

**KOMISSION ASETUS (EY) N:o 2870/2000,
annettu 19 päivänä joulukuuta 2000,
tislattujen alkoholijuomien analysoinnissa sovellettavista yhteisön vertailumenetelmistä**

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon tislattujen alkoholijuomien määritelmää, kuvausta ja esittelyä koskevista yleisistä säännöistä 29 päivänä toukokuuta 1989 annetun neuvoston asetuksen (ETY) N:o 1576/89⁽¹⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna Itävallan, Suomen ja Ruotsin liittymisasiakirjalla, ja erityisesti sen 4 artiklan 8 kohdan,

sekä katsoo seuraavaa:

- (1) Asetuksen (ETY) N:o 1576/89 4 artiklan 8 kohdassa säädetään tislattujen alkoholijuomien analysoinnissa käytettävien menetelmien määrittämisestä. Virallisissa tarkastuksissa ja kiistatapauksissa on käytettävä vertailumenetelmiä, joiden avulla voidaan varmistaa asetuksen (ETY) N:o 1576/89 ja tislattujen alkoholijuomien määritelmää, kuvausta ja esittelyä koskevista yksityiskohtaisista täytäntöönpanosäännöistä 24 päivänä huhtikuuta 1990 annetun komission asetuksen (ETY) N:o 1014/90⁽²⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 2140/98⁽³⁾, säännösten noudattaminen.
- (2) Yhteisön vertailumenetelmiksi olisi mahdollisuuksien mukaan annettava ja kuvattava yleisesti hyväksytyjä menetelmiä.
- (3) Tieteen kehityksen ja virallisten laboratorioiden erilaisen teknisen välineistön huomioon ottamiseksi olisi sallittava laboratorion johtajan vastuulla muihin mittausperiaatteisiin kuin tämän asetuksen liitteessä kuvattuihin vertailumenetelmiin perustuvien menetelmien käyttö, jos kyseiset menetelmät tarjoavat riittävät takeet tuloksista ja täyttävät erityisesti elintarvikkeiden tarkastuksessa tarvittavien yhteisön näytteenottomenettelyjen ja analyysimenetelmien käyttöön ottamisesta 20 päivänä joulukuuta 1985 annetussa neuvoston direktiivin 85/591/ETY⁽⁴⁾ liitteessä säädetyt vaatimukset ja jos voidaan osoittaa, että kyseisillä menetelmillä saatujen tulosten tarkkuuden, toistettavuuden ja uusittavuuden vaihteluväli on samanlainen kuin tässä asetuksessa kuvatuilla vertailumenetelmillä saaduilla tuloksilla. Muiden vertailumenetelmien käyttö olisi hyväksyttävä, jos edellä mainittu ehto täyttyy. Kuitenkin on täsmennettävä, että kiistatapauksissa kyseiset muut menetelmät eivät voi korvata vertailumenetelmiä.

- (4) Tässä asetuksessa säädetyt toimenpiteet ovat tislattuja alkoholijuomia käsittelevän täytäntöönpanokomitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN ASETUKSEN:

1 artikla

Tämän asetuksen liitteessä esitetään tislattujen alkoholijuomien analysoinnissa sovellettavat yhteisön vertailumenetelmät, joita on käytettävä

- virallisissa tarkastuksissa, tai
- kiistatapauksissa

asetuksen (ETY) N:o 1576/89 ja asetuksen (ETY) N:o 1014/90 säännösten noudattamisen varmistamiseksi.

2 artikla

Edellä olevan 1 artiklan ensimmäisestä luettelukohdasta poiketen muita määrittämenetelmiä voidaan käyttää laboratorion johtajan vastuulla, jos näillä menetelmillä saadut tulokset ovat vähintäänkin yhtä tarkkoja ja täsmällisiä (toistettavuus ja uusittavuus) kuin liitteessä mainituilla vertailumenetelmillä saadut tulokset.

3 artikla

Jos tietyn tislattun alkoholijuoman sisältämien aineiden osoittamiseen ja määrittämiseen ei ole säädetty yhteisön vertailumenetelmiä, käytetään:

- a) määrittämenetelmiä, jotka on validoitu tunnustettujen kansainvälisten menettelyjen mukaisesti ja jotka täyttävät erityisesti direktiivin 85/591/ETY liitteessä mainitut vaatimukset;
- b) Kansainvälisen standardointijärjestön (ISO) suositettujen standardien mukaisia määrittämenetelmiä;
- c) Kansainvälisen viinijärjestön (OIV) yleiskokouksen tunnustamia ja julkaisemia määrittämenetelmiä; tai
- d) jos käytettävissä ei ole a, b tai c kohdassa tarkoitettua menetelmää,
 - kyseisen jäsenvaltion hyväksymää määrittämenetelmää,
 - tarvittaessa muita asianmukaisia määrittämenetelmiä,
 jotka ovat riittävän tarkkoja, toistettavia ja uusittavia.

⁽¹⁾ EYVL L 160, 12.6.1989, s. 1.

⁽²⁾ EYVL L 105, 25.4.1990, s. 9.

⁽³⁾ EYVL L 270, 7.10.1998, s. 9.

⁽⁴⁾ EYVL L 372, 31.12.1985, s. 50.

4 artikla

Tätä asetusta sovellettaessa:

- a) 'toistettavuusraja' on arvo, jota pienempi tai yhtä suuri kahden toistettavuusolosuhteissa (sama suorittaja, sama laite, sama laboratorio ja lyhyt aikaväli) saadun tuloksen välisen erotuksen itseisarvo on 95 prosentin todennäköisyydellä {ISO 3534-1};
- b) 'uusittavuusraja' on arvo, jota pienempi tai yhtä suuri kahden uusittavuusolosuhteissa (eri suorittaja, eri laite ja eri laboratorio) saadun tuloksen välisen erotuksen itseisarvo on 95 prosentin todennäköisyydellä {ISO 3534-1};

- c) 'tarkkuus' on koetuloksen ja hyväksytyin vertailuarvon välinen erotus {ISO 3534-1}.

5 artikla

Tämä asetus tulee voimaan seitsemäntenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä*.

Sitä sovelletaan 1 päivästä tammikuuta 2001.

Tämä asetus on kaikilta osiltaan velvoittava, ja sitä sovelletaan sellaisenaan kaikissa jäsenvaltioissa.

Tehty Brysselissä 19 päivänä joulukuuta 2000.

Komission puolesta

Franz FISCHLER

Komission jäsen

LIITE

ANALYYTTISET VERTAILUMENETELMÄT SEURAAVILLE PARAMETREILLE:

- I Alkoholipitoisuuden määrittäminen tilavuusprosenttina
 - Lisäys I: Tisleen valmistus
 - Lisäys II: Tisleen tiheyden määrittäminen
 - Menetelmä A = pyknometria
 - Menetelmä B = elektroninen tiheysmittari
 - Menetelmä C = hydrostaattiseen vaakaan perustuva tiheysmittari
 - II Kuiva-aineen kokonaismäärän gravimetrinen määrittäminen
 - III Haihtuvien aineiden ja metanolin määrittäminen
 - III.1 Yleiset huomautukset
 - III.2 Haihtuvat yhdisteet, korkeammat alkoholit, etyyliasettaatti ja metanoli (kaasukromatografia)
 - III.3 Haihtuvat hapot — menetelmä julkaistaan myöhemmin
 - IV Syaaniivetyhappo — menetelmä julkaistaan myöhemmin
 - V Anetoli — menetelmä julkaistaan myöhemmin
 - VI Glysyriisiinihappo — menetelmä julkaistaan myöhemmin
 - VII Kalkonit — menetelmä julkaistaan myöhemmin
 - VIII Sokerin kokonaismäärä — menetelmä julkaistaan myöhemmin
 - IX Munankeltuainen — menetelmä julkaistaan myöhemmin.
-

I TISLATTUJEN ALKOHOLIJUOMIEN ALKOHOLIPITOISUUDEN MÄÄRITTÄMINEN TILAVUUSPROSENTTINA

Johdanto

Vertailumenetelmäohje käsittää kaksi lisäystä:

Lisäys I: Tisleen valmistaminen

Lisäys II: Määrittäminen tisleestä

1 Soveltamisala

Menetelmä soveltuu tislattujen alkoholijuomien todellisen alkoholipitoisuuden määrittämiseen tilavuusprosenttina.

2 Viittaukset säännöksiin ja määräyksiin

ISO 3696:1987: Analyttiseen käyttöön tarkoitettu vesi — Laatuvaatimukset ja testausmenetelmät.

3 Termit ja määritelmät

3.1 Vertailulämpötila:

Tislattujen alkoholijuomien alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina sekä niiden tiheys ja ominaispaino määritetään 20 °C:n lämpötilassa.

Huomautus 1: Termi "t °C:n lämpötilassa" on varattu kaikille (tiheyden tai tilavuusprosenttina ilmaistun alkoholipitoisuuden) määrittämiselle, jotka ilmoitetaan muussa kuin vertailulämpötilassa 20 °C.

3.2 Tiheys:

Tiheys tarkoittaa tislattujen alkoholijuomien massaa tilavuusyksikköä kohti tyhjiössä 20 °C:n lämpötilassa. Se ilmoitetaan kilogrammoina kuutiometriä kohti, ja sen symboli on $\rho_{20\text{ °C}}$ tai ρ_{20} .

3.3 Ominaispaino:

Ominaispaino on 20 °C:n lämpötilassa määritetyn tislattun alkoholijuoman tiheyden ja samassa lämpötilassa määritetyn veden tiheyden välinen suhde ilmaistuna desimaalilukuna. Siitä käytetään symbolia $d_{20\text{ °C}/20\text{ °C}}$ tai $d_{20/20}$ tai yksinkertaisesti d-kirjainta, ellei väärinkäsityksen mahdollisuutta ilmene. Määritetty ominaisuus on mainittava määrittämisselityksessä käyttäen ainoastaan edellä määriteltyjä symboleja.

Huomautus 2: Ominaispaino voidaan saada 20 °C:n lämpötilassa määritetystä tiheydestä ρ_{20} seuraavasti:

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

jolloin 998,203 on veden tiheys 20 °C:n lämpötilassa.

3.4 Todellinen alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina:

Tislattujen alkoholijuomien todellinen alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina on yhtä kuin etanolin määrä litroina 100 litrassa sellaista vesi-alkoholiseosta, jolla on sama tiheys kuin alkoholilla tai alkoholijuomalla tislauksen jälkeen. Vertailuarvot, joita on käytettävä 20 °C:n lämpötilassa tilavuusprosenttina määritetyn alkoholipitoisuuden ja 20 °C:n lämpötilassa mitatun tiheyden suhteelle erilaisille vesi-alkoholiseoksille, annetaan kansainvälisessä taulukossa, jonka OIML (Organisation internationale de métrologie légale) on vahvistanut suosituksessaan nro 22.

Yleinen yhtälö, jolla esitetään suhde tilavuusprosenttina ilmaistun alkoholipitoisuuden ja tiheyden välillä tietyssä lämpötilassa olevalle vesi-alkoholiseokselle, annetaan komission asetuksen (ETY) N:o 2676/90 liitteen sivulla 40 luvussa 3 "Alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina" (EYVL L 272, 3.10.1990, s. 1) tai kansainvälisen viinijärjestön (OIV) analyysimenetelmiä koskevassa käsikirjassa (1994) sivulla 17.

Huomautus 3: Koska liköörin ja kermaliköörin tilavuutta on vaikea määrittää tarkasti, niiden osalta näyte on punnittava ja alkoholipitoisuus on laskettava ensin massaprozenttina.

Muuntokaava:

$$\text{Alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina} = \frac{\text{ASM (massaprozenttia)} \times \rho_{20} \text{ (näyte)}}{\rho_{20} \text{ (alkoholi)}}$$

jossa

ASM = alkoholipitoisuus massaprozenttina,

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

4 Periaate

Tislauksen jälkeen tisleen alkoholipitoisuus määritetään tilavuusprosenttina pyknometrillä, elektronisella tiheysmittarilla tai hydrostaattiseen vaakaan perustuvalla tiheysmittarilla.

LISÄYS I: TISLEEN VALMISTUS

1 Soveltamisala

Menetelmä soveltuu tisleiden valmistamiseksi tislattujen alkoholijuomien todellisen alkoholipitoisuuden määrittämiseksi tilavuusprosenttina.

2 Periaate

Alkoholijuomat tislataan etanolin ja muiden haihtuvien yhdisteiden erottamiseksi uutoksesta (aineista, jotka eivät tislaudu).

3 Reagenssit ja materiaalit

3.1 Keitinkivet.

3.2 Konsentroidu vaahdonestoemulsio (kermaliköörejä tislattaessa).

4 Laitteet ja välineet

Tavanomaiset laboratoriolaitteet ja erityisesti seuraavat:

4.1 Vesihaude, jonka lämpötila voidaan pitää alueella 10—15 °C.

Vesihaude, jonka lämpötila voidaan pitää 20 °C:ssa ($\pm 0,2$ °C).

4.2 Mittapulloja, luokka A, 100 ml, jotka on varmennettu tarkkuuteen $\pm 0,1$ %, ja 200 ml, jotka on varmennettu tarkkuuteen 0,15 %.

4.3 Tislauslaitte:

4.3.1 Yleiset vaatimukset

Tislauslaitteen on täytettävä seuraavat vaatimukset:

- liitoksia tulee olla niin vähän kuin on mahdollista tiivyyden varmistamiseksi,
- tislauslaitteen tulee sisältää laite, jonka tarkoitus on estää kupliminen (kiehuvan nesteen kulkeutuminen höyryn mukana) ja säätää runsaasti alkoholia sisältävien höyryjen tislautumisnopeutta,
- alkoholihöyryt on voitava nesteyttää nopeasti ja täydellisesti,
- ensimmäiset tislusfraktiot on otettava talteen veteen.

Lämmönlähdettä on käytettävä yhdessä sopivan lämmönhajottimen kanssa, jotta uutokset ei hajoa eikä pala kiinni astiaan.

4.3.2 Esimerkki sopivasta tislauslaitteesta on esitetty kuvassa 1. Laitteessa on seuraavat osat:

- standardoidulla lasihioksella varustettu pyörökolvi, jonka tilavuus on 1 litra,
- väkevimiskolonni, jonka korkeus on vähintään 20 cm (esimerkiksi Vigreux-kolonni),
- kulmaliitos, joka on varustettu kohtisuoraan asennetulla, noin 10 cm:n pituisella suorareunaisella jäähdyttimellä (West-tyyppinen jäähdytin),
- jäähdytyskierukka, jonka pituus on 40 cm,
- ulostuloputki, joka ohjaa tisleen pienen määrän vettä sisältävään mittapulloon.

Huomautus: Edellä kuvatun laitteen on oltava tarkoitettu vähintään 200 ml:n näytteelle. Laitetta voidaan kuitenkin mukauttaa siten, että se soveltuu pienemmälle näyteannokselle, käyttämällä pienempää tisluskolvia edellyttäen, että käytetään roiskeenestokupua tai jotakin muuta laitetta estämään nesteen kulkeutuminen höyryn mukana.

5 Tutkittavan näytteen säilytys

Näytteet varastoidaan huoneenlämpötilassa ennen analyysiä.

6 Suoritus

Alkuhuomautus:

Tislaus voidaan toteuttaa myös käyttämällä IUPAC:n julkaisemaa menetelmää (1968).

6.1 Tislauslaitteen testaaminen

Käytettävän laitteen on läpäistävä seuraava koe:

Kun laitteella tislataan 200 ml vesi-alkoholiliuosta, jonka konsentraatio on noin 50 tilavuusprosenttia alkoholia, alkoholihäviö saa olla enintään 0,1 tilavuusprosenttia.

- 6.2 Alle 50 tilavuusprosenttia alkoholia sisältävät tislattut alkoholijuomat
- Mittapulloon annostellaan 200 ml alkoholijuomaa.
- Tämän nesteen lämpötila kirjataan tai nestettä säilytetään vakiolämpötilassa (20 °C).
- Näyte kaadetaan tisluslaitteen pyörökolviin ja mittapullo huuhdellaan kolme kertaa käyttäen kullakin huuhtelukerralla noin 20 ml tislattua vettä. Kaikki huuhtelunesteet lisätään tisluskolviin.
- Huomautus: Tämä 60 ml:n laimennus on riittävä alkoholijuomille, jotka sisältävät vähemmän kuin 250 g kuiva-ainetta litraa kohti. Muutoin pyrolyysin estämiseksi huuhteluveden tilavuuden on oltava vähintään 70 ml, jos kuiva-aineen konsentraatio on 300 g/l, 85 ml, jos kuiva-aineen konsentraatio on 400 g/l, ja 100 ml, jos kuiva-aineen konsentraatio on 500 g/l (jotkut hedelmä- tai kermaliköörit). Nämä tilavuudet suhteutetaan näytetilavuuden mukaan.
- Lisätään joitakin keitinkiviä (3.1) (ja vaahdonestoainetta, jos kyseessä ovat kermaliköörit).
- Kaadetaan 20 ml tislattua vettä alkuperäiseen 200 ml:n mittapulloon, jota käytetään tisleen talteen ottamiseksi. Tämä pullo on sitten asetettava kylmään vesihauteeseen (4.1) (10–15 °C:n lämpötilaan, jos kyseessä on aniksella maustettu alkoholijuoma).
- Pullon sisältöä tislataan välttämättä nesteen kulkeutumista höyryn mukana ja pohjaan palamista sekä sekoittaen pullon sisältöä säännöllisesti, kunnes tisleen pinta on muutamia millimetrejä mittapullon kalibrointimerkin alapuolella.
- Kun tämä tisle on jäähdetty $\pm 0,5$ °C:n päähän nesteen alkuperäisestä lämpötilasta, pullo täytetään merkkiin saakka tislattulla vedellä ja sen sisältöä sekoitetaan perusteellisesti.
- Tätä tisleettä käytetään alkoholipitoisuuden määrittämiseksi tilavuusprosenttina (Lisäys II).
- 6.3 Yli 50 tilavuusprosenttia alkoholia sisältävät tislattut alkoholijuomat
- Annostellaan 100 ml:n mittapulloon 100 ml alkoholijuomaa ja kaadetaan se tisluslaitteen pyörökolviin.
- Mittapullo huuhdellaan useita kertoja tislattulla vedellä ja huuhtelunesteet lisätään pyörökolviin. Käytetään riittävä määrä vettä siten että kolvin sisällön tilavuudeksi saadaan noin 230 ml.
- 200 ml:n mittapulloon lisätään 20 ml tislattua vettä, johon tisle otetaan talteen. Mittapullo asetetaan sitten kylmään vesihauteeseen (4.1) (10–15 °C aniksella maustetuille alkoholijuomille).
- Kolvin sisältöä tislataan sekoittaen silloin tällöin, kunnes tisleen pinta on muutamia millimetrejä 200 ml:n mittapullon kalibrointimerkin alapuolella.
- Kun tämä tisle on jäähdetty $\pm 0,5$ °C:n päähän nesteen alkuperäisestä lämpötilasta, pullo täytetään merkkiin saakka tislattulla vedellä ja sen sisältöä sekoitetaan perusteellisesti.
- Tätä tisleettä käytetään alkoholipitoisuuden määrittämiseksi tilavuudesta. (Lisäys II).
- Huomautus: Alkoholijuoman alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina on kaksi kertaa tisleen alkoholipitoisuus.

LISÄYS II: TISLEEN TIHEYDEN MÄÄRITYS

**MENETELMÄ A: TISLATTUJEN ALKOHOLIJUOMIEN TODELLISEN ALKOHOLIPITOISUUDEN MÄÄRITYS
TILAVUUSPROSENTTINA — MÄÄRITYS PYKNOMETRILLÄ****A.1 Periaate**

Alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina saadaan pyknometrillä määritetystä tisleen tiheydestä.

A.2 Reagenssit ja materiaalit

Ellei toisin mainita, analyysissä käytetään vain hyväksyttyä analyysilaatua olevia reagensseja ja vähintään kolmannen laatuluokan vettä standardin ISO 3696:1987 määritelmän mukaisesti.

A.2.1 Natriumkloridiliuos (2-prosenttinen, paino/tilavuus)

Yksi litra natriumkloridiliuosta valmistetaan punnitsemalla 20 g natriumkloridia, joka liuotetaan yhteen litraan vettä.

A.3 Laitteet ja välineet

Tavanomaiset laboratoriolaitteet ja erityisesti seuraavat:

A.3.1 Analyysivaaka, jonka tarkkuus on 0,1 mg.**A.3.2 Hioksellinen lämpömittari, joka on kalibroitu asteen kymmenesosiin välillä 10—30 °C. Tämän lämpömittarin on oltava sertifioitu tai varmennettu sertifioidulla lämpömittarilla.****A.3.3 Pyrex-lasinen, tilavuudeltaan noin 100 ml:n suuruinen pyknometri, joka on varustettu irrallisella hioksellisella lämpömittarilla (A.3.2). Pyknometrissä on sivuputki, jonka pituus on 25 mm ja sisähalkaisija (enintään) 1 mm ja joka päättyy kartiomaiseen lasihiokseen. Mikäli on tarkoituksenmukaista, voidaan käyttää muitakin pyknometrejä, jotka on kuvattu standardissa ISO 3507, esimerkiksi 50 ml:n pyknometriä.****A.3.4 Taarapullo, jonka ulkotilavuus on sama kuin pyknometrin (1 ml:n tarkkuudella) ja jonka massa on sama kuin pyknometrin massa, täytetään nesteellä, jonka ominaispaino on 1,01 (natriumkloridiliuos A.2.1).****A.3.5 Pyknometrin muotoon täydellisesti mukautuva lämpöeristetty suojuus.**

Huomautus 1: Menetelmä tislattujen alkoholijuomien tiheyden määrittämiseksi tyhjiössä edellyttää kaksikuppivaajan, pyknometrin ja ulkoiselta tilavuudeltaan pyknometrin kanssa samansuuruisen taarapullon käyttöä ilman nosteen korjaamiseksi. Tätä yksinkertaista tekniikkaa voidaan soveltaa käyttäen yksikuppivaakaa edellyttäen, että taarapullo punnitaan uudelleen ilman nosteessa tapahtuvien muutosten seuraamiseksi ajan kuluessa.

A.4 Suoritus

Alkuhuomautus:

Seuraavassa menettelyssä kuvataan 100 ml:n pyknometrin käyttämistä alkoholipitoisuuden määrittämisessä; tämä pyknometri on kaikkein tarkin. On kuitenkin mahdollista käyttää pienempää pyknometriä, jonka tilavuus on esimerkiksi 50 ml.

A.4.1 Pyknometrin kalibrointi

Pyknometri kalibroidaan määrittämällä seuraavat parametrit:

- tyhjän pyknometrin taara,
- pyknometrin tilavuus 20 °C:n lämpötilassa,
- vedellä täytetyn pyknometrin massa 20 °C:n lämpötilassa.

A.4.1.1 Kalibrointi käyttäen yksikuppivaakaa:

Määritetään seuraavat parametrit:

- puhtaan ja kuivan pyknometrin massa (P),
- vedellä täytetyn pyknometrin massa t °C:n lämpötilassa (P1),
- taarapullon massa (T0).

A.4.1.1.1 Punnitaan puhdas ja kuiva pyknometri (P).

A.4.1.1.2 Pyknometri täytetään huolellisesti huoneenlämpöisellä tislattulla vedellä ja lämpömittari asetetaan paikalleen.

Pyknometri pyyhitään huolellisesti kuivaksi ja asetetaan lämpöeristetyin suojuksen sisälle. Säiliötä sekoitetaan kääntelemällä, kunnes lämpömittarin osoittama lämpötila pysyy muuttumattomana.

Pyknometrin nestepinta säädetään samaan tasoon sivuputken yläreunan kanssa. Luetaan lämpötila t °C huolellisesti ja lukema korjataan tarvittaessa lämpöasteikon mahdollisen epätarkkuuden suhteen.

Punnitaan vedellä täytetty pyknometri (P1).

A.4.1.1.3 Punnitaan taarapullo (T0).

A.4.1.1.4 Laskutoimitukset:

— Tyhjän pyknometrin taara = P – m

jossa m on ilman massa pyknometrissä

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

Huomautus 2: 0,0012 on kuivan ilman tiheys 20 °C:n lämpötilassa 760 mmHg:n paineessa.

— Pyknometrin tilavuus 20 °C:n lämpötilassa:

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

jossa F_t on lämpötilan t °C kerroin, joka on saatu asetuksen (ETY) N:o 2676/90 liitteen luvun 1 "Tiheys ja ominaispaino" taulukosta I (sivu 10).

$V_{20^\circ\text{C}}$ on tunnettava 0,001 ml:n tarkkuudella.

— Veden massa pyknometrissä 20 °C:n lämpötilassa:

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

jossa 0,998203 on veden tiheys 20 °C:n lämpötilassa.

Huomautus 3: Tarvittaessa voidaan käyttää tiheyden arvoa ilmassa 0,99715 ja alkoholipitoisuus voidaan laskea Yhdistyneen kuningaskunnan tulliviranomaisten käyttämässä ilman tiheyttä koskevassa taulukossa ilmoitetun tiheyden mukaisesti. Tässä tapauksessa pyknometrin syrjäyttämän ilman massan korjausta ei tehdä.

A.4.1.2 Kalibrointimenetelmä käyttäen kaksikuppivaakaa:

A.4.1.2.1 Taarapullo asetetaan vasemmanpuoleiseen vaakakuppiin ja puhdas, kuiva pyknometri paisuntasäiliöineen oikeanpuoleiseen vaakakuppiin. Lisätään punnuksia siihen vaakakuppiin, jossa pyknometri on, kunnes tasapaino on saavutettu: p grammaa.

A.4.1.2.2 Pyknometri täytetään huolellisesti huoneenlämpöisellä tislattulla vedellä ja lämpömittari asetetaan paikalleen; pyknometri pyyhitään huolellisesti kuivaksi ja asetetaan lämpöeristetyin suojuksen sisälle; sekoitetaan säiliötä kääntelemällä, kunnes lämpömittarin osoittama lämpötila pysyy muuttumattomana.

Pyknometrin nestepinta säädetään samaan tasoon sivuputken yläreunan kanssa. Sivuputki puhdistetaan ja paisuntasäiliö asetetaan paikalleen. Luetaan lämpötila t °C huolellisesti ja lukema korjataan tarvittaessa lämpöasteikon mahdollisen epätarkkuuden suhteen.

Punnitaan vedellä täytetty pyknometri; p' on paino grammoina, kun tasapaino saavutetaan.

A.4.1.2.3 Laskutoimitukset:

— Tyhjän pyknometrin taara = p + m

jossa m on ilman massa pyknometrissä.

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

— Pyknometrin tilavuus 20 °C:n lämpötilassa:

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

jossa F_t on lämpötilan t °C kerroin, joka on saatu asetuksen (ETY) N:o 2676/90 liitteen luvun 1 "Tiheys ja ominaispaino" taulukosta I (sivu 10).

$V_{20^\circ\text{C}}$ on tunnettava 0,001 ml:n tarkkuudella.

— Veden massa pyknometrissä 20 °C:n lämpötilassa:

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

jossa 0,998203 on veden tiheys 20 °C:n lämpötilassa.

A.4.2 Tutkittavan näytteen alkoholipitoisuuden määrittäminen

A.4.2.1 Yksikuppivaa'an käyttö

A.4.2.1.1 Punnitaan taarapullo, paino T1.

A.4.2.1.2 Punnitaan pyknometri valmistetun tisleen kanssa (katso Lisäys I), P2 on sen paino t °C:n lämpötilassa.

A.4.2.1.3 Laskutoimitukset

$$— dT = T1 - T0$$

$$— \text{Tyhjän pyknometrin massa määrittymishetkellä} \\ = P - m + dT$$

$$— \text{Nesteen massa pyknometrissä t °C:n lämpötilassa} \\ = P2 - (P - m + dT)$$

$$— \text{Tiheys g/ml t °C:n lämpötilassa}$$

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

— Tiheys t °C:n lämpötilassa ilmoitetaan kilogrammoina kuutiometriä kohti kertomalla ($\rho_{t\text{ °C}}$ luvulla 1 000, näin saatu arvo on ρ_t -arvo.

— ρ_t -arvo korjataan ρ_{20} -arvoksi käyttäen vesi-alkoholiseosten tiheyksien ρ_T taulukoita (Kansainvälisen viinijärjestön (OIV) analyysimenetelmiä koskevan käsikirjan, 1994, liitteen II taulukko II, sivut 17—29).

Taulukon vaakasuoralta riviltä, joka vastaa kokonaislukuna ilmoitettua lämpötilaa T, välittömästi t °C:n alapuolella etsitään pienin mahdollinen ρ_t -arvon ylittävä tiheys. Tämän tiheyden alapuolella taulukossa annettua erotusta käytetään alkoholijuoman tiheyden ρ_t laskemiseksi kyseisessä lämpötilassa T, joka on ilmoitettu kokonaislukuna.

— Lämpötilarivin avulla lasketaan taulukossa välittömästi tiheyden ρ_t yläpuolella olevan tiheyden ρ' ja lasketun tiheyden ρ_t välinen erotus. Tämä erotus jaetaan tiheyden ρ' oikealla puolella ilmoitetulla erotuksella. Osamäärästä saadaan alkoholipitoisuuden desimaaliosa ja tämän pitoisuuden kokonaislukuosa annetaan sen sarakkeen yläosassa, jossa tiheys ρ' on esitetty (Dt , alkoholipitoisuus).

Huomautus 4: Vaihtoehtoisesti pyknometriä pidetään vesihautteessa $20\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$:n lämpötilassa, kun se täytetään merkkiin saakka.

A.4.2.1.4 Tulokset

Tiheydestä ρ_{20} lasketaan todellinen alkoholipitoisuus käyttäen seuraavassa mainittuja alkoholipitoisuustaulukkoja:

Alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina 20 °C :n lämpötilassa samassa lämpötilassa määritetyn vesi-alkoholiseoksen tiheyden funktiona saadaan kansainvälisestä taulukosta, jonka OIML on hyväksynyt suosituksessaan nro 22.

A.4.2.2 Kaksikuppivaa'an käyttö

A.4.2.2.1 Pyknometri punnitaan valmistetun tisleen kanssa (katso osa I), p'' on massa t °C:n lämpötilassa.

A.4.2.2.2 Laskutoimitukset

$$— \text{Nesteen massa pyknometrissä t °C:n lämpötilassa} \\ = p + m - p''$$

$$— \text{Tiheys g/ml t °C:n lämpötilassa}$$

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

— Tiheys t °C:n lämpötilassa ilmoitetaan kilogrammoina kuutiometriä kohti ja lämpötilakorjaus tehdään alkoholipitoisuuden laskemiseksi 20 °C :n lämpötilassa, kuten edellä yksikuppivaa'an käytön yhteydessä on esitetty.

A.5 Menetelmän suoritusarvot (mittaustarkkuus)

A.5.1 Laboratorioiden välisen testauksen tilastolliset tulokset

Seuraavat tulokset saatiin kansainvälisestä menetelmän suorituskykyä arvioivasta tutkimuksesta, joka toteutettiin kansainvälisesti hyväksytyjen menetelmien [1] [2] mukaisesti.

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	20
Näytteiden lukumäärä	6

Näytteet	A	B	C	D	E	F
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	19	20	17	19	19	17
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	1	—	2	1	1	3
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	38	40	34	38	38	34
Keskiarvo (\bar{x}) til-%	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51 (*)			42,93 (*)	45,73 (*)	63,03 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_p), til-%	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_p), (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Toistettavuusraja (r), til-%	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), til-%	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Uusittavuusraja (R), til-%	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

Näytetyypit:

A Hedelmälikööri; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)

B Brandy; rinnakkaiset sokkonäytteet

C Viski; rinnakkaiset sokkonäytteet

D Grappa; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)

E Akvaviitti; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)

F Rommi; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)

MENETELMÄ B: TISLATTUJEN ALKOHOLIJUOMIEN TODELLISEN ALKOHOLIPITOISUUDEN MÄÄRITYS TILAVUUSPROSENTTINA — MÄÄRITYS ELEKTRONISELLA TIHEYSMITTARILLA (NÄYTTEEN RESONANSSIVÄRÄHTELYTAAJUUDEN PERUSTEELLA VÄRÄHTELYKENNOSSA)

B.1 Periaate

Nesteen tiheys määritetään mittaamalla värähtelevän U-putken oskillointi elektronisesti. Tämän määrittämisen suorittamiseksi näyte lisätään värähtelyjärjestelmään, jonka ominaisvärähtelytaajuutta lisätty massa tällöin muuttaa.

B.2 Reagenssit ja materiaalit

Ellei toisin mainita, analyysissä käytetään vain hyväksytyä analyysilaatua olevia reagensseja ja vähintään kolmannen laatuluokan vettä standardin ISO 3696:1987 määritelmän mukaisesti.

B.2.1 Asetoni (CAS 666-52-4) tai absoluuttinen alkoholi

B.2.2 Kuiva ilma.

B.3 Laitteet ja välineet

Tavanomaiset laboratoriolaitteet ja erityisesti seuraavat:

B.3.1 Digitaalinäyttöinen tiheysmittari

Tällaisiin määrittämiin tarkoitettujen elektronisten tiheysmittarin on ilmoitettava tiheys grammoina millilitraa kohti (g/ml) 5 desimaalia käsittävänä lukuna.

Huomautus 1: Tiheysmittari on asetettava täysin vakaalle jalustalle, joka on eristetty kaikkea värinää vastaan.

B.3.2 Lämpötilan säätö

Tiheysmittarin suoritus voidaan kelpuuttaa vain silloin kun määrittämisskenno on yhdistetty laitteen sisäiseen lämpötilan säätimeen, joka kykenee pitämään laitteen sisällä vakio- \pm 0,02 °C:n tarkkuudella.

Huomautus 2: Määrittämisskennon lämpötilan tarkka asettaminen ja seuranta on tärkeää, sillä 0,1 °C:n virhe voi johtaa suuruusluokaltaan jopa 0,1 kg/m³:n tiheyden vaihteluun.

B.3.3 Näytteen injektio-ruiskut tai automaattinen näytteensyöttäjä.

B.4 Suoritus**B.4.1 Tiheysmittarin kalibrointi**

Laite on kalibroitava laitteen valmistajan ohjeiden mukaisesti, kun se otetaan käyttöön ensimmäistä kertaa. Se on kalibroitava uudelleen säännöllisesti ja tarkistettava suhteessa varmennettuun vertailustandardiin tai varmennetun vertailustandardin kanssa kalibroituun laboratorion omaan vertailuluokseen.

B.4.2 Näytteen tiheyden määrittäminen**B.4.2.1 Tarvittaessa kenno puhdistetaan ennen määrittystä asetonilla tai absoluuttisella alkoholilla ja kuivataan kuivalla ilmalla. Kenno huuhdellaan näyteliuksella.****B.4.2.2 Näyte injektoidaan kennoon (käyttäen ruiskua tai automaattista näytteensyöttäjää) siten, että kenno täyttyy kokonaan. Täytön aikana varmistetaan, että kennoon ei jää ilmakuplia. Näytteen on oltava homogeeninen, eikä se saa sisältää kiinteitä hiukkasia. Liettynyt aine on poistettava suodattamalla ennen analyysiä.****B.4.2.3 Kun lukema on vakiintunut, tiheysmittarin näytön ilmoittama tiheys ρ_{20} tai alkoholipitoisuus kirjataan.****B.4.3 Tulos**

Käytettäessä tiheyttä ρ_{20} todellinen alkoholipitoisuus lasketaan seuraavassa mainitusta alkoholipitoisuustaulukosta:

Alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina 20 °C:n lämpötilassa samassa lämpötilassa määritetyn vesi-alkoholi-seoksen tiheyden funktiona saadaan kansainvälisestä taulukosta, jonka OIML on vahvistanut suosituksessaan nro 22.

B.5 Menetelmän suoritusarvot (mittaustarkkuus)**B.5.1 Laboratorioiden välisen testauksen tilastolliset tulokset**

Seuraavat tulokset saatiin kansainvälisestä menetelmän suorituskykyä arvioivasta tutkimuksesta, joka toteutettiin kansainvälisesti hyväksytyjen menetelmien [1] [2] mukaisesti.

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi 1997

Laboratorioiden lukumäärä 16

Näytteiden lukumäärä 6

Näytteet	A	B	C	D	E	F
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	11	13	15	16	14	13
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	2	3	1	—	1	2
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	22	26	30	32	28	26
Keskiarvo (\bar{x}) til-%	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
	26,52 (*)			43,10 (*)	45,91 (*)	63,31 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_p), til-%	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_p), (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Toistettavuusraja (r), til-%	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), til-%	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Uusittavuusraja (R), til-%	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

Näytetyypit:

A Hedelmälikööri; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)

B Brandy; rinnakkaiset sokkonäytteet

C Viski; rinnakkaiset sokkonäytteet

D Grappa; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)

E Akvaviitti; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)

F Rommi; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)

MENETelmä C: TISLATTUJEN ALKOHOLIJUOMIEN TODELLISEN ALKOHOLIPITOISUUDEN MÄÄRITYS — MÄÄRITYS HYDROSTAATTISEEN VAAKAAN PERUSTUVALLA TIHEYSMITTARILLA**C.1 Periaate**

Tislattujen alkoholijuomien alkoholipitoisuus voidaan määrittää hydrostaattiseen vaakaan perustuvalla tiheysmittarilla. Määrittäminen perustuu Arkhimedeen lakiin, jonka mukaan nesteeseen upotettuun kappaleeseen kohdistuu nesteestä pystysuoraan ylöspäin vaikuttava noste, joka on kappaleen syrjäyttämän nestemäärän painon suuruinen.

C.2 Reagenssit ja materiaalit

Ellei toisin mainita, analyysissä käytetään vain hyväksytyä analyysilaatua olevia reagensseja ja vähintään kolmannen laatuluokan vettä standardin ISO 3696:1987 määritelmän mukaisesti.

C.2.1 Uppokappaleen puhdistusliuos (natriumhydroksidi, 30-prosenttinen, paino/tilavuus)

Valmistettaessa 100 ml liuosta punnitaan 30 g natriumhydroksidia mittapulloon ja tilavuus täytetään 100 ml:ksi 96-prosenttisellä etanolilla.

C.3 Laitteet ja välineet

Tavanomaiset laboratoriolaitteet ja erityisesti seuraavat:

C.3.1 Hydrostaattinen yksikuppivaaka, jonka tarkkuus on 1 mg.**C.3.2 Erityisesti vaa'assa käytettäväksi sopiva uppokappale, jonka tilavuus on vähintään 20 ml ja joka on ripustettu halkaisijaltaan enintään 0,1 mm:n paksuisella langalla.****C.3.3 Mittalasi, jossa on mittaviiva. Uppokappaleen on mahdollista kokonaan mittalasisissa olevan merkin alapuolelle; ainoastaan uppokappaleen ripustuslanka saa rikkoa mitattavan nesteen pinnan. Mittalasin sisähalkaisijan on oltava ainakin 6 mm uppokappaleen sisähalkaisijaa suurempi.****C.3.4 Lämpömittari (tai lämpötila-anturi), jonka asteikolle on merkitty asteet ja asteen kymmenesosat välillä 10—40 °C, kalibroituina 0,05 °C:seen.****C.3.5 Tunnustetun sertifiointielimen hyväksymät punnukset.**

Huomautus 1: Kaksikuppivaa'an käyttö on myös mahdollista; periaate on kuvattu asetuksen (ETY) N:o 2676/90 liitteen luvussa 1 "Tiheys ja ominaispaino" (sivu 7).

C.4 Suoritus

Uppokappale ja mittalasi on puhdistettava aina määritysten välillä tislattulla vedellä, kuivattava pehmeällä laboratoriopaperilla, josta ei irtoa kuituja, ja huuhdeltava liuoksella, jonka tiheys on tarkoitus määrittää. Haihtumalla tapahtuvan alkoholihäviön rajoittamiseksi määrittäminen on suoritettava heti kun laite on saavuttanut stabiilin tilan.

C.4.1 Vaa'an kalibrointi

Vaikka vaa'oilla on yleensä sisäinen kalibrointijärjestelmä, hydrostaattinen vaaka on voitava kalibroida punnukilla, jotka ovat virallisen sertifiointielimen tarkastamia.

C.4.2 Uppokappaleen kalibrointi**C.4.2.1 Mittalasi täytetään merkkiin asti kahteen kertaan tislattulla vedellä (tai vastaavalla yhtä puhtaalla vedellä, esimerkiksi mikrosuodatetulla vedellä, jonka johtokyky on 18,2 MΩ / cm) 15—25 °C:n lämpötilassa, mieluiten lämpötilassa 20 °C.****C.4.2.2 Uppokappale ja lämpömittari upotetaan nesteeseen. Nestettä sekoitetaan, nesteen tiheys luetaan laitteen näytöstä ja saatua tiheyttä korjataan tarvittaessa siten, että tiheys vastaa veden tiheyttä määrittämissä lämpötilassa.****C.4.3 Tarkistus vesi-alkoholiliuoksella****C.4.3.1 Mittalasi täytetään merkkiin asti vesi-alkoholiseoksella, jonka alkoholipitoisuus tunnetaan. Mainitun vesi-alkoholiseoksen lämpötila on 15—25 °C, mieluiten 20 °C.****C.4.3.2 Uppokappale ja lämpömittari upotetaan nesteeseen. Nestettä sekoitetaan ja nesteen tiheys (tai alkoholipitoisuus, mikäli mahdollista) luetaan laitteen näytöstä. Näin todetun alkoholipitoisuuden tulee olla sama kuin nesteen aiemmin määritetty alkoholipitoisuus.**

Huomautus 2: Tätä liuosta, jonka alkoholipitoisuus tunnetaan, voidaan käyttää myös uppokappaleen kalibroimiseksi sen sijaan, että käytettäisiin kahteen kertaan tislattua vettä.

- C.4.4 Tisleen tiheyden määrittäminen (tai sen alkoholipitoisuuden määrittäminen, mikäli mahdollista).
- C.4.4.1 Tutkittavaa näytettä kaadetaan mittalasiin asteikon merkkiin asti.
- C.4.4.2 Uppokappale ja lämpömittari upotetaan nesteeseen. Nestettä sekoitetaan ja nesteen tiheys (tai alkoholipitoisuus, mikäli mahdollista) luetaan laitteen näytöstä. Lämpötila on kirjattava, jos tiheys määritetään lämpötilassa t °C (ρ_t).
- C.4.4.3 Korjataan ρ_t -arvo ρ_{20} -arvoksi käyttäen taulukkoa, josta ilmenevät vesi-alkoholiseosten tiheydet ρ_T (Kansainvälisen viinijärjestön analyysimenetelmiä koskevan käsikirjan, 1994, liitteen II taulukko II, sivut 17—29).
- C.4.5 Uppokappaleen ja mittalasin puhdistaminen
- C.4.5.1 Uppokappale upotetaan sille tarkoitettuun puhdistusliuokseen mittalasisissa.
- C.4.5.2 Uppokappaleen annetaan liota yhden tunnin ajan pyörittäen sitä ajoittain.
- C.4.5.3 Uppokappale huuhdellaan ensin runsaalla määrällä vesijohtovettä ja sen jälkeen tislattulla vedellä.
- C.4.5.4 Uppokappale kuivataan pehmeällä laboratoriopaperilla, josta ei irtoa kuituja.

Näin on meneteltävä käytettäessä uppokappaletta ensimmäistä kertaa ja sen jälkeen säännöllisesti tarpeen mukaan.

C.4.6 Tulos

Tiheydestä ρ_{20} lasketaan todellinen alkoholipitoisuus käyttäen seuraavassa nimettyä alkoholipitoisuustaulukkoa:

Alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina 20 °C:n lämpötilassa samassa lämpötilassa määritetyn vesi-alkoholiseoksen tiheyden funktiona saadaan kansainvälisestä taulukosta, jonka OIML on hyväksynyt suosituksessaan nro 22.

C.5 Menetelmän suoritusarvot (täsmällisyys)

C.5.1 Laboratorioiden välisen testauksen tilastolliset tulokset

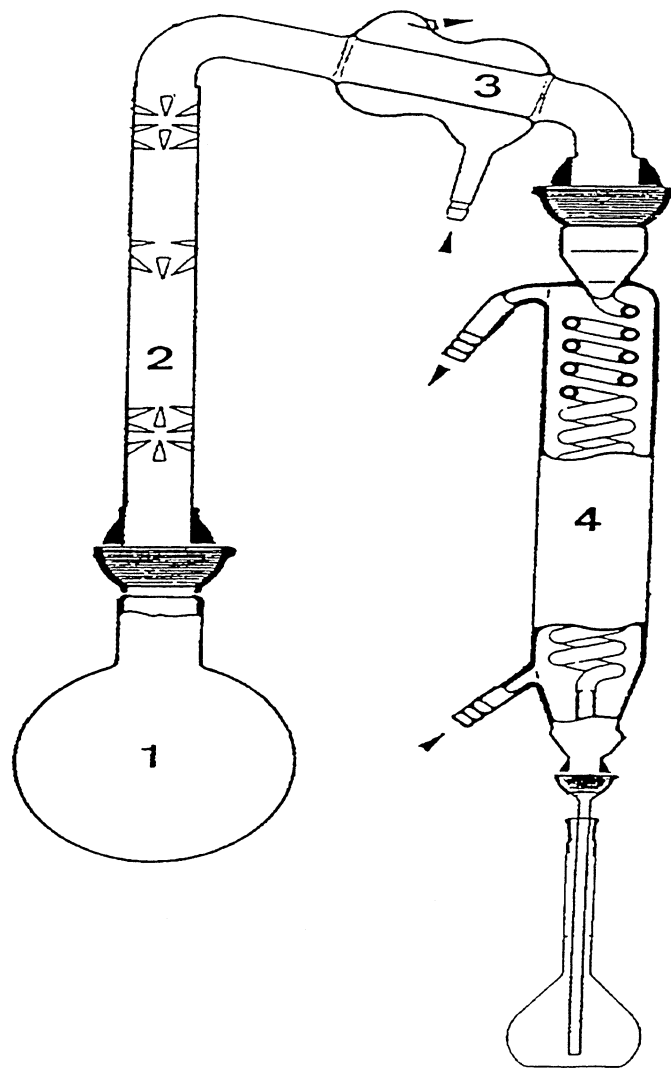
Seuraavat tulokset saatiin kansainvälisestä menetelmän suorituskykyä arvioivasta tutkimuksesta, joka toteutettiin kansainvälisesti hyväksytyjen menetelmien [1] [2] mukaisesti.

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	12
Näytteiden lukumäärä	6

Näytteet	A	B	C	D	E	F
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	12	10	11	12	11	9
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	—	2	1	—	1	2
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	24	20	22	24	22	18
Keskiarvo (\bar{x}) til-%	23,80	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,51 (*)			43,09 (*)	45,89 (*)	63,44 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_p), til-%	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_p), (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Toistettavuusraja (r), til-%	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), til-%	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Uusittavuusraja (R), til-%	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

Näytetyypit:

- A Hedelmälikööri; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)
 B Brandy; rinnakkaiset sokkonäytteet
 C Viski; rinnakkaiset sokkonäytteet
 D Grappa; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)
 E Akvaviitti; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*)
 F Rommi; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).



Kuva 1. Tislauslaite tislattujen alkoholijuomien todellisen alkoholipitoisuuden määrittämiseksi tilavuusprosenttina

1. Vakiopallohioksella varustettu pyörökolvi, jonka tilavuus on 1 litra.
2. 20 cm:n Vigreux-väkevöimiskolonne.
3. 10 cm:n pituinen suorareunainen West-jäähdytin.
4. 40 cm:n jäähdytyskierukka.

II KUIVA-AINEEN KOKONAISMÄÄRÄN GRAVIMETRINEN MÄÄRITYS

1 **Soveltamisala**

Asetuksessa (ETY) N:o 1576/89 säädetään tämän menetelmän käyttö vain akvaviitille, jonka kuiva-ainepitoisuus on rajoitettu 15 g:aan litraa kohti.

2 **Viittaukset säännöksiin ja määräyksiin**

ISO 3696:1987: Analyttiseen käyttöön tarkoitettu vesi — Laatuvaatimukset ja testimenetelmät

3 **Määritelmä**

Kuiva-aineen kokonaismäärään sisältyy kaikki sellainen aine, joka ei haihdu tietyissä fysikaalisissa olosuhteissa.

4 **Periaate**

Punnitaan jäännös, joka saadaan, kun tislattu alkoholijuoma on haihdutettu kuiviin kiehuvalle vesihautteelle ja kuivattu kuivausuunissa.

5 **Laitteet ja välineet**

5.1 Tasapohjainen lieriömäinen haihdutusmalja, jonka halkaisija on 55 mm

5.2 Kiehuva vesihautte

5.3 25 ml:n pipetti, luokka A

5.4 Kuivausuuni

5.5 Eksikkaattori

5.6 Analyysivaaka, jonka tarkkuus on 0,1 mg.

6 **Näytteenotto ja näytteet**

Näytteet varastoidaan huoneenlämpötilassa ennen analyysiä.

7 **Suoritus**

7.1 Pipetoidaan 25 ml tislattua alkoholijuomaa, joka sisältää vähemmän kuin 15 g/l kuiva-ainetta, punnittuun, tasapohjaiseen lieriömäiseen haihdutusmaljaan, jonka sisähalkaisija on 55 mm. Haihduttamisen ensimmäisen tunnin ajan haihdutusmaljaa pidetään kiehuvan vesihautteen kannella siten että neste ei kiehu, koska kiehuminen voisi johtaa häviöihin nesteen roiskumisen seurauksena. Sitten haihdutusmalja jätetään vielä yhden tunnin ajaksi suoraan kosketukseen kiehuvan vesihautteen höyryn kanssa.

7.2 Kuivaaminen suoritetaan loppuun asettamalla haihdutusmalja kuivausuuniin 105 °C ± 3 °C:n lämpötilaan kahden tunnin ajaksi. Sitten haihdutusmaljan annetaan jäähtyä eksikkaattorissa, minkä jälkeen haihdutusmalja ja sen sisältö punnitaan.

8 **Laskutoimitus**

Jäännöksen massa kerrottuna luvulla 40 vastaa tislattun alkoholijuoman sisältämää kuiva-aineen määrää. Tämä arvo on ilmoitettava grammoina litraa kohti (g/l) yhden desimaalin tarkkuudella.

9 **Menetelmän suoritusarvot (mittaustarkkuus)**

9.1 Laboratorioiden välisen testauksen tilastolliset tulokset

Seuraavat tulokset saatiin kansainvälisestä menetelmän suorituskykyä arvioivasta tutkimuksesta, joka toteutettiin kansainvälisesti hyväksytyjen menetelmien [1] [2] mukaisesti.

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	10
Näytteiden lukumäärä	4

Näytteet	A	B	C	D
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	9	9	8	9
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	1	1	2	—
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	18	18	16	18
Keskiarvo (\bar{x}) g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Toistettavuuden keskihajonta (s_r) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_r), (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Toistettavuusraja (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Uusittavuuden keskihajonta (s_R) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Uusittavuusraja (R) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6

Näytetyypit:

A Brandy; rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Rommi; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet.

C Grappa; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet.

D Akvaviitti; eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet.

III HAIHTUVIEN AINEIDEN JA METANOLIN MÄÄRITYS

III.1 YLEISET HUOMAUTUKSET

1 Määritelmät

Direktiivissä (ETY) N:o 1576/89 asetetaan etanolia ja metanolia lukuun ottamatta haihtuvien yhdisteiden vähimmäispitoisuudet tietyille tislattujen alkoholijuomien ryhmälle (rommi, viinirypäleistä peräisin olevat tislattut alkoholijuomat, tislattut hedelmäalkoholit ja niin edelleen). Tässä juomaryhmässä näiden pitoisuuksien on katsottu olevan perinteisesti seuraavassa lueteltujen aineiden konsentraatioiden summa:

1. haihtuvat hapot, jotka on ilmoitettu etikkahappona;
2. aldehydit, jotka on ilmoitettu etanaalina, johon sisältyy etanaali (asetaldehydi) ja 1,1-dietoksietaaniin (asetaaliiin) sisältyvä etanaalifraktio;
3. seuraavat korkeammat alkoholit: 1-propanoli, 1-butanoli, 2-butanoli, 2-metyyli-1-propanoli, jotka on määritetty yksittäisinä alkoholeina, ja 2-metyyli-1-butanoli ja 3-metyyli-1-butanoli, jotka on määritetty yksittäisinä alkoholeina tai näiden kahden alkoholin summana;
4. etyyliasetaatit.

Seuraavat menetelmät ovat haihtuvien yhdisteiden määrittämiseen tarkoitettuja perinteisiä menetelmiä:

- haihtuvien happojen määrittäminen,
- aldehydien (etanaalin ja asetaalin), etyyliasetaatit ja alkoholien määrittäminen kaasukromatografialla.

2 Haihtuvien yhdisteiden kaasukromatografinen analyysi

Muiden kuin edellä mainittujen haihtuvien yhdisteiden kaasukromatografiset analyysit saattavat osoittautua erityisen kiinnostaviksi sekä tislauksessa käytetyn raaka-aineen alkuperän että tislauksen todellisten olosuhteiden määrittämiseksi.

Jotkut tislattut alkoholijuomat sisältävät muita haihtuvia aineosia, kuten aromaattisia yhdisteitä, jotka ovat tunnusomaisia alkoholin valmistuksessa käytetyille raaka-aineille, tislattun alkoholijuoman aromiaineille ja tislattun alkoholijuoman valmistukseen liittyville erityispiirteille. Nämä yhdisteet ovat tärkeitä asetuksessa (ETY) N:o 1576/89 säädettyjen vaatimusten arvioimiseksi.

III.2 TISLATUISSA ALKOHOLIJUOMISSA ESIINTYVIEN HAIHTUVIEN AROMIYHDISTEIDEN KAASUKROMATOGRAFINEN MÄÄRITTÄMINEN

1 Soveltamisala

Tämä menetelmä soveltuu käytettäväksi tislatuissa alkoholijuomissa esiintyvien 1,1-dietoksietaanin (asetaalini), 2-metyyli-1-butanolin (amyylialkoholin), 3-metyyli-1-butanolin (isoamyylialkoholin), metanolin (metyylialkoholin), etyylietanaatin (etyyliasetaatini), 1-butanolin (n-butanolin), 2-butanolin (sek-butanolin), 2-metyyli-1-propanolin (isobutyylialkoholin), 1-propanolin (n-propanolin) ja etanaalin (asetaldehydin) kaasukromatografiseen määrittämiseen. Menetelmässä käytetään sisäistä standardia, esimerkiksi 3-pentanolia. Analyyttien konsentraatiot ilmoitetaan grammoina 100 litraa kohti absoluuttista alkoholia; tuotteen alkoholipitoisuus on määritettävä ennen analyysiä. Tislattuja alkoholijuomia, jotka voidaan analysoida tällä menetelmällä, ovat viski, brandy, rommi, viinistä tislattu alkoholi, hedelmistä tislattu alkoholi ja rypäleiden puristusjätteestä tislattu alkoholi.

2 Viittaukset säännöksiin ja määräyksiin

ISO 3696:1987: Analyttiseen käyttöön tarkoitettu vesi — Laatuvaatimukset ja testimenetelmät.

3 Määritelmä

Haihtuvat aromiyhdisteet ovat haihtuvia yhdisteitä, joita muodostuu etanolin ohella tislattujen alkoholijuomien käymisen, tislauksen ja kypsytämisen aikana.

4 Periaate

Tislattujen alkoholijuomien haihtuvat aromiyhdisteet määritetään injektoimalla alkoholijuomaa tai sopivasti laimennettua alkoholijuomaa suoraan kaasukromatografijärjestelmään. Alkoholijuomaan lisätään sopiva sisäinen standardi ennen ruiskuttamista. Yhdisteet erotetaan lämpötilaohjelmoinnin avulla sopivassa kolonnissa ja ne havaitaan liekki-ionisaatiodektektorilla (FID). Kunkin yhdisteen konsentraatio määritetään suhteessa sisäiseen standardiin niiden vastetekijöiden avulla, jotka on saatu kalibroinnissa ennalta määrättyissä kromatografisissa olosuhteissa, joiden on oltava samanlaiset kuin kyseisen alkoholijuoman kromatografiaolosuhteet.

5 **Reagenssit ja materiaalit**

Ellei toisin mainita, käytetään vain ISO-akkreditoidulta tavarantoimittajalta hankittuja reagensseja, joilla on puhtaustodistus, joiden puhtaus on yli 97 prosenttia ja jotka eivät sisällä muita haihtuvia aromiyhdisteitä, kun niitä käytetään kokeen vaatimassa laimennuksessa (tämä voidaan varmistaa injisoimalla yksittäiset aromiyhdisteiden standardit kokeessa käytettävänä laimennuksina kohdassa 6.4 esitetyissä kaasukromatografiaolosuhteissa), ja vain vähintään kolmannen laatuluokan vettä standardin ISO 3696 määritelmän mukaisesti. Asetaali ja asetaldehydi on säilytettävä pimeässä < 5 °C:n lämpötilassa. Kaikkia muita reagensseja voidaan säilyttää huoneenlämpötilassa.

5.1 Absoluuttinen etanoli (CAS 64-17-5)

5.2 Metanoli (CAS 67-56-1)

5.3 1-propanoli (CAS 71-23-8)

5.4 2-metyyli-1-propanoli (CAS 78-33-1)

5.5 Sopivia sisäisiä standardeja, joita voidaan käyttää, ovat 3-pentanoli (CAS 584-02-1), 1-pentanoli (CAS 71-41-0), 4-metyyli-1-pentanoli (CAS 626-89-1) tai metyylinonanoatti (CAS 1731-84-6).

5.6 2-metyyli-1-butanoli (CAS 137-32-6)

5.7 3-metyyli-1-butanoli (CAS 123-51-3)

5.8 Etyyliasettaatti (CAS 141-78-6)

5.9 1-butanoli (CAS 71-36-3)

5.10 2-butanoli (CAS 78-92-2)

5.11 Asetaldehydi (CAS 75-07-0)

5.12 Asetaali (CAS 105-57-7)

5.13 40-prosenttinen (tilavuus/tilavuus) etanoliliuos

Kun valmistetaan liuos, jonka etanolikonsentraatio on 400 ml/l, kaadetaan 400 ml etanolia (5.1) 1 litran mittapulloon, tilavuus saatetaan 1 litraan tislattulla vedellä ja pullon sisältö sekoitetaan perusteellisesti.

5.14 Standardiliuosten valmistus ja säilytys (validoidussa menetelmässä käytetty menettely)

Standardiliuoksia on säilytettävä < 5 °C:n lämpötilassa ja ne on valmistettava uudelleen kuukausittain. Yhdisteiden ja liuosten massat on kirjattava 0,1 mg:n tarkkuudella.

5.14.1 Standardiliuos — A

Pipetoidaan jäljempänä luetellut reagenssit 100 ml:n mittapulloon, joka sisältää noin 60 ml etanoliliuosta (5.13) yhdisteiden haihtumisen välttämiseksi. Tilavuus saatetaan etanoliliuoksella (5.13) 100 ml:aan ja pullon sisältö sekoitetaan perusteellisesti. Pullon paino, kunkin lisätyn aineen paino ja sisällön lopullinen kokonaispaino kirjataan.

Yhdiste	Tilavuus (ml)
Metanoli (5.2)	3,0
1-propanoli (5.3)	3,0
2-metyyli-1-propanoli (5.4)	3,0
2-metyyli-1-butanoli (5.6)	3,0
3-metyyli-1-butanoli (5.7)	3,0
Etyyliasettaatti (5.8)	3,0
1-butanoli (5.9)	3,0
2-butanoli (5.10)	3,0
Asetaldehydi (5.11)	3,0
Asetaali (5.12)	3,0

Huomautus 1 Asetaali ja asetaldehydi kannattaa lisätä viimeiseksi haihtumisesta aiheutuvien häviöiden pienentämiseksi.

5.14.2 Standardiliuos — B

Pipetoidaan 3 ml 3-pentanolia tai muuta sopivaa sisäistä standardia (5.5) 100 ml:n mittapulloon, joka sisältää noin 80 ml etanoliliuosta (5.13), tilavuus saatetaan etanoliliuoksella (5.13) 100 ml:aan ja pullon sisältö sekoitetaan perusteellisesti.

Pullon paino, 3-pentanolin tai muun lisätyn sisäisen standardin paino ja pullon sisällön lopullinen kokonaispaino kirjataan.

5.14.3 Standardiliuos — C

Pipetoidaan 1 ml liuosta A (5.14.1) ja 1 ml liuosta B (5.14.2) 100 ml:n mittapulloon, joka sisältää noin 80 ml etanoliliuosta (5.13), tilavuus saatetaan etanoliliuoksella (5.13) 100 ml:aan ja pullon sisältö sekoitetaan perusteellisesti.

Pullon paino, jokaisen lisätyn aineosan paino ja pullon sisällön lopullinen kokonaispaino kirjataan.

5.14.4 Standardiliuos — D

Valmistetaan laadunvalvontastandardi käyttäen aikaisemmin valmistettua standardia A (5.14.1). Pipetoidaan 1 ml liuosta A (5.14.1) 100 ml:n mittapulloon, joka sisältää noin 80 ml etanoliliuosta (5.13). Tilavuus saatetaan etanoliliuoksella (5.13) 100 ml:aan ja pullon sisältö sekoitetaan perusteellisesti.

Pullon paino, jokaisen lisätyn aineosan paino ja pullon sisällön lopullinen kokonaispaino kirjataan.

5.14.5 Standardiliuos — E

Pipetoidaan 10 ml liuosta B (5.14.2) 100 ml:n mittapulloon, joka sisältää noin 80 ml etanoliliuosta (5.13). Tilavuus saatetaan etanoliliuoksella (5.13) 100 ml:aan ja pullon sisältö sekoitetaan perusteellisesti.

Pullon paino, jokaisen lisätyn aineosan paino ja pullon sisällön lopullinen kokonaispaino kirjataan.

5.14.6 Liekki-ionisaatiodektoerin (FID) vasteen lineaarisuuden tarkistamiseksi käytetyt standardiliuokset

Pipetoidaan erillisiin 100 ml:n mittapulloihin, jotka sisältävät noin 80 ml etanolia (5.13), 0, 0,1, 0,5, 1,0, 2,0 ml liuosta A (5.14.1) ja 1 ml liuosta B (5.14.2). Tilavuus saatetaan etanoliliuoksella (5.13) 100 ml:aan ja pullojen sisältö sekoitetaan perusteellisesti.

Pullon paino, jokaisen lisätyn aineosan paino ja pullon sisällön lopullinen kokonaispaino kirjataan.

5.14.7 Laadunvalvontastandardi

Pipetoidaan 9 ml standardiliuosta D (5.14.4) ja 1 ml standardiliuosta E (5.14.5) punnituspulloon ja sekoitetaan perusteellisesti.

Pullon paino, jokaisen lisätyn aineosan paino ja pullon sisällön lopullinen kokonaispaino kirjataan.

6 Laitteet ja välineet

6.1 Laite, jolla voidaan määrittää tiheys ja alkoholipitoisuus.

6.2 Analyysivaaka, jonka tarkkuus on neljä desimaalia.

6.3 Lämpötilaohjelmoitu kaasukromatografi, joka on varustettu liekki-ionisaatiodektoerilla ja integraattorilla tai muulla tietojenkäsittelyjärjestelmällä, jolla voidaan määrittää piikin ala tai piikin korkeus.

6.4 Kaasukromatografiakolonne (-kolonnit), joka erottaa analyytit siten että yksittäisten yhdisteiden (muiden kuin 2-metyyli-1-butanolin ja 3-metyyli-1-butanolin) välinen minimiresoluutio on vähintään 1,3.

Huomaus 2: Seuraavat kolonnit ja kaasukromatografiset olosuhteet ovat esimerkkejä, jotka sopivat tähän määrittämiseen:

1. Stationääri-faasiton esikolonne, pituus 1 m ja sisähalkaisija 0,32 mm, kytkettynä CP-WAX 57 CB -kolonneihin, pituus 50 m ja sisähalkaisija 0,32 mm, faasin paksuus 0,2 µm (stabiloitu polyeteeniglykoli), sen jälkeen Carbowax 400 -kolonne, pituus 50 m ja sisähalkaisija 0,32 mm, faasin paksuus 0,2 µm. (Kolonnit on liitetty press fit -liittimillä).

Kantajakaasu ja paine:	Helium (135 kPa)
Kolonnin lämpötilaohjelmointi:	17 minuuttia 35 °C, 12 °C/minuutti, kunnes saavutetaan 70 °C, 25 minuuttia 70 °C.
Injektoren lämpötila:	150 °C
Detektorin lämpötila:	250 °C
Injektio-tilavuus:	1 µl, split-suhde 20 – 100:1

2. Stationäärifaasiton esikolonne, pituus 1 m ja sisähalkaisija 0,32 mm, kytkettynä CP-WAX 57 CB -kolonniin, pituus 50 m ja sisähalkaisija 0,32 mm, faasin paksuus 0,2 µm (stabiloitu polyeteeniglykoli). (Stationäärifaasiton esikolonne on liitetty press fit -liittimillä).

Kantajakaasu ja paine:	Helium (65 kPa)
Kolonnin lämpötilaohjelmointi:	10 minuuttia 35 °C, 5 °C/minuutti, kunnes saavutetaan 110 °C, 30 °C/minuutti, kunnes saavutetaan 190 °C, 2 minuuttia 190 °C.
Injektoren lämpötila:	260 °C
Detektorin lämpötila:	300 °C
Injektio-tilavuus:	1 µl, split-suhde 55:1

3. Pakattu kolonne (5 % CW 20M, Carboapak B), pituus 2 m ja sisähalkaisija 2 mm.

Kolonnin lämpötilaohjelmointi:	4 minuuttia 65 °C, 10 °C/minuutti, kunnes saavutetaan 140 °C, 5 minuuttia 140 °C, 5 °C/minuutti, kunnes saavutetaan 150 °C, 3 minuuttia 150 °C.
Injektoren lämpötila:	65 °C
Detektorin lämpötila:	200 °C
Injektio-tilavuus:	1 µl

7 Näytteenotto ja näytteet

7.1 Laboratorionäyte

Näytteistä määritetään alkoholipitoisuus (6.1).

8 Suoritus (validoidussa menetelmässä käytetty menettely)

8.1 Tutkittava näyte

8.1.1 Punnitaan sopiva tiivis punnituspullo ja punnitustulos kirjataan.

8.1.2 Pipetoidaan 9 ml laboratorionäytettä pulloon ja punnitustulos kirjataan ($M_{\text{NÄYTE}}$).

8.1.3 Lisätään 1 ml standardiliuosta E (5.14.5) ja punnitustulos kirjataan (M_{I}).

8.1.4 Näytettä ravistellaan voimakkaasti (näytettä käännettään ylösalaisin ainakin 20 kertaa). Ennen analyysiä näytteitä on säilytettävä alle 5 °C:n lämpötilassa haihtuvien aineiden hävikin välttämiseksi.

8.2 Nollakoe

8.2.1 Punnitaan sopiva tiivis punnituspullo käyttämällä vaakaa, jonka tarkkuus on neljä desimaalia (6.2), ja punnitustulos kirjataan.

8.2.2 Pulloon pipetoidaan 9 ml etanoliliuosta, jonka konsentraatio on 400 ml/l (5.13), ja punnitustulos kirjataan.

8.2.3 Lisätään 1 ml standardiliuosta E (5.14.5) ja punnitustulos kirjataan.

8.2.4 Tutkittavaa ainetta ravistellaan voimakkaasti (näytettä käännettään ylösalaisin vähintään 20 kertaa). Ennen analyysiä näytteitä on säilytettävä alle 5 °C:n lämpötilassa haihtuvien aineiden hävikin välttämiseksi.

8.3 Alustava koe

Kromatografiin injektoidaan standardiliuosta C (5.14.3), jonka avulla varmistetaan, että kromatografi erottaa analyytit vähintään erotuskyvyllä 1,3 (lukuun ottamatta 2-metyyli-1-butanolia ja 3-metyyli-1-butanolia).

8.4 Kalibrointi

Kalibrointi on tarkistettava seuraavasti. Varmistetaan, että vaste on lineaarinen, analysoimalla kolmesti peräkkäin sisäistä standardia (IS) sisältävät lineaarisuusstandardiliuokset (5.14.6). Jokaisen injektion osalta lasketaan integraattorin piikin aloista tai piikin korkeuksista kunkin yhdisteen R-suhde ja laaditaan graafinen esitys, joka esittää R:ää yhdisteen ja sisäisen standardin (IS) konsentraatioiden suhteen C funktiona. Tällöin tuloksena pitäisi olla suora, jonka korrelaatiokerroin on vähintään 0,99.

$$R = \frac{\text{Yhdisteen piikin ala tai korkeus}}{\text{Sisäisen standardin piikin ala tai korkeus}}$$

$$C = \frac{\text{Yhdisteen konsentraatio } (\mu\text{g/g})}{\text{Sisäisen standardin konsentraatio } (\mu\text{g/g})}$$

8.5 Määrittäminen

Kromatografiin injektoidaan standardiliuosta C (5.14.3) ja kaksi kertaa laadunvalvontastandardia (5.14.7). Sen jälkeen injektoidaan analysoitavat näytteet (jotka on valmistettu kohtien 8.1 ja 8.2 mukaisesti) sisällyttäen yhden laadunvalvontastandardin joka 10. näytteen jälkeen määrityksen stabiilisuuden varmistamiseksi. Standardiliuosta C (5.14.3) injektoidaan joka 5. näytteen jälkeen.

9 Laskutoimitus

Automaattista tietojenkäsittelyjärjestelmää voidaan käyttää edellyttäen, että tiedot voidaan tarkistaa seuraavassa menetelmässä kuvattujen periaatteiden mukaisesti.

Mitataan yhdisteen ja sisäisen standardin piikin ala tai korkeus

9.1 Vastetekijän laskeminen.

Standardiliuoksen C (5.14.3) kromatogrammista lasketaan yhdisteiden vastetekijät käyttäen yhtälöä (1).

$$(1) \text{ Vastetekijä} = \frac{\text{Sisäisen standardin piikin ala tai korkeus}}{\text{Yhdisteen piikin ala tai korkeus}} \times \frac{\text{Yhdisteen konsentraatio } (\mu\text{g/g})}{\text{Sisäisen standardin konsentraatio } (\mu\text{g/g})}$$

jossa:

Yhdisteen konsentraatio = Yhdisteen konsentraatio liuoksessa C (5.14.3)

Sisäisen standardin konsentraatio = sisäisen standardin konsentraatio liuoksessa C (5.14.3).

9.1.2 Näytteen analyysi

Lasketaan yhdisteiden konsentraatiot näytteissä seuraavan yhtälön (2) avulla.

(2) Yhdisteen konsentraatio, ($\mu\text{g/g}$) =

$$\frac{\text{Yhdisteen piikin ala tai korkeus}}{\text{Sisäisen standardin piikin ala tai korkeus}} \times \frac{M_{\text{IS}} (\text{g})}{M_{\text{NÄYTE}} (\text{g})} \times \text{IS:n konsentraatio } (\mu\text{g/g}) \times \text{VT}$$

jossa:

$M_{\text{NÄYTE}}$ = näytteen paino (8.1.2);

M_{IS} = sisäisen standardin (IS) paino (8.1.3);

IS:n konsentraatio = sisäisen standardin konsentraatio liuoksessa E (5.14.5);

VT = vastetekijä, joka on laskettu yhtälön 1 mukaisesti.

9.1.3 Laadunvalvontastandardin analyysi

Lasketaan seuraavan yhtälön (3) mukaisesti laadunvalvontastandardin (5.14.7) sisältämien yhdisteiden saantoprosentit:

$$3) \text{ Laadunvalvontanäytteen saantoprosentti} = \frac{\text{Analyytin konsentraatio laadunvalvontastandardissa}}{\text{Analyytin konsentraatio liuoksessa}} \times 100$$

Analyytin konsentraatio laadunvalvontastandardissa lasketaan edellä esitettyjen yhtälöiden (1) ja (2) mukaisesti.

9.2 Tulosten esittäminen

Konsentraatio, joka on ilmoitettu mikrogrammoina grammaa kohti ($\mu\text{g/g}$), muutetaan grammoiksi 100 litraa absoluuttista alkoholia kohti yhtälön (4) mukaisesti:

4) Konsentraatio grammaina 100 litraa absoluuttista alkoholia kohti =

$$\text{Konsentraatio } (\mu\text{g} / \text{g}) \times \rho \times 10 / (\text{alkoholipitoisuus tilavuusprosenttina} \times 1\,000)$$

missä

$$\rho = \text{tiheys, kg/m}^3$$

Tulokset esitetään kolmen merkitsevän numeron tarkkuudella käyttäen enintään yhtä desimaalia, esimerkiksi 11,4 grammaa alkoholia 100 litraa absoluuttista alkoholia kohti.

10 Laadunvarmistus ja valvonta (käytetty validoidussa menetelmässä)

Lasketaan edellä esitetyn yhtälön (2) mukaisesti yhdisteiden konsentraatio laadunvalvontastandardeissa, jotka on valmistettu noudattaen kohdissa 8.1.1—8.1.4 esitettyä menettelyä. Lasketaan yhtälön (3) mukaisesti saanto prosentteina. Jos yhdisteiden analyysitulokset poikkeavat enintään ± 10 prosenttia teoreettisista arvoista, määrittämiä voidaan jatkaa. Ellei näin ole, epätarkkuuteen johtaneet syyt tulee selvittää ja asiaankuuluvat parannukset tulee tehdä.

11 Menetelmän suoritusarvot (mittaustarkkuus)

Laboratorioiden välisen testauksen tilastolliset tulokset: Seuraavissa taulukoissa esitetään seuraavia yhdisteitä koskevat tulokset: etanoli, etyyliasetaatti, asetaali, etanolin kokonaismäärä, metanoli, 2-butanoli, 1-propanoli, 1-butanoli, 2-metyyli-1-propanoli, 2-metyyli-1-butanoli, 3-metyyli-1-butanoli.

Seuraavat tulokset saatiin kansainvälisestä menetelmän suorituskykyä arvioivasta tutkimuksesta, joka toteutettiin kansainvälisesti hyväksytyjen menetelmien mukaisesti.

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	5
Analyyytti	etanaali

Näytteet	A	B	C	D	E
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	28	26	27	27	28
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	2	4	3	3	2
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	56	52	54	54	56
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	63,4	71,67	130,4	38,4	28,6
				13,8 (*)	52,2 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_p), $\mu\text{g/g}$	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_p), (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	12	14	22	6,8	8,9
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

D Viski, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

E Rommi, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	5
Analyytti	etyyliasettaatti

Näytteet	A	B	C	D	E
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	24	24	25	24	24
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	2	2	1	2	2
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	48	48	50	48	48
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	96,8	1 046	120,3	112,5	99,1
				91,8 (*)	117,0 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_r), $\mu\text{g/g}$	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_r), (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

D Viski, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

E Rommi, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	5
Analyytti	asettaali

Näytteet	A	B	C	D	E
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	20	21	22	17	21
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	4	3	2	4	3
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	40	42	44	34	42
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60 (*)	28,3 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_r), $\mu\text{g/g}$	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_r), (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

D Viski, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

E Rommi, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	5
Analyytti	kokonaisetanaali

Näytteet	A	B	C	D	E
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	23	19	22	21	22
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	1	5	2	3	2
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	46	38	44	42	44
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8 (*)	61,8 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_r), $\mu\text{g/g}$	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_r), (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	13	15	24,1	7,3	9,0
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

D Viski, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

E Rommi, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	5
Analyytti	metanoli

Näytteet	A	B	C	D	E
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	26	27	27	28	25
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	4	3	3	1	4
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	52	54	54	56	50
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	319,8	2 245	1 326	83,0	18,6
				61,5 (*)	28,9 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_r), $\mu\text{g/g}$	4,4	27	22	1,5	1,3
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_r), (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

D Viski, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

E Rommi, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	4
Analyytti	2-butanoli

Näytteet	A	B	C	E
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	21	27	29	22
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	4	3	1	3
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	42	54	58	44
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83 14,12 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_p), $\mu\text{g/g}$	0,40	2,2	0,87	0,64
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_p), (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

E Rommi, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	5
Analyytti	1-propanoli

Näytteet	A	B	C	D	E
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	29	27	27	29	29
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	2	4	3	2	2
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	58	54	54	58	58
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	86,4	3 541	159,1	272,1 229,3 (*)	177,1 222,1 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_p), $\mu\text{g/g}$	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_p), (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

D Viski, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

E Rommi, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	5
Analyytti	1-butanoli

Näytteet	A	B	C
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	20	22	22
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	4	4	6
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	40	44	44
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	3,79	5,57	7,54
Toistettavuuden keskihajonta (s_r), $\mu\text{g/g}$	0,43	0,20	0,43
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_r), (%)	11,2	3,6	5,6
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	1,1	0,6	1,2
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	0,59	0,55	0,82
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	15,7	9,8	10,8
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	5
Analyytti	2-metyyli-1-propanoli

Näytteet	A	B	C	D	E
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	28	31	30	26	25
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	3	0	1	5	6
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	56	62	60	52	50
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8 (*)	133,87 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_r), $\mu\text{g/g}$	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_r), (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

D Viski, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

E Rommi, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	5
Analyytti	2-metyyli-1-butanoli

Näytteet	A	B	C	D	E
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	25	26	25	27	25
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	3	2	3	1	2
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	50	52	50	54	50
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2 (*)	61,5 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_r), $\mu\text{g/g}$	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_r), (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

D Viski, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

E Rommi, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

Laboratorioiden välisen testauksen suoritusvuosi	1997
Laboratorioiden lukumäärä	32
Näytteiden lukumäärä	5
Analyytti	3-metyyli-1-butanoli

Näytteet	A	B	C	D	E
Laboratorioiden lukumäärä, kun suuresti poikkeavia tuloksia saaneet laboratoriot on poistettu	23	23	24	27	21
Suuresti poikkeavien tulosten määrä (laboratoriot)	5	5	4	1	6
Hyväksytyjen tulosten lukumäärä	46	46	48	54	42
Keskiarvo (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4 (*)	245,6 (*)
Toistettavuuden keskihajonta (s_r), $\mu\text{g/g}$	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Toistettavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_r), (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Toistettavuusraja (r), $\mu\text{g/g}$	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Uusittavuuden keskihajonta (s_R), $\mu\text{g/g}$	29,8	13	21	8,5	6,7
Uusittavuuden suhteellinen keskihajonta (RSD_R), (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Uusittavuusraja (R), $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

Näytetyypit:

A Brandy, rinnakkaiset sokkonäytteet.

B Kirsikkaviina, rinnakkaiset sokkonäytteet.

C Grappa, rinnakkaiset sokkonäytteet.

D Viski, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).

E Rommi, eri pitoisuuden omaavat rinnakkaisnäytteet (*).