seda tuleb korrapäraselt uuesti kalibreerida ning kontrollida sertifitseeritud tugietaloni järgi või sertifitseeritud tugietaloni põhineva laborisese võrdluslahuse järgi.

B.4.2 Proovi tiheduse määramine

B.4.2.1 Vajaduse korral puhastatakse küvett enne mõõtmist atsetooniga või absoluutalkoholiga ning kuivatatakse kuiva õhu käes. Küvett pestakse prooviga.

B.4.2.2 Proov süstitakse küvetti (süstla või automaatproovivõtja abil), nii et küvett on täiesti täis. Täitmisel tuleb jälgida, et küvetti ei jääks õhumulle. Proov peab olema homogeenne ega tohi sisaldada tahkeid osakesi. Vajaduse korral tuleb heljum enne analüüsimist eemaldada filtrimise teel.

B.4.2.3 Kui näit on stabiliseerunud, registreeritakse densimeetri näidu põhjal tihedus ρ_{20} või alkoholisisaldus.

B.4.3 Tulemus

Kui kasutatakse tihedust ρ_{20} , arvutatakse tegelik alkoholisisaldus allpool esitatud alkoholisisalduse tabelite põhjal.

Tabel, milles on toodud alkoholisisalduse väärtused mahuprotsentides 20 °C juures vee ja alkoholi segude tiheduse funktsioonina 20 °C juures, on Rahvusvahelise Legaalmetroloogia Organisatsiooni soovitusena nr 22 vastu võetud rahvusvaheline tabel.

B.5 **Meetodi suutlikkuse näitajad (täpsus)**

B.5.1 Laboritevahelise katse statistilised tulemused

Vastavalt rahvusvaheliselt kokkulepitud menetlustele [1] [2] läbi viidud meetodi suutlikkuse rahvusvahelise uurimise põhjal saadi järgmised andmed.

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	16
Proovide arv	6

Proovid	A	B	C	D	E	F
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	11	13	15	16	14	13
Võõrväärtuste arv (laborid)	2	3	1	–	1	2
Tunnustatud tulemuste arv	22	26	30	32	28	26
Keskvärtus (\bar{x})(mahu%)	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
	26,52 (*)			43,10 (*)	45,91 (*)	63,31 (*)
Korratavuse standardhälve (Sr) (mahu%)	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Korratavuse piirnorm (r) (mahu%)	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) (mahu%)	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) (mahu%)	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

Proovide liigid

- A Puuviljaliköör; jaotustase. (*)
- B Brändi; pime kordusproov.
- C Viski; pime kordusproov.
- D Grappa; jaotustase. (*)
- E Akvaviit; jaotustase. (*)
- F Rumm; jaotustase. (*)

MEETOD C: PIIRITUSJOOKIDE TEGELIKU ALKOHOLISALDUSE MÄÄRAMINE MAHUPROTSENTIDES – MÕOTMINE DENSIMEETRIA ABIL HÜDROSTAATILISI KAALE KASUTADES**C.1 Põhimõte**

Piiritusjookide alkoholisisaldust saab mõõta densimeetria abil hüdrostaatilisi kaale kasutades Archimedese seaduse põhjal, mille kohaselt vedelikku asetatud kehale mõjub vedeliku üleslükkejõud, mis on võrdne väljatõrjutud vedeliku kaaluga.

C.2 Reaktiivid ja materjalid

Kui ei ole sätestatud teisiti, kasutatakse analüüsimisel üksnes analüütiliselt puhtaid reaktiive ja vähemalt Commande ZA sans blanc avant! – FI 2004/06/0013. klassi vett vastavalt ISO 3696:1987 standardile.

C.2.1 Ujuki pesemislahus (naatriumkloriid, 30 % w/v)

100 ml valmistamiseks võetakse 30 g naatriumkloriidi kaalutis ja täiendatakse 96 %lise etanooliga.

C.3 Seadmed ja aparatuur

Tavalised, eelkõige järgmised laboratooriumiseadmed.

C.3.1 Ühe kaalukausiga hüdrostaatiline kaal, mille tundlikkus on 1 mg.**C.3.2 Vähemalt 20 ml ujuk, mis on spetsiaalselt kaalu jaoks kohandatud ning kinnitatud kuni 0,1 mm läbimõõduga niidiga.****C.3.3 Tasememärgiga mõõtesilinder. Ujukit peab olema võimalik asetada täielikult silindri sisse märgist allapoole; vedeliku pinda võib läbida üksnes riputusniit. Mõõtesilindri sisediameeter peab olema vähemalt 6 mm suurem kui ujukil.****C.3.4 Termomeeter (või temperatuuriandur), mis on reguleeritud kraadides ja kraadikümnendikes vahemikus 10–40 °C ja kalibreeritud 0,05 °C.****C.3.5 Kaal, mille on kalibreerinud tunnustatud sertifitseerimisasutus**

Märkus 1: Võib kasutada ka kahe kaalukausiga kaalu; põhimõtet on kirjeldatud määruse (EMÜ) nr 2676/90 lisa 1. peatükis "Tihedus ja suhteline tihedus" (lk 7).

C.4 Töö käik

Ujuk ja mõõtesilinder tuleb iga mõõtmise vahepeal puhastada destilleeritud veega, kuivatada pehme tualett-paberiga, mis ei jäta kiude, ning pesta lahusega, mille tihedust määratakse. Mõõtmised tuleb teha kohe, kui aparaat on saavutanud stabiilsuse, et piirata alkoholikadu aurumisel.

C.4.1 Kaalu kalibreerimine

Kuigi kaaludel on tavaliselt sisemine kalibreerimissüsteem, peab hüdrostaatilist kaalu olema võimalik kalibreerida ametliku sertifitseerimisasutuse kontrollitud kaaluvihvidega.

C.4.2 Ujuki kalibreerimine**C.4.2.1 Mõõtesilinder täidetakse märgini kahekordselt destilleeritud veega (või samaväärse puhtusastmega veega, Commande ZA sans blanc avant! – FI 2004/06/001nt mikrofiltreeritud veega, mille elektrijuhtivus on 18,2 MΩ/cm) temperatuuril 15–25 °C, eelistatavalt 20 °C.****C.4.2.2 Ujuk ja termomeeter asetatakse vette, segatakse, aparaadilt loetakse vedeliku tiheduse näit ning vajaduse korral korrigeeritakse näitu, nii et see on võrdne vee tihedusega mõõtmistemperatuuril.****C.4.3 Kontrollimine vee ja alkoholi seguga****C.4.3.1 Mõõtesilinder täidetakse märgini teadaoleva kontsentratsiooniga vee ja alkoholi seguga temperatuuril Commande ZA sans blanc avant! – FI 2004/06/00115–25 °C, eelistatavalt 20 °C.****C.4.3.2 Ujuk ja termomeeter asetatakse vette, segatakse ning aparaadilt loetakse vedeliku tiheduse (või võimaluse korral alkoholisisalduse) näit. Sel viisil saadud alkoholisisaldus peaks olema võrdne eelnevalt määratud alkoholisisaldusega.**

Märkus 2: Kõnealust teadaoleva alkoholisisaldusega lahust võib kasutada ka ujuki kalibreerimiseks kahekordselt destilleeritud vee asemel.

- C.4.4 Destillaadi tiheduse mõõtmine (või alkoholisisalduse mõõtmine, kui aparaat seda võimaldab)
- C.4.4.1 Uuritav proov valatakse mõõtesilindrisse kuni tasememärgini.
- C.4.4.2 Ujuk ja termomeeter asetatakse vette, segatakse ning aparaadilt loetakse vedeliku tiheduse (või võimaluse korral alkoholisisalduse) näit. Registreeritakse temperatuur, kui tihedust mõõdetakse temperatuuril t °C (ρ_t).
- C.4.4.3 Väärtus ρ_t arvutatakse ümber ρ_{20} -ks, kasutades tiheduse ρ_t väärtuste tabelit vee ja alkoholi segude jaoks (Rahvusvahelise Veiniameti analüüsimeetodite käsiraamatu (1994, lk 17–29) II lisa II tabel).
- C.4.5 Ujuki ja mõõtesilindri puhastamine.
- C.4.5.1 Ujuk kastetakse mõõtesilindrisse ujuki puhastamise lahusesse.
- C.4.5.2 Leotatakse üks tund ujukit aeg-ajalt keerutades.
- C.4.5.3 Pestakse ohtra kraaniveega ja seejärel destilleeritud veega.
- C.4.5.4 Kuivatatakse pehme tualettpaberiga, mis ei jäta kiude.
Kõnealust menetlust kasutatakse ujuki esmakordsel kasutamisel ning korrapäraselt vastavalt vajadusele.
- C.4.6 Tulemus
- Tiheduse ρ_{20} põhjal arvutatakse tegelik alkoholisisaldus, kasutades allpool esitatud alkoholisisalduse tabeleid.
- Tabel, milles on toodud alkoholisisalduse väärtused mahuprotsentides 20 °C juures vee ja alkoholi segude tiheduse funktsioonina 20 °C juures, on Rahvusvahelise Legaalmetroloogia Organisatsiooni soovitusena Commande ZA sans blanc avant! – FI 2004/06/001nr 22 vastu võetud rahvusvaheline tabel.

C.5 Meetodi suutlikkuse näitajad (täpsus)

C.5.1 Laboritevahelise katse statistilised tulemused

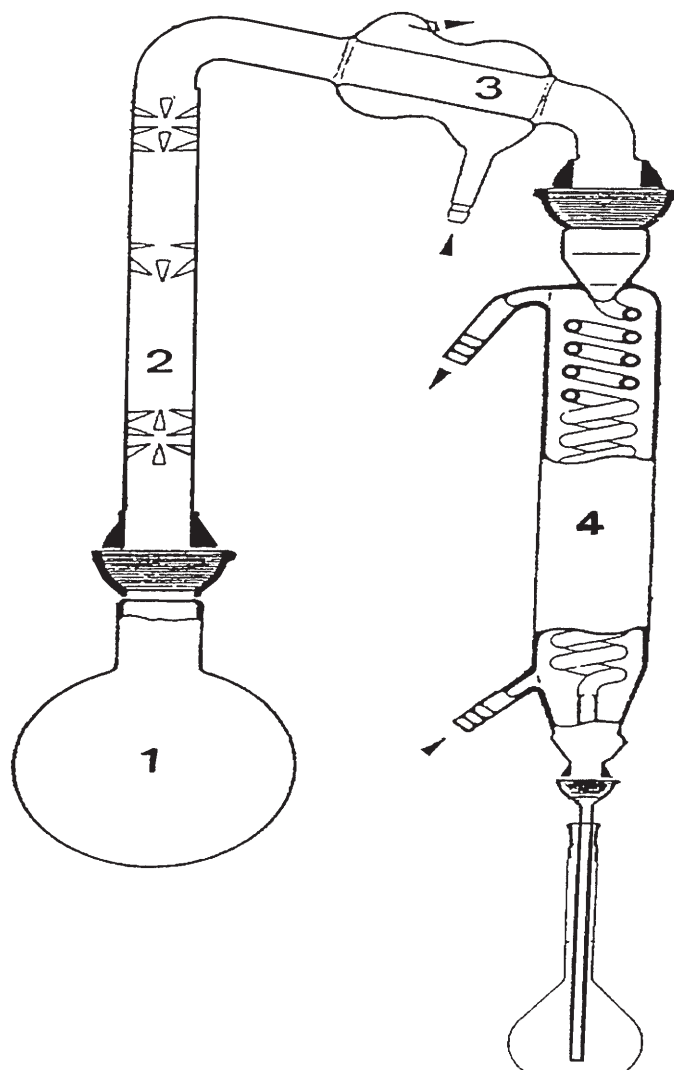
Vastavalt rahvusvaheliselt kokkulepitud menetlustele [1] [2] läbi viidud meetodi suutlikkuse rahvusvahelise uurimise põhjal saadi järgmised andmed.

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	12
Proovide arv	6

Proovid	A	B	C	D	E	F
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	12	10	11	12	11	9
Võõrväärtuste arv (laborid)	–	2	1	–	1	2
Tunnustatud tulemuste arv	24	20	22	24	22	18
Keskvärtus (\bar{x})(mahu%)	23,80	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,51 (°)			43,09 (°)	45,89 (°)	63,44 (°)
Korratavuse standardhälve (Sr) (mahu%)	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Korratavuse piirnorm (r) (mahu%)	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) (mahu%)	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) (mahu%)	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

Proovide liigid

- A Puuviljaliköör; jaotustase. (°)
- B Brändi; pime kordusproov.
- C Viski; pime kordusproov.
- D Grappa; jaotustase. (°)
- E Akvaviit; jaotustase. (°)
- F Rumm; jaotustase. (°)



Joonis 1. Destilleerimisaparaat piiritusjookide tegeliku alkoholisisalduse määramiseks mahuprotsentides

1. Standardse sfäärilise lihvühendusega 1-liitrine ümarkolb.
2. 20 cm "Vigreux" rektifikatsioonikolonn.
3. 10 cm Westi tüüpi kondensaator.
4. 40 cm jahutuspiraal.

II. PIIRITUSJOOKIDE KUIVEKSTRAKTI ÜLDSISALDUSE GRAVIMEETRILINE MÄÄRAMINE**1. Rakendusala**

Määrusega (EMÜ) nr 1576/89 nähakse kõnealune meetod ette üksnes akvaviidi jaoks, mille kuivekstrakti sisaldus on kuni 15 g/l.

2. Viited on normidele

ISO 3696:1987: Vesi analüütiliseks kasutamiseks – Spetsifikatsioon ja katsemeetodid.

3. Määratlus

Kuivekstrakti või kuivaine üldsisaldus hõlmab kõiki mittelenduvaid aineid teatavatel füüsikalistel tingimustel.

4. Põhimõte

Kaalutakse jäägid, mis tekivad piiritusjooigi aurustamisel keeva vee vanni kohal ja kuivatamisel kuivatuskapis.

5. Seadmed ja aparatuur

5.1 55 mm diameetriga lamedapõhjaline silindriline aurustuskauss

5.2 Keeva vee vann

5.3 A-klassi 25 ml pipett

5.4 Kuivatuskapp

5.5 Eksikaator

5.6 Analüütilised kaalud täpsusega 0,1 mg

6. Proovivõtmine ja proovid

Enne analüüsimist säilitatakse proove toatemperatuuril.

7. Töö käik

7.1 25 ml piiritusjooki, mis sisaldab alla 15 g/l kuivainet, pipetitakse eelnevalt kaalutud lamedapõhjalisse silindrilisse aurustuskaussi, mille diameeter on 55 mm. Esimese aurustamistunni jooksul asetatakse aurustuskauss keeva vee vanni kaanele nii, et vedelik ei keeks, kuna see võib põhjustada kadusid pritsimisel. Proov jäetakse veel üheks tunniks kontakti keeva vee vanniga auruga.

7.2 Kuivatamiseks asetatakse aurustuskauss kaheks tunniks kuivatuskappi temperatuuril $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$. Aurustuskaussil lastakse eksikaatoris jahtuda ning aurustuskauss ja selle sisu kaalutakse.

8. Arvutamine

Jäägi mass korrutatuna 40ga võrdub piiritusjooigis sisalduva kuivekstrakti massiga ning seda väljendatakse grammides liitri kohta ühe kümnendkohaga.

9. Meetodi suutlikkuse näitajad (täpsus)

9.1 Laboritevahelise katse statistilised tulemused

Vastavalt rahvusvaheliselt kokkulepitud menetlustele [1] [2] läbi viidud meetodi suutlikkuse rahvusvahelise uurimuse põhjal saadi järgmised andmed.

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	10
Proovide arv	4

Proovid	A	B	C	D
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	9	9	8	9
Võõrväärtuste arv (laborid)	1	1	2	–
Tunnustatud tulemuste arv	18	18	16	18
Keskvärtus (\bar{x})(g/l)	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Korratavuse standardhälve (Sr) (g/l)	0,075	0,441	0,028	0,123
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Korratavuse piirnorm (r) (g/l)	0,2	1,2	0,1	0,3
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) (g/l)	0,148	0,451	0,058	0,210
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) (g/l)	0,4	1,3	0,2	0,6

Proovide liigid

A Brändi; pime kordusproov.

B Rumm; jaotustase.

C Grappa; jaotustase.

D Akvaviit; jaotustase.

III. LENDUVATE AINETE JA METANOOLI MÄÄRAMINE PIIRITUSJOOKIDES

III.1. ÜLDISED MÄRKUSED

1. Määratlused

Määruses (EMÜ) nr 1576/89 on sätestatud lenduvate ühendite, v.a etanooli ja metanooli miinimumsisaldused teatavates piiritusjookides (rumm, viinamarjadest valmistatud alkohoolsed joogid, puuviljaviinad jne). Üksnes nende jookide puhul loetakse kõnealused sisaldused kokkuleppeliselt võrdseks järgmiste sisalduste summaga:

- 1) lenduvate hapete sisaldus, väljendatud äädikhappena;
- 2) aldehüüdide sisaldus, väljendatud etanaalina, mis on etanaali (atsetaldehüüdi) ning 1,1-dietoksüetaanis (atsetaalis) sisalduva etanaalifraktsiooni atsetaali summa;
- 3) järgmiste kõrgemate alkoholid sisaldus: 1-propanool, 1-butanool, 2-butanool, 2-metüül-1-propanool eraldi ning 2-metüül-1-butanool ja 3-metüül-1-butanool eraldi või koos;
- 4) etüülatsetaadi sisaldus.

Lenduvate ühendite mõõtmise tavapärased meetodid:

- lenduvate hapete sisalduse määramine,
- aldehüüdide (etanaali ja atsetaali), etüülatsetaadi ja alkoholid sisalduse määramine gaasikromatograafia abil.

2. Lenduvate ühendite gaasikromatograafiline analüüs

Muude lenduvate ühendite kui eespool nimetatud ühendite gaasikromatograafiline analüüs võib osutada eriti huvitavaks vahendiks nii destilleerimisel kasutatava tooraine piiritolu kui ka tegelike destilleerimistingimuste kindlaksmääramisel.

Mõned piiritusjoogid sisaldavad muid lenduvaid ühendeid, näiteks aromaatsid ühendeid, mis on iseloomulikud alkoholi saamisel kasutatavale toorainele, piiritusjoogi aroomile ning piiritusjoogi valmistamise omapärale. Kõnealused ühendid on olulised määruses (EMÜ) nr 1576/89 sätestatud nõuete hindamisel.

III.2. LENDUVATE AROMAATSETE AINETE GAASIKROMATOGRAAFILINE MÄÄRAMINE: ALDEHÜÜDID, KÕRGEMAD ALKOHOLID, ETÜÜLATSETAAT JA METANOOL

1. Rakendusala

Käesolev meetod sobib 1,1-dietoksüetaani (atsetaali), 2-metüül-1-butanooli (aktiivse amüülalkoholi), 3-metüül-1-butanooli (isoamüülalkoholi), metanooli (metüülalkoholi), etüületanoaadi (etüülatsetaadi), 1-butanooli (n-butanooli), 2-butanooli (sec-butanooli), 2-metüül-1-propanooli (isobutüülalkoholi), 1-propanooli (n-propanooli) ja etanaali (atsetaldehüüdi) määramiseks piiritusjookides gaasikromatograafia abil. Selle meetodi puhul kasutatakse sisestandardit, näiteks 3-pentanooli. Analüütide kontsentratsiooni väljendatakse grammides 100 liitri absoluutalkoholi kohta; toote alkoholisisaldus tuleb kindlaks määrata enne analüüsimist. Piiritusjoogid, mida saab käesoleva meetodiga analüüsida, on viski, brändi, rumm, veinipiiritus, puuviljaviin ja viinamarjade pressimisjäakidest valmistatud piiritusjook.

2. Viited normidele

ISO 3696:1987: Vesi analüütiliseks kasutamiseks – Spetsifikatsioon ja katsemeetodid.

3. Määratlus

Aromaatsed ühendid on lenduvad ained, mis moodustavad koos etanooliga piiritusjoogi kääritamise, destilleerimise ja küpsmise ajal.

4. Põhimõte

Aromaatsete ühendite määramiseks piiritusjookides injekteeritakse piiritusjooki või nõuetekohaselt lahjendatud piiritusjooki otse gaasikromatograafi. Enne injekteerimist lisatakse piiritusjoogile sobiv sisestandard. Aromaatsed ühendid eraldatakse temperatuuri reguleerimisega sobivas kolonnis ning määratakse kindlaks leekionisatsioonidetektoril abil. Iga aromaatsed ühendi kontsentratsioon määratakse kindlaks sisestandardi suhtes nende kaliibrimistegurite põhjal, mis saadakse kalibreerimisel samades kromatograafilistes tingimustes mis piiritusjoogi analüüsimisel.

5. Reaktiivid ja materjalid

Kui ei ole sätestatud teisiti, tuleb kasutada üksnes üle 97 % puhtusastmega reaktiive, mis on ostetud ISO järgi akrediteeritud tarnijalt, kellel on puhtusetunnistus, ning mille testlahuses ei ole teisi aromaateid ühendeid (seda on võimalik kontrollida, injekteerides üksikute aromaate ühendite standardeid testlahuses punktis 6.4 sätestatud gaasikromatograafia tingimustel), ning üksnes vähemalt 3. klassi vett vastavalt ISO 3696 standardile. Atsetaali ja atseetaldehüüdi tuleb säilitada pimedas temperatuuril < 5 °C; kõiki teisi reaktiive võib säilitada toatemperatuuril.

- 5.1 Absoluutne alkohol (CASi nr 64-17-5).
- 5.2 Metanool (CASi nr 67-56-1).
- 5.3 1-propanool (CASi nr 71-23-8).
- 5.4 2-metüül-1-propanool (CASi nr 78-33-1).
- 5.5 Lubatud sisestandardid: 3-pentanool (CASi nr 584-02-1), 1-pentanool (CASi nr 71-41-0), 4-metüül-1-pentanool (CASi nr 626-89-1) või metüülnonanoaat (CASi nr 1731-84-6).
- 5.6 2-metüül-1-butanool (CASi nr 137-32-6).
- 5.7 3-metüül-1-butanool (CASi nr 123-51-3).
- 5.8 Etüülatsetaat (CASi nr 141-78-6).
- 5.9 1-butanool (CASi nr 71-36-3).
- 5.10 2-butanool (CASi nr 78-92-2).
- 5.11 Atseetaldehüüd (CASi nr 75-07-0).
- 5.12 Atsetaal (CASi nr 105-57-7).
- 5.13 40 % (v/v) etanoolilahus.

400 ml/l etanoolilahuse valmistamiseks valatakse 400 ml etanooli (5.1) üheliitrise mõõtekolbi, täidetakse kolb destilleeritud veega kuni märgini ja segatakse.

- 5.14 Standardlahuste valmistamine ja säilitamine (kinnitatud meetodi korral kasutatav menetlus).

Kõiki standardlahuseid tuleb säilitada temperatuuril < 5 °C ning valmistada värskest iga kuu. Komponentide ja lahuste massid tuleb registreerida 0,1 mg täpsusega.

- 5.14.1 Standardlahus – A

Järgmised reaktiivid pipetatakse 100 ml mõõtekolbi, mis sisaldab ligikaudu 60 ml etanoolilahust (5.13) koostisosade aurumise minimeerimiseks, kolb täidetakse etanoolilahusega (5.13) ja segatakse hoolikalt. Registreeritakse kolvi ja iga lisatava komponendi mass ning kolvi sisu lõplik kogumass.

Komponent	Maht (ml)
Metanool (5.2)	3,0
1-propanool (5.3)	3,0
2-metüül-1-propanool (5.4)	3,0
2-metüül-1-butanool (5.6)	3,0
3-metüül-1-butanool (5.7)	3,0
Etüülatsetaat (5.8)	3,0
1-butanool (5.9)	3,0
2-butanool (5.10)	3,0
Atseetaldehüüd (5.11)	3,0
Atsetaal (5.12)	3,0

Märkus 1: Soovitav on lisada atsetaal ja atseetaldehüüd viimasena, et minimeerida kadusid aurumisel.

- 5.14.2 Standardlahus – B
- 3 ml 3-pentanolii või muud sobivat sisestandardit (5.5) pipetatakse 100 ml mõõtekolbi, mis sisaldab ligikaudu 80 ml etanoolilahust (5.13), kolb täidetakse etanoolilahusega (5.13) ja segatakse hoolikalt.
- Registreeritakse kolvi, 3-pentanolii või muu lisatava sisestandardi mass ja kolvi sisu lõplik kogumass.
- 5.14.3 Standardlahus – C
- 1 ml lahust A (5.14.1) ja 1 ml lahust B (5.14.2) pipetatakse 100 ml mõõtekolbi, mis sisaldab ligikaudu 80 ml etanoolilahust (5.13), kolb täidetakse etanoolilahusega (5.13) ning segatakse hoolikalt.
- Registreeritakse kolvi ja iga lisatava komponendi mass ning kolvi sisu lõplik kogumass.
- 5.14.4 Standardlahus – D
- Analüütilise jätkuvuse säilitamiseks valmistatakse kvaliteedikontrollistandard, kasutades eelnevalt valmistatud standardlahust A (5.14.1). 1 ml lahust A (5.14.1) pipetatakse 100 ml mõõtekolbi, mis sisaldab ligikaudu 80 ml etanoolilahust (5.13), kolb täidetakse etanoolilahusega (5.13) ja segatakse hoolikalt.
- Registreeritakse kolvi ja iga lisatava komponendi mass ning kolvi sisu lõplik kogumass.
- 5.14.5 Standardlahus – E
- 10 ml lahust B (5.14.2) pipetatakse 100 ml mõõtekolbi, mis sisaldab ligikaudu 80 ml etanoolilahust (5.13), kolb täidetakse etanoolilahusega (5.13) ja segatakse hoolikalt.
- Registreeritakse kolvi ja iga lisatava komponendi mass ning kolvi sisu lõplik kogumass.
- 5.14.6 Leekionisatsioonidetectori näitude lineaarsuse kontrollimiseks kasutatavad standardlahused
- 0, 0,1, 0,5, 1,0 ja 2,0 ml lahust A (5.14.1) ja 1 ml lahust B (5.14.2) pipetatakse erinevatesse 100 ml mõõtekolbidesse, kolvid täidetakse etanoolilahusega (5.13) ja segatakse hoolikalt.
- Registreeritakse kolvi ja iga lisatava komponendi mass ning kolvi sisu lõplik kogumass.
- 5.14.7 Kvaliteedikontrollistandard
- 9 ml standardlahust D (5.14.4) ja 1 ml standardlahust E (5.14.5) pipetatakse kaalukausile ning segatakse hoolikalt.
- Registreeritakse kolvi ja iga lisatava komponendi mass ning kolvi sisu lõplik kogumass.

6. Seadmed ja aparatuur

- 6.1 Seade, millega saab mõõta tihedust ja alkoholisisaldust.
- 6.2 Analüütilised kaalud, millega on võimalik kaaluda nelja kümnendkoha täpsusega.
- 6.3 Temperatuuriregulaatoriga gaasikromatograaf, millel on leekionisatsioonidetektor ja integraator või muu andmekäitlussüsteem, millega on võimalik mõõta piigipindalasisid või piigikõrgusi.
- 6.4 Gaasikromatograafi kolonn(id), millega on võimalik eraldada analüüte nii, et minimaalne resolutsioon üksikute komponentide vahel (v.a 2-metüül-1-butanool ja 3-metüül-1-butanool) oleks vähemalt 1.3.

Märkus 2: Sobivad näiteks järgmised kolonnid ja gaasikromatograafia tingimused:

- 1) Retentsiooninihe 1 m × 0,32 mm (sisediameeter), mis on ühendatud CP-WAX 57 CB kolonni külge mõõtmetega 50 m × 0,32 mm (sisediameeter), statsionaarse faasi kile paksus 0,2 µm (stabiliseeritud polüetüleenglükool), millele järgneb Carbowax 400 kolonn mõõtmetega 50 m × 0,32 mm (sisediameeter), statsionaarse faasi kile paksus 0,2 µm. (Kolonnid on ühendatud hermeetiliste ühendustega.)

Kandegaas ja rõhk:	heelium (135 kPa)
Koloni temperatuur:	35 °C 17 minutit, 12 °C/min temperatuurini 70 °C, hoida 25 minutit temperatuuril 70 °C.
Injektori temperatuur:	150 °C
Detektori temperatuur:	250 °C
Süstiv maht:	1 µl, jaotatud 20 kuni 100 : 1

- 2) Retentsiooninihe 1 m × 0,32 mm (sisediameeter), mis on ühendatud CP-WAX 57 CB koloni külge mõõdetega 50 m × 0,32 mm (sisediameeter), statsionaarse faasi kile paksus 0,2 µm (stabiliseeritud polüetüleenglükool). (Retentsiooninihe on ühendatud hermeetilise ühendusega.)

Kandegaas ja rõhk:	heelium (65 kPa)
Koloni temperatuur:	35 °C 10 minutit, 5 °C/min temperatuurini 110 °C, 30 °C/min temperatuurini 190 °C, hoida 2 minutit temperatuuril 190 °C.
Injektori temperatuur:	260 °C
Detektori temperatuur:	300 °C
Süstiv maht:	1 µl, jaotatud 55 : 1

- 3) Täidetud kolonn (5 % CW 20 M, Carbopak B), 2 m × 2 mm (sisediameeter).

Koloni temperatuur:	65 °C 4 minutit, 10 °C/min temperatuurini 140 °C, hoida 5 minutit temperatuuril 140 °C, 5 °C/min temperatuurini 150 °C, hoida 3 minutit temperatuuril 150 °C.
Injektori temperatuur:	65 °C
Detektori temperatuur:	200 °C
Süstiv maht:	1 µl

7. Proovivõtmine ja proovid

7.1 Laboriproov

Vastuvõtmisel mõõdetakse iga proovi alkoholisisaldus (6.1).

8. Töö käik (kasutatakse kinnitatud meetodi puhul)

8.1 Katsekogus

8.1.1 Sobiv pitseeritud kaalukauss kaalutakse ja selle mass registreeritakse.

8.1.2 9 ml laboriproovi pipetatakse kaalukaussi ja registreeritakse mass (M_{PROOV}).

8.1.3 Lisatakse 1 ml standardlahust E (5.14.5) ja registreeritakse mass (M_{E}).

8.1.4 Katsematerjali loksutatakse intensiivselt (pööratakse vähemalt 20 korda). Proove tuleb enne analüüsi säilitada temperatuuril alla 5 °C, et minimeerida lenduvate ainete kadu.

8.2 Pimekatse

8.2.1 Sobiv pitseeritud kaalukauss kaalutakse nelja kümnendkoha täpsusega kaalul (6.2) ja mass registreeritakse.

8.2.2 9 ml 400ml/l etanoolilahust (5.13) pipetatakse kaalukaussi ja registreeritakse mass.

8.2.3 Lisatakse 1 ml standardlahust E (5.14.5) ja registreeritakse mass.

8.2.4 Katsematerjali loksutatakse intensiivselt (pööratakse vähemalt 20 korda). Proove tuleb enne analüüsi säilitada temperatuuril alla 5 °C, et minimeerida lenduvate ainete kadu.

8.3 Esialgne katse

Injekteeritakse standardlahust C (5.14.3), et tagada kõikide analüütide eraldumine miinimumresolutsiooniga 1,3 (v.a 2-metüül-1-butanool ja 3-metüül-1-butanool).

8.4 Kalibreerimine

Kalibreerimist tuleb kontrollida järgmise menetlusega. Näitude linearsuse tagamiseks analüüsitakse järjest kolmes eksemplaris kõiki sisestandardit (IS) sisaldavaid linearsuse kontrollimiseks ettenähtud standardlahuseid (5.14.6). Iga injektsiooni puhul arvutatakse integraatori piigipindalade või piigikõrguste põhjal suhe R iga aromaatsse ühendi jaoks ning koostatakse graafik, kus R on esitatud aromaatsse ühendi ja sisestandardi (IS) kontsentratsioonide suhte C funktsioonina. Peaks tekkima sirgjoon, mille korrelatsioonikordaja on vähemalt 0,99.

$$R = \frac{\text{Aromaatsse ühendi piigi pindala või piigi kõrgus}}{\text{IS piigi pindala või piigi kõrgus}}$$

$$C = \frac{\text{Aromaatsse ühendi kontsentratsioon } (\mu\text{g/g})}{\text{IS kontsentratsioon } (\mu\text{g/g})}$$

8.5 Määramine

Injekteeritakse standardlahust C (5.14.3) ja kaks kvaliteedikontrollistandardit (5.14.7). Seejärel injekteeritakse uuritavad proovid (valmistatud vastavalt punktidele 8.1 ja 8.2) ja lisatakse üks kvaliteedikontrollistandard iga 10 proovi kohta analüütilise stabiilsuse tagamiseks. Injekteeritakse üks standardlahus C (5.14.3) iga 5 proovi järel.

9. Arvutamine

Võib kasutada automaatset andmekäitlussüsteemi, tingimusel et andmeid saab allpool toodud meetodis kirjeldatud põhimõtete abil kontrollida.

Mõõdetakse aromaatsse ühendi piigi pindalad või piigi kõrgused ning sisestandardi piigid.

9.1 Kaliibrimisteguri arvutamine

Standardlahuse C (5.14.3) injektsiooni kromatogrammi põhjal arvutatakse iga aromaatsse ühendi kaliibrimistegur, kasutades võrrandit (1).

$$(1) \quad \text{Kaliibrimistegur} = \frac{\text{IS piigi pindala või piigi kõrgus}}{\text{Aromaatsse ühendi piigi pindala või piigi kõrgus}} \times \frac{\text{Aromaatsse ühendi kontsentratsioon } (\mu\text{g/g})}{\text{IS kontsentratsioon } (\mu\text{g/g})}$$

kus:

IS = sisestandard

Aromaatsse ühendi kontsentratsioon = aromaatsse ühendi kontsentratsioon lahuses C (5.14.3)

IS kontsentratsioon = sisestandardi kontsentratsioon lahuses C (5.14.3).

9.1.2 Proovi analüüs

Kasutades võrrandit (2), arvutatakse iga aromaatsse ühendi kontsentratsioon proovides.

$$(2) \quad \text{Aromaatsse ühendi kontsentratsioon, } (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{Aromaatsse ühendi piigi pindala või piigi kõrgus}}{\text{Sisestandardi piigi pindala või piigi kõrgus}} \times \frac{M_{\text{IS}} \text{ (g)}}{M_{\text{PROOV}} \text{ (g)}} \times \text{Conc}_{\text{IS}} \text{ } (\mu\text{g/g}) \times \text{RF}$$

kus:

M_{PROOV} = proovi mass (8.1.2)

M_{IS} = sisestandardi mass (8.1.3)

Conc_{IS} = sisestandardi kontsentratsioon lahuses E (5.14.5)

RF = võrrandi (1) abil arvatud kaliibrimistegur.

9.1.3 Kvaliteedikontrollistandardi analüüs

Kasutades võrrandit (3), arvutatakse iga aromaatsse ühendi sihtväärtuse saagise protsent kvaliteedikontrollistandardis (5.14.7):

$$(3) \quad \text{kvaliteedikontrollistandardi proovi saagise protsent} = \frac{\text{analüüdi kontsentratsioon kvaliteedikontrollistandardis}}{\text{analüüdi kontsentratsioon lahuses D}} \times 100$$

Analüüdi kontsentratsioon kvaliteedikontrollistandardis arvutatakse eespool toodud võrrandite (1) ja (2) abil.

9.2 Tulemuste lõplik esitamine

Tulemused mg-des grammi kohta arvestatakse ümber grammidesse 100 liitri absoluutalkoholi kohta proovis, kasutades võrrandit (4):

$$(4) \quad \text{Kontsentratsioon } (\mu\text{g/g}) \text{ 100 liitri alkoholi kohta} =$$

$$\text{Kontsentratsioon } (\mu\text{g/g}) \times \rho \times 10 / (\text{sisaldus mahu\%} \times 1\,000)$$

kus ρ = tihedus kg/m^3 .

Tulemused esitatakse kolme tüvenumbriga ning maksimaalselt ühe kümnendkohaga, nt 11,4 g 100 l absoluutalkoholi kohta.

10. Kvaliteedi tagamine ja kontroll (kasutatakse kinnitatud meetodi puhul)

Kasutades võrrandit (2), arvutatakse iga aromaatsse ühendi kontsentratsioon kvaliteedikontrollistandardis, mis on valmistatud punktides 8.1.1–8.1.4 esitatud menetlusega. Kasutades võrrandit (3), arvutatakse sihtväärtuse saagise protsent. Kui analüüsitulemused on iga aromaatsse ühendi puhul vahemikus $\pm 10\%$ nende teoreetilise väärtusest, võib analüüsi jätkata. Vastasel korral tuleks läbi viia uuring ebatäpsuste leidmiseks ning teha vajaduse korral parandused.

11. Meetodi suutlikkuse näitajad (täpsus)

Laboritevahelise katse statistilised tulemused: järgmistes tabelites on esitatud järgmiste ühendite väärtused: etanaal, etüülatsetaat, atsetaal, üldetanaal, metanool, 2-butanool, 1-propanool, 1-butanool, 2-metüül-1-propanool, 2-metüül-1-butanool, 3-metüül-1-butanool.

Vastavalt rahvusvaheliselt kokkulepitud menetlustele läbi viidud meetodi suutlikkuse rahvusvahelise uuringu põhjal saadi järgmised andmed.

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	etanaal

Proovid	A	B	C	D	E
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	28	26	27	27	28
Võõrväärtuste arv (laborid)	2	4	3	3	2
Tunnustatud tulemuste arv	56	52	54	54	56
Keskvärtus (\bar{x}) ($\mu\text{g/g}$)	63,4	71,67	130,4	38,4	28,6
				13,8 (*)	52,2 (*)
Korratavuse standardhälve (S_r) ($\mu\text{g/g}$)	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	12	14	22	6,8	8,9
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov.
- B Kirsiviin; pime kordusproov.
- C Grappa; pime kordusproov.
- D Viski; jaotustase. (*)
- E Rumm; jaotustase. (*)

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	etiülatsetaat

Proovid	A	B	C	D	E
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	24	24	25	24	24
Võõrväärtuste arv (laborid)	2	2	1	2	2
Tunnustatud tulemuste arv	48	48	50	48	48
Keskvärtus (\bar{x})($\mu\text{g/g}$)	96,8	1 046	120,3	112,5	99,1
				91,8 (*)	117,0 (*)
Korratavuse standard (Sr) ($\mu\text{g/g}$)	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov
 B Kirsiviin; pime kordusproov.
 C Grappa; pime kordusproov.
 D Viski; jaotustase. (*)
 E Rumm; jaotustase. (*)

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	atsetaal

Proovid	A	B	C	D	E
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	20	21	22	17	21
Võõrväärtuste arv (laborid)	4	3	2	4	3
Tunnustatud tulemuste arv	40	42	44	34	42
Keskvärtus (\bar{x})($\mu\text{g/g}$)	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60 (*)	28,3 (*)
Korratavuse standardhälve (Sr) ($\mu\text{g/g}$)	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov.
 B Kirsiviin; pime kordusproov.
 C Grappa; pime kordusproov.
 D Viski; jaotustase. (*)
 E Rumm; jaotustase. (*)

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	üldetanaal

Proovid	A	B	C	D	E
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	23	19	22	21	22
Võõrväärtuste arv (laborid)	1	5	2	3	2
Tunnustatud tulemuste arv	46	38	44	42	44
Keskvärtus (\bar{x})($\mu\text{g/g}$)	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8 (°)	61,8 (°)
Korratavuse standardhälve (S_r) ($\mu\text{g/g}$)	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Reproduktseeritavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	13	15	24,1	7,3	9,0
Reproduktseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Reproduktseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov.
 B Kirsiviin; pime kordusproov.
 C Grappa; pime kordusproov.
 D Viski; jaotustase. (°)
 E Rumm; jaotustase. (°)

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	metanool

Proovid	A	B	C	D	E
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	26	27	27	28	25
Võõrväärtuste arv (laborid)	4	3	3	1	4
Tunnustatud tulemuste arv	52	54	54	56	50
Keskvärtus (\bar{x})($\mu\text{g/g}$)	319,8	2 245	1 326	83,0	18,6
				61,5 (°)	28,9 (°)
Korratavuse standardhälve (S_r) ($\mu\text{g/g}$)	4,4	27	22	1,5	1,3
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Reproduktseeritavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	13	99	60	4,5	2,8
Reproduktseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Reproduktseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov.
 B Kirsiviin; pime kordusproov.
 C Grappa; pime kordusproov.
 D Viski; jaotustase. (°)
 E Rumm; jaotustase. (°)

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	2-butanool

Proovid	A	B	C	E
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	21	27	29	22
Võõrväärtuste arv (laborid)	4	3	1	3
Tunnustatud tulemuste arv	42	54	58	44
Keskvärtus (\bar{x})($\mu\text{g/g}$)	5,88	250,2	27,57	5,83 14,12 (*)
Korratavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	0,40	2,2	0,87	0,64
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	1,1	6,1	2,5	1,8
Reprodutseeritavuse standardhälve (Sr) (mahu%)	0,89	13	3,2	0,87
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	2,5	35,5	8,9	2,4

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov.
 B Kirsiviin; pime kordusproov.
 C Grappa; pime kordusproov.
 E Rumm; jaotustase. (*)

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	1-propanool

Proovid	A	B	C	D	E
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	29	27	27	29	29
Võõrväärtuste arv (laborid)	2	4	3	2	2
Tunnustatud tulemuste arv	58	54	54	58	58
Keskvärtus (\bar{x})($\mu\text{g/g}$)	86,4	3 541	159,1	272,1 229,3 (*)	177,1 222,1 (*)
Korratavuse standardhälve (Sr) ($\mu\text{g/g}$)	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov.
 B Kirsiviin; pime kordusproov.
 C Grappa; pime kordusproov.
 D Viski; jaotustase. (*)
 E Rumm; jaotustase. (*)

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	1-propanool

Proovid	A	B	C
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	20	22	22
Võõrväärtuste arv (laborid)	4	4	6
Tunnustatud tulemuste arv	40	44	44
Keskvärtus (\bar{x})($\mu\text{g/g}$)	3,79	5,57	7,54
Korratavuse standardhälve (Sr) ($\mu\text{g/g}$)	0,43	0,20	0,43
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	11,2	3,6	5,6
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	1,1	0,6	1,2
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	0,59	0,55	0,82
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	15,7	9,8	10,8
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	1,7	1,5	2,3

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov.
 B Kirsiviin; pime kordusproov.
 C Grappa; pime kordusproov. (*)

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	2-metüül-1-propanool

Proovid	A	B	C	D	E
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	28	31	30	26	25
Võõrväärtuste arv (laborid)	3	0	1	5	6
Tunnustatud tulemuste arv	56	62	60	52	50
Keskvärtus (\bar{x})($\mu\text{g/g}$)	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8 (*)	133,87 (*)
Korratavuse standardhälve (Sr) ($\mu\text{g/g}$)	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov.
 B Kirsiviin; pime kordusproov.
 C Grappa; pime kordusproov.
 D Viski; jaotustase. (*)
 E Rumm; jaotustase. (*)

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	2-metüül-1-butanool

Proovid	A	B	C	D	E
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	25	26	25	27	25
Võõrväärtuste arv (laborid)	3	2	3	1	2
Tunnustatud tulemuste arv	50	52	50	54	50
Keskvärtus (\bar{x})($\mu\text{g/g}$)	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2 (*)	61,5 (*)
Korratavuse standardhälve (Sr) ($\mu\text{g/g}$)	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov.
 B Kirsiviin; pime kordusproov.
 C Grappa; pime kordusproov.
 D Viski; jaotustase. (*)
 E Rumm; jaotustase. (*)

Laboritevahelise katse tegemise aeg	1997
Laborite arv	32
Proovide arv	5
Analüüt	3-metüül-1-butanool

Proovid	A	B	C	D	E
Laborite arv pärast võõrväärtuste elimineerimist	23	23	24	27	21
Võõrväärtuste arv (laborid)	5	5	4	1	6
Tunnustatud tulemuste arv	46	46	48	54	42
Keskvärtus (\bar{x})($\mu\text{g/g}$)	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4 (*)	245,6 (*)
Korratavuse standardhälve (Sr) ($\mu\text{g/g}$)	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Korratavuse suhteline standardhälve (RSDr) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Korratavuse piirnorm (r) ($\mu\text{g/g}$)	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Reprodutseeritavuse standardhälve (SR) ($\mu\text{g/g}$)	29,8	13	21	8,5	6,7
Reprodutseeritavuse suhteline standardhälve (RSDR) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Reprodutseeritavuse piirnorm (R) ($\mu\text{g/g}$)	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

Proovide liigid

- A Brändi; pime kordusproov.
 B Kirsiviin; pime kordusproov.
 C Grappa; pime kordusproov.
 D Viski; jaotustase. (*)
 E Rumm; jaotustase. (*)