

Dan it-test hu maħsub purament bhala għodda ta' dokumentazzjoni u m'għandu l-ebda effett legali. L-istituzzjonijiet tal-Unjoni m'għandhom l-ebda responsabbiltà għall-kontenut tiegħu. Il-verżjonijiet awtentiċi tal-atti rilevanti, inklużi l-preamboli tagħhom, huma daww ippubblikati fil-Ġurnal Uffiċjali tal-Unjoni Ewropea u disponibbli f'EUR-Lex. Daww it-testi uffiċjali huma aċċessibbli direttament permezz tal-links inkorporati f'dan id-dokument

► **B****IR-REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (KEE) Nru 2870/2000****tad-19 ta' Diċembru 2000****li jstabbilixxi l-metodi Komunitarji ta' referenza għall-analiżi tax-xorb spirituw**

(ĠU L 333, 29.12.2000, p. 20)

Emendat minn:

		Ġurnal Uffiċjali		
		Nru	Paġna	Data
► <u>M1</u>	Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru. 2091/2002 tas-26 ta' Novembru 2002	L 322	11	27.11.2002
► <u>M2</u>	Regolament ta' Implimentazzjoni tal-Kummissjoni (UE) tat-22 ta' April 2016	L 108	1	23.4.2016
► <u>M3</u>	Regolament ta' Implimentazzjoni tal-Kummissjoni (UE) tas-16 ta' Frar 2023	L 53	3	21.2.2023

Ikkoreġut minn:

- **C1** Emendi, Ġ.U. L 200, 10.8.2023, p. 48 (2870/2000)
- **C2** Emendi, Ġ.U. L 236, 26.9.2023, p. 42 (2870/2000)
- **C3** Emendi, Ġ.U. L 236, 26.9.2023, p. 44 (2023/383)

▼ B**IR-REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (KEE) Nru 2870/2000****tad-19 ta' Diċembru 2000****li jstabbilixxi l-metodi Komunitarji ta' referenza għall-analizi tax-xorb spirituz***Artikolu 1*

Il-metodi Komunitarji tar-riferiment għall-analizi tax-xorb spirituz sabiex tiġi żgurata l-konformità mar-Regolament (KEE) Nru 1576/89 u r-Regolament (KEE) Nru 1014/90:

— meta jsir kull kontroll uffiċjali, jew

— fil-każ ta' kontroversja,

għandhom ikunu dawk iddikjarati fl-Anness ta' ma' hawn.

▼ M3*Artikolu 1a*

1. Dan ir-Regolament japplika għall-alkoħol etiliku ta' oriġini agrikola kif definit fl-Artikolu 5 tar-Regolament (UE) 2019/787 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill ⁽¹⁾.

2. Il-metodi ta' analizi ta' referenza tal-Unjoni għall-alkoħol etiliku ta' oriġini agrikola għandhom ikunu dawk stabbiliti fl-Anness ta' dan ir-Regolament.

3. Għall-finijiet ta' dan ir-Regolament, l-alkoħol etiliku ta' oriġini agrikola għandu jitqies bhala distillat li l-qawwa alkoħolika tiegħu skont il-volum għandha titkejjel direttament kif stabbilit fl-Appendiċi II tal-Kapitolu I tal-Anness.

Madankollu, meta l-kampjun tal-alkoħol ma jkunx ċar jew il-partikoli sospiżi jkunu viżibbli, il-kampjun għandu jiġi distillat.

4. Għad-determinazzjoni ta' sustanzi volatili għandha tkun meħtieġa l-kalibrazzjoni bis-soluzzjoni standard C ippreparata f'etanol assolut sabiex jinkiseb tqabbil xieraq tal-matriċi bejn il-kampjuni u s-soluzzjoni standard dettaljati fil-Kapitolu III.2 tal-Anness.

⁽¹⁾ Ir-Regolament (UE) 2019/787 tal-Parlament Ewropew u tal-Kunsill tas-17 ta' April 2019 dwar id-definizzjoni, id-deskrizzjoni, il-preżentazzjoni u t-tikkettar ta' xorb spirituz, l-użu tal-ismijiet ta' xorb spirituz fil-preżentazzjoni u t-tikkettar ta' oġġetti tal-ikel oħra, il-protezzjoni ta' indikazzjonijiet ġeografiċi ta' xorb spirituz, l-użu ta' alkoħol etiliku u distillati ta' oriġini agrikola f'xorb alkoħoliku, u li jhassar ir-Regolament (KE) Nru 110/2008 (ĠU L 130, 17.5.2019, p. 1).

▼ **M3**

5. Għad-determinazzjoni tal-furfural, kif dettaljat fil-Kapitolu X tal-Anness, l-alkoħol etiliku ta' oriġini agrikola għandu jiġi dilwit bi tnejn permezz taż-żieda tal-ilma sabiex jiġi rduppjat il-volum inizjali tiegħu u jilhaq qawwa alkoħolika bil-volum kompatibbli mas-soluzzjonijiet ta' kalibrazzjoni. Ir-riżultati għall-analiżi tal-furfural għandhom jiġu kkonvertiti fi grammi għal kull ettolitr ta' alkoħol ta' 100 % vol. f'konformità mal-ekwazzjoni "Koncentrazzjoni ta' furfural fi grammi għal kull ettolitr ta' alkoħol ta' 100 % vol. = Koncentrazzjoni ta' furfural f' mg/l × 10/ta' qawwa alkoħolika skont il-volum (% vol)", fejn il-qawwa alkoħolika skont il-volum (% vol) hija l-qawwa alkoħolika tal-kampjun imkejje kif stabbilit fil-Kapitolu I tal-Anness.

6. Sabiex jiġi stabbilit il-kontenut ta' ¹⁴C fl-etanol, għandu jintuza l-metodu stabbilit fil-Kapitolu XI tal-Anness.

▼ **B***Artikolu 2*

Minkejja l-ewwel inċiż ta' l-Artikolu 1, għandhom ikunu permessi metodi analitiċi oħra, taħt ir-responsabbiltà tad-direttur tal-laboratorju, bil-kondizzjoni illi l-eżattezza u l-precizjoni (il-kapaċità tat-tennija u r-riproduċibbiltà) tal-metodi jkunu mill-inqas ekwivalenti għal dawk tal-metodi analitiċi tar-riferiment rilevanti mogħtija fl-Anness.

Artikolu 3

Meta l-metodi analitiċi Komunitarji tar-riferiment ma jkunx stabbiliti għall-kxif u l-kwantifikazzjoni tas-sustanzi li jkunu f'xarba spirituża partikolari, għandhom jintużaw il-metodi li ġejjin:

- (a) il-metodi analitiċi li huma vvalidati sa proċeduri kkonoxxuti internazzjonalment u b'mod partikolari jissodisfaw il-kriterji f'fissati fl-Anness mad-Direttiva 85/591/KEE;
- (b) il-metodi analitiċi li jikkonformaw ma' l-*standards* irrakkommandati ta' l-Organizzazzjoni Internazzjonali ta' l-Istandardizzazzjoni (ISO);
- (ċ) il-metodi analitiċi kkonoxxuti mill-Assmblea Ġenerali ta' l-Uffiċċju Internazzjonali tad-Dwieli u l-Inbid (OIV) u ppublikati minn dan l-uffiċċju;
- (d) fin-nuqqas ta' metodu kif indikat fil-(a), fil-(b) jew fiċ-(ċ), għar-raġuni ta' l-eżattezza, il-kapaċità tat-tennija u r-reproduċibbiltà:

— metodu analitiku approvat mill-Istat Membru interessat,

— meta meħtieġ, kull metodu analitiku ieħor xieraq.

Artikolu 4

Għall-għanijiet ta' dan ir-Regolament:

- (a) "il-limitu tal-kapaċità tat-tennija": għandu jkun il-valur inqas jew ugwali li għalih id-differenza assoluta bejn ir-riżultati ta' żewġ testijiet miksuba taħt il-kondizzjonijiet tal-kapaċità tat-tennija (l-istess operatur, l-istess apparat, l-istess laboratorju u intervall qasir taż-żmien) tista' tkun mistennija li jkollha l-probabbiltà ta' 95 % *g*ISO 3534-1h;

▼B

- (b) “il-limitu tar-riproduċibbiltà”: għandu jkun il-valur inqas jew egwali li għalih id-differenza assoluta bejn ir-riżultati ta’ żewġ testijiet miksuba taħt il-kondizzjonijiet tar-reproduċibbiltà (operaturi differenti, apparat differenti, laboratorji differenti) tista’ tkun mistennija li jkollha l-probabbiltà ta’ 95 % għal ISO 3534-1h;
- (ċ) “eżattezza”: għandha tkun il-qrubija tal-qbil bejn ir-riżultat ta’ test u u l-valur tar-riferiment aċċettat għal ISO 3534-1h.

Artikolu 5

Dan ir-Regolament għandu jidhol fis-seħh fis-seba’ jum wara l-publikazzjoni tiegħu fil-*Gurnal Uffiċjali tal-Komunitajiet Ewropej*.

Għandu jibda japplika mill-1 ta’ Jannar 2001.

Dan ir-Regolament għandu jkun jorbot fl-intier tiegħu u japplika direttament fl-Istati Membri kollha.

▼ **B***L-ANNEX***ID-DESKRIZZJONI TAL-METODI ANALITIČI TAR-RIFERIMENTI-qawwa alkolika skond il-volum**

- I Kif jiġu stabbiliti s-sustanzi volatili u l-metanol
- L-Appendiċi I: It-Thejjija tad-distillat
- L-Appendiċi II: Il-Kejl tad-densità tad-distillat
- Il-Metodu A = Il-Piknometrija
- Il-Metodu B = Id-Densimetrija elettronika
- Il-Metodu Ċ = Id-Densimetrija bl-użu tal-miżien idrostatiku
- II Kif jiġi stabbilit l-estratt niexef totali bil-gravimetrija
- III. Kif jiġu stabbiliti s-sustanzi volatili u l-metanol
- III.1 Rimarki Ġenerali
- III.2 Il-Kongeneri volatili:
- III.3 l-aldeidi, l-alkoli oġhla, l-etil aċetat u l-metanol (kromatografija bil- gass)
- IV. L-Aċidità volatili (*p.m.*)
- V. L-aċidu idroċjaniku ► **M1** ————— ◀
- VI. L-Anetol ► **M1** ————— ◀
- VII L-Aċidu glicirriżiku ► **M1** ————— ◀
- VIII It-tipi totali taz-Zokkor ► **M2** ————— ◀
- IX. L-Isfar tal-bajd ► **M1** ————— ◀

▼ **M2**

- X. Id-determinazzjoni tal-komposti tal-injam: furfural, 5-idrossimetilfurfural, 5-metilfurfural, vanillina, siringaldeid, koniferaldeid, sinapaldeid, aċidu galliku, aċidu ellagiċu, aċidu vanilliku, aċidu siringiku u skopoletina

▼ **M3**

- XI. Id-determinazzjoni tal-kontenut ¹⁴C fl-etanol



I. KIF TIĠI STABILITÀ L-QAWWA ALKOLIKA SKOND IL-VOLUM FIX-XORB SPIRITUŻ

Introduzzjoni

Il-metodu tar-riferiment jinkludi żewġ Appendiċi:

L-appendiċi I: It-thejjija tad-distillat

L-Appendiċi II: Il-kejl tad-densità tad-distillat

1. L-Iskop

Il-metodu huwa xieraq għalbiex jistabbilixxi l-qawwa alkolika reali skond il-volum fix-xorb spirituz.

2. Ir-Riferimenti Normattivi

L-ISO 3696:1987: L-ilma għall-użu analitiku fil-laboratorju - l-ispeċifikazzjonijiet u l-metodi tat-

3. It-termini u d-definizzjonijiet

3.1. It-temperatura tar-riferiment:

It-temperatura tar-riferiment sabiex tiġi stabbilita l-qawwa alkolika skond il-volum, id-densità u l-gravità speċifika tax-xorb spirituz hija 20°C.

Nota 1: L-espressjoni “f’temperatura ta’ t°C” hija riżervata għal meta jiġu stabbiliti kollha (id-densità jew il-qawwa alkolika skond il-volum) espressi f’temperatura għajr it-temperatura tar-riferiment ta’ 20°C.

3.2. Id-Densità:

Id-densità hija l-massa għal kull unità tal-volum in vacuo fix-xorb spirituz f’temperatura ta’ 20 °C. Hija espressa f’kilogrammi għal kull metru kubu u s-simbolu tagħha huwa $\rho_{20}^{\circ\text{C}}$ jew ρ_{20} .

3.3. Il-Gravità speċifika:

Il-gravità speċifika hija l-proporzjon, espress bħala numru decimali, tad-densità tax-xorb spirituz f’temperatura ta’ 20 °C mad-densità ta’ l-ilma fl-istess temperatura. Hija murija bis-simbolu $d_{20}^{\circ\text{C}/20^{\circ\text{C}}}$ jew $d_{20/20}$, jew sempliċement d meta ma jkunx hemm l-ebda possibbiltà ta’ konfużjoni. Il-karatteristika li kienet imkejla trid tkun speċifikata fuq iċ-certifikat ta’ l-assaġġ bl-użu biss tas-simboli definiti hawn fuq.

Nota 2: Huwa possibbli li tinkiseb il-gravità speċifika mid-densità ρ_{20} f’temperatura ta’ 20 °C:

$$p_{20} = 998,203 \times d_{20/20} = p_{20}/998,203$$

fejn id-998,203 huwa d-densità ta’ l-ilma f’temperatura ta’ 20 °C.

3.4. Il-qawwa alkolika reali skond il-volum:

Il-qawwa alkolika reali skond il-volum tax-xorb spirituz hija egwali għan-numru ta’ litri ta’ l-etil alkol li jkun jinsab f’100 l ta’ tahlita ta’ l-ilma ma’ l-alkohol li jkollha l-istess densità bħall-alkol jew l-ispirtu wara d-distillazzjoni. Il-valuri tar-riferiment għall-qawwa ta’ l-alkol skond il-volum (% vol) f’temperatura ta’ 20 °C kontra d-densità f’temperatura ta’ 20 °C għal tahlitiet differenti ta’ l-ilma ma’ l-alkohol li jridu jintużaw huma daww mogħtija fit-tabella internazzjonali adottata mill-Organizzazzjoni Internazzjonali tal-Metroloġija Legali fir-Rakkommandazzjoni tagħha Nru 22.

L-ekwazzjoni ġenerali li għandha x’taqsam mal-qawwa alkolika skond il-volum u d-densità ta’ tahlita ta’ ilma ma’ l-alkol f’temperatura partikolari hija mogħtija fil-paġna 40 tal-Kapitolu 3 “Il-qawwa alkolika skond il-volum” ta’ l-Anness mar-Regolament tal-Kummissjoni (KEE) Nru 2676/90 (ĠU L 272, tat-3.10.1990, p. 1) jew fil-manwal tal-metodi ta’ l-analiżi tal-OIV (1994) (p. 17).

▼ B

Nota 3: Għall-likuri u l-kremi li tagħhom huwa diffiċli li jitkejjel il-volum bl-eżatt, irid jintiżen il-kampjun u l-qawwa alkolika tiġi kkalkolata l-ewwel skond il-massa.

Il-formola ta' konverżjoni:

Il-formola ta' konverżjoni

$$\text{Il-qawwa alkolika skond il-volum (\% vol)} = \frac{\text{ASM (\% mass)} \times P_{20}(\text{Il-kampjun})}{P_{20}(\text{alcohol})}$$

fejn

ASM = il-qawwa alkolika skond il-massa,

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

4. Il-prinċipju

Wara d-distillazzjoni, il-qawwa alkolika skond il-volum tad-distillat tiġi stabbilita bil-piknometrija, id-densimetrija elettronika, jew id-densimetrija bl-użu ta' miżien idrostatiku.

▼B

L-APPENDICI I: IT-THEJJIJA TAD- DISTILLAT

1. **L-iskop**

Il-metodu huwa addattat għat-tnejn tad-distillati li għandhom jintużaw sabiex tiġi stabbilita l-qawwa alkolika reali skond il-volum tax-xorb spiritiż.

2. **Il-prinċipju**

L-ispirti jiġu ddistillati għalbiex jiġu mifruda l-etil alkol u komponenti oħra volatili mill-materjal estrattiv (is-sustanzi li ma jiddistillawx).

3. **Ir-Reaġenti u l-Materjali**

3.1. Il-granuli ta' kontra l-hbit ma' xulxin.

3.2. L-emulsjoni kkonċentrata ta' kontra r-ragħwa (għall-likuri krema).

4. **L-apparat u t-tagħmir**

L-apparat normali tal-laboratorju u b'mod partikolari dan li ġej:

4.1. Banju ta' l-ilma li kapaċi jinżamm bejn il-10°C u l-15-il °C.

Banju ta' l-ilma li kapaċi jinżamm f'temperatura ta' 20°C (+/-0,2°C).

4.2. Fjasketti volumetriċi tal-Klassi A, ta' 100 ml u 200 ml, li jkun ġew iċċertifikati għal 0,1 % u 0,15 % rispettivament.

4.3. L-apparat tad-distillazzjoni:

4.3.1. Il-htigijiet ġenerali

L-apparat tad-distillazzjoni jrid jissodisfa l-ispeċifikazzjonijiet li ġejjin:

— in-numru tal-ġonot ma jridx ikun aktar mill-minimu strett meħtieġ sabiex jiżgura illi s-sistema ma tnixxix, l-inklużjoni ta' mekkaniżmu maħsub sabiex jipprevjieni l-primitura (it-tkaxkir tal-likwidu jagħli mill-fwar) u sabiex jirregolarizza r-rata tad-distillazzjoni tal-fwar mgħobbi bl-alkohol,

— il-kondensazzjoni rapida u kompleta tal-fwar ta' l-alkohol,

— il-ġbir tal-frazzjonijiet ta' l-ewwel distillazzjoni f'medju ilmi.

— Is-sors tas-shana jrid jintuża b'diffuser tas-shana addattat għalbiex jipprevjieni kull reazzjoni piroġenika

li tinvolvi l-materjal estrattiv.

4.3.2. Eżempju ta' apparat addattat tad-distillazzjoni huwa muri fil-Figura 1 u jinkludi l-partijiet li ġejjin:

— fjaskett bil-qiegh ittundjat, ta' litru 1, b'gonta tal-ħġieġ immattjat standardizzat,

— kolonna tar-rettifikazzjoni ta' mill-inqas 20 ċm għoli (kolonna Vigreux, per eżempju),

— konnettur minkeb b'kondensatur bix-xifer dritt ta' xi 10 ċm tul (kondensatur tat-tip West) iffittjat vertikament,

— koljatura tat-tkessiħ, ta' 40 ċm tul,

— tubu mtawwal, li jieħu d-distillat lejn il-qiegh ta' fjaskett tal-ġbir iġgradat li jkun fiħ ammont żgħir ta' ilma.

Nota: L-apparat deskritt hawn fuq huwa maħsub għal kampjun ta' mill-inqas 200 ml. Madankollu, kampjun iżgħar (ta' 100 ml) jista' jiġi distillat bl-użu ta' fjaskett iżgħar tad-distillazzjoni, sakemm jintużaw ras għal kontra t-titjir ta' l-ilma jew mekkaniżmu ieħor li jipprevjieni t-tkaxkir ta' l-ilma.

▼B**5. Il-ħażna tal-kampjuni tat-test**

Il-kampjuni għandhom jinħażnu f'temperatura tal-kamra qabel l-analiżi.

6. Il-proċedura

Kumment preliminari:

Id-distillazzjoni tista' wkoll tkun bil-proċedura ppubblikata mill-IUPAC (1968).

6.1. Il-verifika ta' l-apparat tad-distillazzjoni:

L-apparat użat għandu jkun kapaċi għal dan li ġej:

Id-distillazzjoni ta' 200 ml ta' tahlita ta' ilma ma' l-alkol b'konċentrazzjoni magħrufa qrib il-50 % vol ma tridx tikkawża telf ta' alkohol ta' aktar minn 0,1 % vol.

6.2. Ix-xorb spirituz b'qawwa alkolika taht l-50 % vol.

Kejjel 200 ml ta' l-ispirtu fil-fjaskett volumetrik.

Irreġistra t-temperatura ta' dan il-likwidu, jew żommha f'temperatura standard (20°C).

Ferragħ il-kampjun fil-fjaskett tal-qiegh ittundjat ta' l-apparat tad-distillazzjoni u laħlaħ il-fjaskett volumetrik bi tliet alikwoti b'kull waħda ta' madwar 20 ml ta' ilma distillat. Żid kull alikwota ta' l-ilma tat-tlaħliħ mal-kontenut tal-fjaskett tad-distillazzjoni.

Nota: Din id-dilwita ta' 60 ml hija bizzejjed għall-ispirti li jkun fihom anqas minn 250 g ta' estratt niexef għal kull litru. Inkella, sabiex tipprevjieni l-pirolisi, il-volum ta' l-ilma tat-tlaħliħ irid ikun mill-anqas 70 ml jekk il-konċentrazzjoni ta' l-estratt niexef tkun 300 g/l, 85 ml għal kull 400 g/l ta' l-estratt niexef, u 100 ml għal kull 500 g/l ta' l-estratt niexef (uħud mil-likuri jew mill-kremi tal-frott). Aġġusta dawn il-volumi proporzjonalment għall-volumi tal-kampjuni differenti.

Żid f'it granuli ta' kontra l-ħbit ma' xulxin (3.1) (u ta' kontra r-raġħwa għall-likuri tal-krema).

Ferragħ 20 ml ta' ilma distillat fil-fjaskett volumetrik ta' 200 ml li jrid jiġi wżat biex iżomm id-distillat. Dan il-fjaskett irid mbaġħad jitqiegħed f'banju ta' l-ilma kiesaħ (4.1) (minn 10 sa 15-il °C għax-xorb spirituz bit-toġhma ta' l-anizetta).

Iddistilla, filwaqt li tevita t-tkaxkir u l-hruq faħam, billi kultant thawwad il-kontenut tal-fjaskett, sakemm il-livell tad-distillat ikun f'it millimetri taht il-marka tal-kalibrazzjoni tal-fjaskett volumetrik.

Meta t-temperatura tad-distillat tkun tnizzlet sa qrib iż-0,5°C tat-temperatura oriġinali tal-likwidu, żid sal-marka bl-ilma ddistillat u hallat sew.

Dan id-distillat jintuża sabiex tiġi stabbilita l-qawwa alkolika skond il-volum (Appendiċi II)

6.3. Ix-xorb spirituz b'qawwa alkolika ta' iktar minn 50 % vol.

Kejjel 100 ml mix-xorb spirituz fi fjaskett volumetrik ta' 100 ml u ferragħ fil-fjaskett tal-qiegh ittundjat ta' l-apparat tad-distillazzjoni.

Laħlaħ il-fjaskett volumetrik numru ta' drabi bl-ilma ddistillat u żid it-tlaħliħ mal-kontenut tal-fjaskett tad-distillazzjoni bil-qiegh ittundjat. Uża bizzejjed ilma sabiex iżżid il-kontenut tal-fjaskett sa madwar 230 ml.

▼B

Ferragħ 20 ml ta' l-ilma ddistillat fil-fjaskett volumetriku ta' 200 ml li jrid jiġi wżat għalbiex iżomm id-distillat. Dan il-fjaskett irid imbagħad jitqiegħed fil-banju ta' l-ilma kiesaħ (4.1) (minn 10 sa 15-il °C ghax-xorb spirituz bit-togħma ta' l-anisetta).

Iddistilla, billi kultant thawwad il-kontenut, sakemm il-livell tad-distillat ikun f'it millimetri taħt il-marka tal-kalibrazzjoni tal-fjaskett volumetriku ta' 200-ml.

Meta t-temperatura ta' dan id-distillat tkun tnizzlet sa qrib iż-0,5°C tat-temperatura oriġinali tal-likwidu, żid sal-marka bl-ilma ddistillat u hallat sewwa.

Dan id-distillat jintuża sabiex tiġi stabbilita l-qawwa alkolika skond il-volum (Appendiċi II)

Nota: Il-qawwa alkolika skond il-volum tax-xorb spirituz hija d-doppju tal-qawwa alkolika tad-distillat.

▼B

APPENDICI II: IL-KEJL TAD-DENSITÀ TAD-DISTILLAT

IL-METODU A: KIF TIĠI STABILITA L-QAWWA ALKOLIKA REALI SKOND IL-VOLUM TAX-XORB SPIRITUŻ - IMKEJJEL BIL-PIKNOMETRIJA**A.1. Il-prinċipju**

Il-qawwa alkolika skond il-volum tinkiseb mid-densità tad-distillat imkejla bil-piknometrija.

A.2. Ir-Reaġenti u l-Materjali

Matul l-analizi, għajr jekk iddikjarat xorta oħra, uża biss reaġenti ta' grad analitiku konossut u ilma ta' mill-inqas il-grad 3 kif iddefinit fl-3696:1987.

A.2.1. Is-soluzzjoni tal-klorur tas-sodju (2 % w/v)

Sabiex thejji litru 1, iżen 20 g tal-klorur tas-sodju u dewweb sa litru 1 bl-użu ta' l-ilma.

A.3. L-apparat u t-tagħmir

L-apparat tas-soltu tal-laboratorju u b'mod partikolari dan li ġej.

A.3.1. Miżien analitiku li kapaċi jaqra sa 0,1 mg.**A.3.2. Termometru, b'gonta tal-ħġieġ immattjat, ikkalibrat f'parti minn kull 10 ta' grad minn 10 sa 30 °C. Dan it-termometru għandu jkun iċċertifikat u vverifikat ma' termometru ċertifikat.****A.3.3. Piknometru tal-ħġieġ tal-Pyrex tal-kapaċità ta' 100 ml volum iffittjat b'termometru ta' ħġieġ immattjat li jista' jinqala (A.3.2). Il-piknometru għandu tubu fil-ġenb ta' 25 mm tul u 1 mm (massimu) fid-dijametru intern li jintemm b'gonta konikali mmattjata. Jistgħu jintużaw piknometri oħra kif deskritti fl-3507, p.e. ta' 50 ml jekk xieraq.****A.3.4. Fjaskett tat-tara ta' l-istess volum estern (sa qrib 1 ml) bħall-piknometru u b'massa daqs il-massa tal-piknometru mimli b'likwidu ta' densità 1,01 (is-soluzzjoni tal-klorur tas-sodju A.2.1).****A.3.5. Ġakketta izolata termalment li tiffittja eżatt il-korp tal-piknometru.**

Nota 1: Il-metodu sabiex jiġu stabbiliri d-densitajiet *in vacuo* ta' l-ispirti jitlob għall-użu ta' miżien b'żewġ kefef, piknometru u fjaskett tat-tara ta' l-istess volum estern fuq barra sabiex jikkancella l-effett ta' tal-galleġġjament ta' l-arja f'kull mument. Dan il-metodu sempliċi jista' jiġi applikat bl-użu ta' miżien b'keffa waħda sakemm il-fjaskett tat-tara jerga' jintiżen sabiex jiġu mmonitorjati l-bidliet fil-galleġġjament ta' l-arja matul il-hin.

A.4. Il-proċedura

Kummenti preliminari:

Il-proċedura li ġejja hija deskritta għall-użu ta' piknometru ta' 100-ml sabiex tiġi stabbilita l-qawwa alkolika; din tagħti l-akbar preċiżjoni. Madankollu, huwa possibbli li jintuża piknometru iżgħar, per eżempju ta' 50 ml.

A.4.1. Il-kalibrazzjoni tal-piknometru

Il-piknometru jiġi kkalibrat billi jiġu stabbiliti l-parametri li ġejjin:

— it-tara tal-piknometru battal,

— il-volum tal-piknometru f'temperatura ta' 20°C,

— il-massa tal-piknometru mimli bl-ilma f'temperatura ta' 20 °C,

▼B

A.4.1.1. Il-kalibrazzjoni bl-użu ta' mizien ta' keffa waħda:

Istabilixxi:

- il-massa tal-piknometru nadif u niexef (P),
- il-massa tal-piknometru mimli bl-ilma f'temperatura ta' t °C (P1),
- il-massa tal-fjaskett tat-tara (T0).

A.4.1.1.1. Iżen il-piknometru nadif u niexef (P),

A.4.1.1.2. Imla l-piknometru b'attenzjoni bl-ilma ddistillat f'temperatura ambjentali u iffittja t-termometru.

Ixxotta b'attenzjoni l-piknometru u qiegħdu fil-ġakketa iżolata termalment. Hawwad billi taqleb il-kontenitur rasu 'l isfel sakemm il-qari tat-temperatura tat-termometru jkun kostanti.

Iffissa l-piknometru livell max-xifer ta' fuq tat-tubu tal-ġenb. Aqra t-temperatura t °C b'attenzjoni u fejn meħtieġ ikkorreġi għal xi inezattezzi fl-iskala tat-temperatura.

Iżen il-piknometru mimli bl-ilma (P1).

A.4.1.1.3. Iżen il-fjaskett tat-tara (T0).

A.4.1.1.4. Il-kalkolu

— It-tara tal-piknometru battal = P - m

fejn il-m hija l-massa ta' l-arja fil-piknometru.

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

Nota 2: Iż-0,0012 hija d-densità ta' l-arja niexfa f'temperatura ta' 20 °C bi pressa ta' 760 mm Hg

— Il-volum tal-piknometru f'temperatura ta' 20°C:

$\hat{C}_{20^{\circ}\text{C}} = [P1 - (P - m)] \times F_v,1$

fejn il-F_t hija l-fattur għat-temperatura t °C meħuda mit-Tabella I tal-Kapitolu I "Id-Densità u l-gravità speċifika ta' l-Anness mar-Regolament (KEE) Nru 2676/90 (p. 10)."

Il-V_{20°C} għandha tkun magħrufa sa l-eqreb 0,001 ml.

— Il-massa ta' l-ilma fil-piknometru f'temperatura ta' 20 °C:

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

hija d-densità ta' l-ilma f'temperatura ta' 20°C.

Nota 3: Meta meħtieġ, jista' jintuża l-valur 0,99715 tad-densità fl-arja u l-qawwa alkolika tiġi kalkolata b'riferiment għad-densità li tikkorrispondi fit-tabelli tal-*HM Customs and Excise* fl-arja.

A.4.1.2. Il-metodu tal-kalibrazzjoni bl-użu ta' mizien ta' żewġ keffef

A.4.1.2.1. Qiegħed il-fjaskett tat-tara fil-keffa tax-xellug u l-piknometru nadif u niexef bit-tapp tiegħu tal-ġbir fil-keffa tal-lemin. Ibbilanċjhom billi tqiegħed piżijiet fuq in-naha tal-piknometru: ta' p grammi.

▼B

A.4.1.2.2. Imla l-piknometru b'attenzjoni bl-ilma distillat f'temperatura ambjentali u f'fittja t-termometru; ixxotta sewwa l-piknometru u qiegħdu fil-gakketta iżolata termalment; hawwad billi taqleb rasu 'l isfel il-kontenitur sakemm il-qari tat-temperatura tat-termometru jkun kostanti.

Aġġusta bil-preċiż il-piknometru livell max-xifer ta' fuq tat-tubu tal-ġenb. Naddaf it-tubu tal-ġenb, iffittja t-tapp tal-ġbir; aqra t-temperatura t °C b'attenzjoni u meta mehtiegħ ikkorreġi għalkull inezattezza fl-iskala tat-temperatura.

Iżen il-piknometru mimli bl-ilma, bil-p' ikun il-piż fi grammi li jwassal għall-ekwilibriju.

A.4.1.2.3. Il-kalkolu

— It-tara tal-piknometru battal = p + m

fejn il-m hija l-massa ta' l-arja fil-piknometru.

il-m = 0,0012 x (p - p')

— Il-volum tal-piknometru f'temperatura ta' 20 °C:

$$\dot{C}_{20^{\circ}\text{C}} = (P + m - p') \times F_v,1$$

fejn il-F_t hija l-fattur għat-temperatura t °C mehuda mit-Tabella I tal-Kapitolu 1 "Id-Densità u l-Gravità speċifika" ta' l-Anness mar-Regolament (KEE) Nru 2676/90 (p. 10).

Il-V_{20 °C} trid tkun magħrufa sa l-eqreb 0,001 ml.

— Il-massa ta' l-ilma fil-piknometru f'temperatura ta' 20°C:

$$M_{20^{\circ}\text{C}} = V_{20^{\circ}\text{C}} M$$

fejn iż-0,998203 hija d-densità ta' l-ilma f'temperatura ta' 20°C.

A.4.2. Kif tiġi stabbilita l-qawwa alkalika tal-kampjun tat-test

A.4.2.1. A.4.2.1. Bl-użu ta' miżien ta' keffa wahha:

A.4.2.1.1. A.4.2.1.1. Iżen il-fjaskett tat-tara, piż T1.

A.4.2.1.2. Iżen il-piknometru bid-distillat imhejji (ara l-Appendiċi I), il-P2 huwa l-piż tiegħu f'temperatura t °C.

A.4.2.1.3. Il-Kalkolu

— dT = T1 - T0

— Il-'-' huwa l-massa tal-piknometru battal fil-mumnet tal-kejl

= P - m + dT

— Il-massa tal-likwidu fil-piknometru f'temperatura ta' t °C

= P2 - (P - m + dT)

— Id-densità f'temperatura ta' t °C fi g/ml

— P_t = [P2 - (P - m + dT)] / V_{20°C}

— Esprimi d-densità f'temperatura ta' t °C f'kilogrammi għal kull m³ billi timmoltiplika ñ_t °C b'1 000, bil-valur ikun magħruf bhala l-_t.

— Ikkorreġi l-_t sa 20 bl-użu tat-tabella tad-densitajiet T għal tahlita ta' ilma ma' l-alkohol (it-Tabella II ta' l-Appendiċi II tal-manwal ta' l-OIV tal-metodi ta' analiżi (1994), pp. 17-29).

▼B

Fit-tabella sib il-linja orizzontali li tikkorrispondi mat-temperatura T fi gradi shah minnufih taht it- t °C, bl-izgħar densità 'l fuq mill- τ . Uża d-differenza fit-tabella li tinsab taht din id-densità sabiex tikkalkola d-densità ta' t ta' l-ispirtu f'din it-temperatura T fi gradi shah.

Billi tuża l-linja shiha tat-temperatura, ikkalkola d-differenza bejn id-densità \tilde{n} fit-tabella immedjament 'il fuq mill- \tilde{n}_t u d-densità kkalkolata \tilde{n}_t .

- Iddividi din id-differenza bid-differenza fit-tabella misjuba fuq il-lemin tad-densità \tilde{n} . L-Il-kwozjent jipprovdli l-porzjon deċimali tal-qawwa alkalika filwaqt li n-numru shih tal-qawwa alkalika jinsab fil-quċcata tal-kolonna li fiha tinsab id-densità \tilde{n} (D_t , il-qawwa alkalika).

Nota 4: Alternattivament zomm il-piknometru fil-banju ta' l-ilma miżmum f'temperatura ta' 20°C (+/- 0,2°C) meta timla sal-marka.

A.4.2.1.4. Ir-riżultat

Billi tuża d-densità \tilde{n}_{20} ikkalkola l-qawwa alkalika reali bl-użu tat-tabelli tal-qawwa alkalika identifikati hawn taht:

It-tabella li tagħti l-valur tal-qawwa alkalika skond il-volum (% vol) f'temperatura ta' 20 °C bhala funzjoni tad-densità f'temperatura ta' 20 °C tat-tahlitiet ta' l-ilma ma' l-alkol hija t-tabella internazzjonali adottata mill-Organizzazzjoni Internazzjonali tal-Metrologija Legali fir-Rakkommandazzjoni tagħha Nru 22.

A.4.2.2. Il-metodu bl-użu ta' mizien ta' keffa wahha:

A.4.2.2.1. Iżen il-piknometru bid-distillat imhejji (Ara t-Ttaqsima I), il-p" hija l-massa f'temperatura ta' t °C.

A.4.2.2.2. Il-Kalkolu

- Il-massa tal-likwidu fil-piknometru f'temperatura ta' t °C

$$= p + m - p$$

- Id-densità f'temperatura ta' t °C fi g/ml

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

- Esprimi d-densità f'temperatura ta' t °C f'kilogrammi għal kull m³ u wettaq il-korrezzjoni tat-temperatura biex tikkalkola l-qawwa alkalika f'temperatura ta' 20 °C, kif indikat hawn fuq għall-użu tal-mizien b'keffa wahda.

A.5. **Il-karatteristiċi tal-metodu tat-twettiq tax-xogħol (il-precizjoni)**

A.5.1. Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju

L-informazzjoni li ġejja għet miksuba minn studju tat-twettiq tax-xogħol ta' metodu internazzjonali imwettaq skond roċeduri miftiehma internazzjonalment għal għ2h.

Is-Sena tat-test interlaboratorju	1997
In-Numru tal-laboratorji	20
In-Numru tal-kampjuni	6

▼B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E	F
In-Numru tal-laboratorjimiżmuma waral-eliminazzjoni ta' dawkli qeghdin 'il barra	19	20	17	19	19	17
In-Numru ta' dawkl li kienu'il barra (laboratorji)	1	-	2	1	1	3
In-Numru tar-riżultatiaċċettati	38	40	34	38	38	34
Il-Valur medju (\bar{x}) % vol	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51(*)			42,93(*)	45,73(*)	63,03(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija(r) % vol	0,106	0,176	0,72	0,103	0,171	0,190
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċità tat-tennija (r) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija () f% vol	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g) % vol	0,132	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Id-Devjazzjoni relattiva tar-riproduċibbiltà(g) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà() f% vol	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

It-Tipi tal-kampjuni

- A. Il-Likuri tal-Frott: livell maqsum (*)
 B. Il-Brandy: duplikati ghomja
 Ċ. Il-Whisky: duplikati ghomja
 D. Il-Grappa: livell maqsum (*)
 E. L-Aquavit: livell maqsum (*)
 F. Ir-Rum: livell maqsum (*)

IL-METODU B: KIF TIĠI STABILITA L-QAWWA ALKOLIKA REALI SKOND IL-VOLUM TAX-XORB SPIRITUŻ IMKEJJEL BID-DENSIMETRIJA ELETTRONIKA (IBBAŻATA FUQ L-OXXILLAZZJONI TA' FREKWENZA REŻONANTI TA' KAMPJUN F'CELLOLA TA' L-OXXILLAZZJONI)

B.1. Il-prinċipju

Id-densità tal-likwidu tiġi stabbilita bil-kejl elettroniku ta' l-oxxillazzjoni ta' tubu-U li jivvibra. Sabiex jitwettag dan il-kejl, il-kampjun jiġi miżjud ma' sistema li toxxilla, li l-frekwenza speċifika ta' oxxillazzjoni tagħha tiġi hekk immodifikata bil-massa miżjuda.

B.2. Ir-Reaġenti u l-Materjali

Matul l-analiżi, għajr jekk iddikjarat xorta oħra, uża biss ir- reaġenti ta' grad analitiku kkonossut u ilma ta' mill-inqas il-grad ta' 3 kif iddefinit fl-ISO 3696:1987.

B.2.1. L-Aċetone ► **C2** (CAS 666-52-4) ◀t jew l-alkol assolut

B.2.2. Arja niexfa.

B.3. L-apparat u t-tagħmir

L-apparat tas-soltu tal-laboratorju u b'mod partikolari dan li ġej:

B.3.1. Densimetru b'wirja diġitali

Densimetru elettroniku biex jitwettag dawn il-miżuri irid ikun kapaċi jesprimi d-densità fi g/ml sa 5 hames postijiet decimali.

▼ B

Nota 1: Id-densimetru għandu jitqiegħed fuq stand perfettament stabbli li jkun iżolat mill-vibrazzjonijiet kollha.

B.3.2. Ir-regolazzjoni tat-temperatura

It-twerttiq tax-xogħol tad-densimetru huwa validu biss jekk iċ-ċellola tal-kejl tiġi mgħaqda ma' regolatur tat-temperatura mibni minn ġewwa li jista' jikseb l-istess stabbilita tat-temperatura ta' +/- 0,02 °C jew ahjar.

Nota 2: Is-settjar preċiż u l-monitoraġġ tat-temperatura fiċ-ċellola tal-kejl huma importanti ħafna, għaliex żball ta' 0,1°C jista' jwassal għalvarjazzjoni fid-densità fl-ordni ta' 0,1 kg/m³.

B.3.3. Is-siringi ta' l-njezzjoni tal-kampjun jew l-apparat tat-teħid tal-kampjuni minnu nnifsu.

B.4. **Il-proċedura**

B.4.1. Il-kalibrizzjoni tad-densimetru

L-apparat irid jiġi kalibrat skond l-istruzzjonijiet tal-fabbrikant ta' l-istrument meta jintuza għall-ewwel darba. Irid jiġi kalibrat mill-gdid regolament u vverifikat ma' standard tar-riferiment attestat jew soluzzjoni interna tar-riferiment ta' laboratorju msejsa fuq standard tar-riferiment attestat.

B.4.2. Kif tiġi stabbilita d-densità tal-kampjun

B.4.2.1. Jekk meħtieġ qabel il-kejl, naddaf u nixxef iċ-ċellola bl-aċetone jew bl-alkol assolut u l-arja niexfa. Lahlah iċ-ċellola bil-kampjun.

B.4.2.2. Injetta l-kampjun fiċ-ċellola (bl-użu ta' siringa jew l-istrument li jiehu l-kampjuni minnu nnifsu) hekk illi iċ-ċella timtela kollha. Matul l-operazzjoni tal-mili, kun ċert illi l-bzieċaq kollha tal-arja jiġu eliminati kompletament. Il-kampjun irid ikun omoġenju u ma jrid ikun fih l-ebda partikola solida. Kull materjal sospiż għandu jitneħħa b'filtrazzjoni qabel l-analiżi.

B.4.2.3. Malli l-qari jkun ġie stabbilizzat, irreġistra d-densità \bar{n}_{20} jew il-qawwa alkolika murija mid-densimetru.

B.4.3. Ir-riżultat

Meta tintuza d-densità \bar{n}_{20} , ikkalkola s-sahħa reali alkolika bl-użu tat-tabelli tal-qawwa alkolika indikati hawn taht:

It-tabella li tagħti l-valur tal-qawwa alkolika skond il-volum (% vol) f'temperatura ta' 20 °C bħala funzjoni tad-densità f'temperatura ta' 20 °C tat-tahlita ta' l-ilma u l-alkol hija t-tabella internazzjonali adottata mill-Organizzazzjoni Internazzjonali tal-Metrologija Legali fir-Rakkomandazzjoni tagħha Nru 22.

B.5. **Il-karatteristiċi tal-metodu tat-twerttiq tax-xogħol (il-preċiżjoni)**

B.5.1. Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju

L-informazzjoni li ġejja giet miksuba minn studju dwar it-twerttiq tax-xogħol ta' metodu internazzjonali imwettaq skond il-proċeduri ġ1h ġ2 ħmiftiehma internazzjonalment.

Is-sena tat-test interlaboratorju	1997
In-Numri tal-laboratorji	16
In-Numru tal-kampjuni	6

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E	F
In-Numru tal-laboratorji Miżmuma wara l-elimin-Azzjoni ta' dawk li qegħdin'il barra	11	13	15	16	14	13
In-Numru ta' dawk li kienu'l barra (laboratorji)	2	3	1	-	1	2

▼B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E	F
In-Numru tar-riżultatiacċettati	22	26	30	32	28	26
Il-Valur medju (\bar{x}) % vol	23,81	40,12	440,35	39,27	42,39	56,99
	26,52(*)			43,10(*)	45,91(*)	63,31(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċita tat-tennija (r)% vol	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċita tat-tennija (g) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Il-Limitu tal-kapaċita tat-tennija () % vol	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (p) % vol	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Id-Devjazzjoni standardrelattiva tar-riproduċibbiltà(g) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà() % vol	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

It-Tiġi tal-kampjuni

- A. Il-Likur tal-Frott: livell maqsum (*)
 B. Il-*Brandy*: duplikati għomja
 Ċ. Il-*Whisky*: duplikati għomja
 D. Il-*Grappa*: livell maqsum (*)
 E. L-*Aquavit*: livell maqsum (*)
 F. Ir-Rum: livell maqsum (*)

IL-METODU Ċ: KIF TIĠI STABBILITA L-QAWWA ALKOLIKA REALI SKOND IL-VOLUM TAX-XORB SPIRITUÆ - IL-KEJL BID-DENSIMETRU LI JUÆA L-MIÆIEN IDROSTATIKU

Ċ.1 Il-prinċipju

Il-qawwa alkolika ta' l-ispirti tista' titkejjel bid-densimetrija bl-użu ta' mizien idrostatiku msejjes fuq il-prinċipju ta' Arkimede fejn meta oġġetti jitghaddas f'likwidu jirċievi tefgħa 'l fuq mill-likwidu egwali għall-piż tal-likwidu li jkun inthad postu.

Ċ.2 Ir-Reaġenti u l-Materjali

Matul l-analiżi, sakemm għajr fejn iddikjarat xorta oħra, uża biss ir-reagenti ta' grad analitiku kkonossut u l-ilma ta' mill-inqas il-grad ta' 3 kif iddefinit fl-ISO 3696:1987.

Ċ.2.1 Is-soluzzjoni tat-tindif tal-galleġġjan (l-idrossidu tas-sodju, 30 % w/v)

Sabiex thejji 100 ml, iżen 30 g ta' l-idrossidu tas-sodju u žid sal-volum bl-użu ta' 96 % ta' l-etanol skond il-volum.

Ċ.3 L-apparat u t-tagħmir

Apparat tas-soltu tal-laboratorju u b'mod partikolari dan li ġej:

Ċ.3.1 Il-mizien idrostatiku ta' keffa waħda b'sensività ta' 1 mg.

Ċ.3.2 Galleġġjant b'volum ta' mill-inqas 20 ml, addattat b'mod speċjali għall-mizien, sospiż b'ħajta ta' dijametru li ma jaqbix iż-0,1 mm.

Ċ.3.3 Cilindru tal-kejl li jkollu marka tal-livell. Il-galleġġjant irid ikun kapaċi li jiġi kontenut kollu kemm hu fil-volum taċ-ċilindru lokat 'l isfel mill-marka; il-wiċċ tal-likwidu jista' jiġi minfud biss bil-ħajta tas-sostenn. Iċ-ċilindru tal-kejl irid ikollu dijametru intern ta' mill-inqas 6 mm akbar minn dak tal-galleġġjant.

▼B

Ċ.3.4. Termometru (jew sonda li tkejjel it-temperatura) ggradati fi gradi u ghexur ta' grad minn 10 sa 40°C, ikkalibrati għal sa 0,05°C.

Ċ.3.5. Piżijiet, ikkalibrati minn korp ikkonnoxxut tač-čertifikazzjoni.

Nota 1: L-użu ta' miżien b'żewġ keffef huwa possibbli wkoll; il-prinčipju huwa deskritt fil-Kapitolu 1 "Id-Densità u l-gravità spečifika" ta' l-Anness mar-Regolament (KEE) Nru 2676/90 (p. 7).

Ċ.4. Il-Pročedura

Il-galleġġjant u ċ-čilindru tal-kejl iridu jiġu mnaddfa bejn kull kejl bl-ilma distillat, imnixxef b'karta ratba tal-laboratorju li ma xxerridx fibri u mlaħalha bis-soluzzjoni li d-densità tagħha trid tiġi stabbilita. Il-kejljiet iridu jsiru malli l-apparat ikun laħaq l-istabbiltà sabiex jiġi ristrett it-telf tal-alkol bl-evaporazzjoni.

Ċ.4.1. Il-kalibrazzjoni tal-miżien

Għalkemm l-imwiežen is-soltu jkolljom sistema ta' kalibrazzjoni interna, il-miżien idrostatiku jrid ikun kapaci li jikkalibra b'piżijiet iččekkjati minn korp uffičjali tač-čertifikazzjoni.

Ċ.4.2. Il-kalibrazzjoni tal-galleġġjant

Ċ.4.2.1. Imla ċ-čilindru tal-kejl sal-marka bl-ilma ddistillat doppjament (jew b'ilma ta' safa ekwivalenti, p.e. ilma mmikroffiltrat b'konduktività ta' 18,2 MŪ/cm) f'temperatura ta' bejn il-15 u l-25 °C iżda preferibilment f'temperatura ta' 20 °C.

Ċ.4.2.2. Ghaddas il-galleġġjant u t-termometru, hawwad, aqra d-densità tal-likwidu mill-apparat u, jekk meħtieġ, ikkorreġi l-qari sabiex ikun egwali għal dak ta' l-ilma fit-temperatura tal-kejl.

Ċ.4.3. Il-kontroll bl-użu ta' tahlita ta' ilma u alkol

Ċ.4.3.1. Imla ċ-čilindru tal-kejl sal-marka b'tahlita ta' ilma u alkol ta' qawwa magħrufa f'temperatura ta' bejn il-15 u l-25°C iżda preferibilment f'temperatura ta' 20°C.

Ċ.4.3.2. Ghaddas il-galleġġjant u t-termometru, hawwad, aqra d-densità tal-likwidu (jew il-qawwa alkolika jekk dan ikun possibbli) mill-apparat. Il-qawwa alkolika hekk stabbilita għandha tkun egwali għall-qawwa alkololika stabbilita qabel.

Nota 2: Din is-soluzzjoni ta' qawwa alkolika magħrufa tista' tintuża wkoll sabiex jiġi kkalibrat il-galleġġjant minflok l-ilma distillat doppjament.

Ċ.4.4. Il-kejl tad-densità ta' distillat (jew tal-qawwa alkolika tiegħu jekk l-apparat jippermetti)

Ċ.4.4.1. Ferragħ il-kampjun tat-test fič-čilindru tal-kejl sal-marka tal-gradazzjoni.

Ċ.4.4.2. Ghaddas il-allegġjant u t-termometru, hawwad, aqra d-densità tal-likwidu (jew il-qawwa alkolika jekk dan ikun possibbli) mill-apparat. Innota d-densità jekk it-temperatura tiġi mkejla f'temperatura ta' t_i °C (\bar{n}_i).

Ċ.4.4.3. Ikkoreġi l- \bar{n}_i sa l-20 bl-użu tat-tabella tad-densitajiet \bar{n}_T għat-tahlitiet ta' l-ilma u l-alkol (it-Tabella II ta' l-Anness II fil-Manwal tal-metodi ta' l-analizi ta' l-OIV (1994), pp. 17-29).

Ċ.4.5. It-tindif tal-galleġġjant u ċ-čilindru tal-kejl

Ċ.4.5.1. Ghaddas il-galleġġjant fis-soluzzjoni tat-tindif tal-galleġġjant fič-čilindru tal-kejl.

▼B

Ċ.4.5.2. Halli jixxarrab għal siegħa waqt li ddawwar il-galleġġjant kultant.

Ċ.4.5.3. Lahlah b'ammonti abbondanti ta' l-ilma tal-vit segwit bl-ilma ddistillat.

Ċ.4.5.4. Nixxef b'karta tal-laboratorju ratba li ma xxerridx fibri.

Wettaq din il-proċedura meta l-galleġġjant l-ewwel jintuża u wara jintuża regolarment kif mehtieg.

Ċ.4.6. Ir-riżultat

Bl-użu tad-densità \bar{n}_{20} ikkalkola l-qawwa alkolika reali bl-użu tat-tabelli tal-qawwa alkolika indentifikati hawn taht.

It-tabella li tagħti l-valur tal-qawwa alkolika skond il-volum (% vol) f'temperatura ta' 20°C bhala funzjoni tad-densità f'temperatura ta' 20°C tat-tahlitiet ta' l-ilma u l-alkol hija t-tabella internazzjonali addottata mill-Organizzazzjoni Internazzjonali tal-Metrologija Legali fir-Rakkomandazzjoni tagħha Nru 22.

Ċ.5. Il-karatteristiċi tat-twettiq tax-xogħol tal-metodu (il-precizjoni)

Ċ.5.1. Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju

L-informazzjoni li ġejja inkisbet minn studju dwar it-twettiq tax-xogħol ta' metodu internazzjonali imwettaq skond il-proċeduri ġ1h ġ2h miftiehma internazzjonalment.

tat-test interlaboratorju	1997
In-numru tal-laboratorji	12
In-numru tal-kampjuni	6

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E	F
In-Numru tal-laboratorjimiżmuma wara l-eliminazzjonita' dawk li qegħfin 'il barra	12	10	11	12	11	9
In-Numru ta' dawn li kienu'il barra (laboratorji)	-	2	1	-	1	2
In-Numru ta' riżultati aċċettati	24	20	22	24	22	18
Il-Valur medju (\bar{x}) % vol	23,00	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,31(*)			43,09(*)	45,89(*)	63,44(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-Tennija(Sr) % vol	0,048	0,065	0,042	0 099	0,094	0,016
Id-Devjazzjoni standardrelattiva tal-kapaċità(r) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Il-Limitu ta' l-abbiltat-tennija () g/l	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g) % vol	0,060	0,070,	073	0,118	0,103	0,125
Id-Devjazzjoni relattiva tar-riproduċibbiltà (g) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà () % vol	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

It-Tipi tal-kampjuni

A. Il-Likur tal-frott: livell maqsum (*).

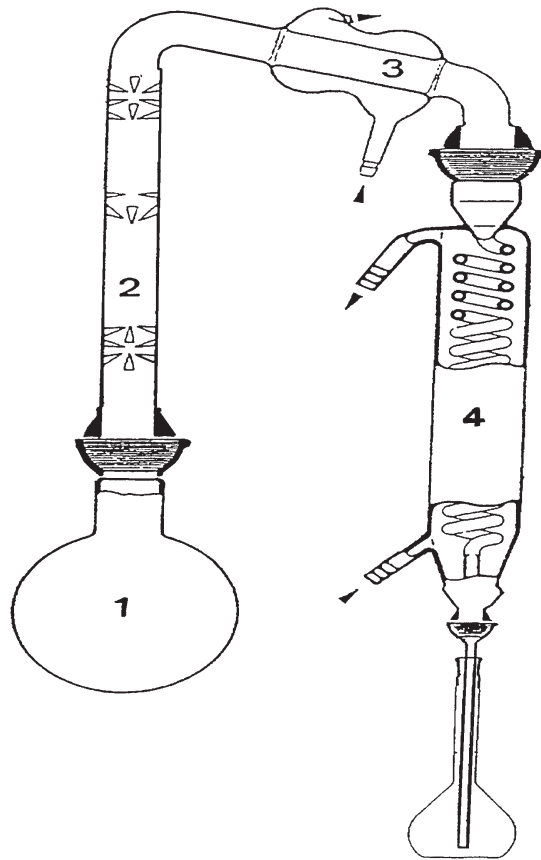
B. Il-Brandy: duplikati għomja.

Ċ. Il-Whiskey: duplikati għomja.

D. Il-Grappa: livell maqsum (*).

E. L-Aquavit: livell maqsum (*).

F. Ir-Rum: livell maqsum (*).

▼B

Is-sena

1. Il-fjaskett ta' litru 1 bil-qiegħ ittundjat b'gonta ta' ħġieġ immattjat standardizzat,
2. Il-kolonna ta' rettifikazzjoni Vigreux ta' 20 ċm.
3. Il-kondensatur West bix-xifer dritt ta' 10-ċm.
4. Il-kojlatura tat-tkessiħ ta' 40 ċm tul,



II. KIF JIĠI STABILIT L-ESTRATT TOTALI NIEXF TAX-XORB SPIRITUŻ BIL-GRAVIMETRIJA

1. L-iskop

Ir-Regolament (KEE) Nru 1576/89 jipprovdi dan il-metodi biss għall-aquavit li l-estratt niexef tiegħu huwa limitat għal 15-il g/l.

2. Ir-Referenzi Normattivi

L-ISO 3696:1987: L-ilma għall-użu fil-laboratorju analitiku - L-ispeċifikazzjonijiet u l-metodi tat-testijiet.

3. Id-definizzjoni

L-estratt totali niexef jew il-materjal totali niexef jinkludu l-materjal kollu li mhux volatili taht kondizzjonijiet fiżiċi speċifikati.

4. Il-prinċipju

L-użin tal-fdal imholli mill-evaporazzjoni ta' l-ispritu fuq banju ta' l-ilma jagħli u mnixxef f'forn tat-tnixxif.

5. L-Apparat u t-Tagħmir

5.1. Dixx ċilindriku ta' l-evaporazzjoni bil-qiegh ċatt ta' 55 mm fid-dijametru.

5.2. Banju ta' l-ilma jagħli.

5.3. Pipetta ta' 25 ml, tal-klassi A.

5.4. Forn tat-tnixxif.

5.5. Desikkatur.

5.6. Miżien analitiku preċiż sa 0,1 mg.

6. It-tehid tal-kampjuni u l-kampjuni

Il-kampjuni jinħażnu f'temperatura tal-kamra qabel l-analizi.

7. Il-proċedura

7.1. Pipetta ta' 25 ml ta' l-ispiritu li jkun fiha inqas minn 15-il g/l ta' materjal niexef f'dixx ċilindriku ta' l-evaporazzjoni bil-qiegh ċatt ta' dijametru ta' 55 mm li jkun intizen minn qabel. Matul l-ewwel siegħa ta' l-evaporazzjoni d-dixx ta' l-evaporazzjoni jitqiegħed fuq il-ghatu ta' banju ta' l-ilma jagħli biex il-likwidu ma jagħlix, billi dan jista' jwassal għat-telf bit-titjir. Halli għal siegħa ohra f'kontatt dirett mal-fwar tal-banju ta' l-ilma jagħli.

7.2. Ikkompleta t-tnixxif billi tqiegħed id-dixx ta' l-evaporazzjoni f'forn tat-tnixxif f'temperatura ta' $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ għal sagħtejn. Halli d-dixx ta' l-evaporazzjoni jksah f'desikkatur u izen id-dixx ta' l-evaporazzjoni bil-kontenut tiegħu.

8. Il-kalkolu

Il-massa tal-fdal immoltoplikata b'40 hija egwali għall-estratt niexef li jkun jinsab fl-ispiritu u jrid jiġi espress f'g/l sa post wieħed deċimali.

9. Il-karatteristiċi tat-twettiq tax-xogħol tal-metodu (il-preċiżjoni)

9.1. Ir-rizultati statistiċi tat-test interlaboratorju

L-informazzjoni li ġejja giet miksuba minn studju ta' metodu internazzjonali tat-twettiq tax-xogħol imwettaq skond il-proċeduri miftiehma internazzjonalment g'1h g'2h. Is-Sena tat-test

interlaboratorju	1997
In-Numru tal-laboatorji	10
In-Numru tal-kampjuni	4

▼ B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D
In-Numru tal-laboratorjimiżmuma wara l-eliminazzjoni ta' dawk liqeghdin 'il barra	9	9	9	9
In-Numru ta' dawk li jkunu'il barra	1	1	2	-
In-Numru tar-riżultatiaċċettati	18	18	16	18
Il-Valur medju (\bar{x}) g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija(r) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija(r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija () g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (p)	0,148	0,451	0,039	0,200
Id-Devjazzjoni relattiva tar-riproduċibbiltà (g) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà () g/l	0,4	1,3	0,2	0,6

It-tipi tal-kampjuni:

- A. Il-: duplikati ghomja
- B. Ir-Rum: livelli maqsuma
- C. Il-Grappa: livelli maqsuma
- D. L-: livelli maqsuma



III. KIF JIĠU STABILITI S-SUSTANZI VOLATILI U L-METANOL FIX-XORB SPIRITUŻ

III.1. KUMMENTI ĠENERALI

1. Id-definizzjoni

It-tifsiriet Ir-Regolament (KEE) Nru 1576/89 jiffissa l-limiti minimi tal-komposti volatili għajr għall-etanol u l-metanol għal serje ta' xorb spirituz (ir-rum, l-ispirti ta' oriġini vitikulturali, l-ispirti tal-frott, eċċ.). Għal din is-serje ta' xorb biss, dawn il-livelli huma kkunsidrati b'mod konvenzjonali li huma ekwivalenti għas-somma tal-konċentrati ta':

1. l-aċidi volatili espressi f'aċidu aċetiku;
2. l-aldeidi espressi bħala etanal bis-somma ta' l-etanal (l-aċetaldeid) u l-frazzjoni ta' l-etanal li tkun fil-1,1-dietossietan (l-aċetal);
3. il-propan-1-ol, il-butan-1-ol, il-butan-2-ol, it-2-metilpropan-1-ol, assaġġjatt minn alkol individwali u t-2-metilbutan-1-ol, u t-3-metilbutan-1-ol assaġġjati bħala alkol individwali jew is-somma tat-tnejn;
4. l-etil aċetat.

Dawn li ġejjin huma miżuri konvenzjonali għall-kejl tal-komposti volatili:

— l-aċidi volatili permezz ta' l-aċidità volatili,

— l-aldeidi (l-etanal u l-aċetal), l-etil aċetat u l-alkol permezz tal-kromatografija bil-gass (*GPC*).

2. L-analizi tal-kromatografija bil-gass tal-komposti volatili

L-assaġġi kromatografiċi bil-gass tal-komposti volatili għajr għal dawk iddikjarati hawn fuq jistgħu jkunu partikolarment interessanti bħala mezz sabiex jiġu stabbiliti kemm l-oriġini tal-materja prima wzata fid-distillazzjoni u l-kondizzjonijiet attwali tad-distillazzjoni.

Uħud mill-ispirti jkun fihom komponenti volatili oħra, bħalma huma l-komposti aromatiċi, li huma karatteristiċi tal-materja prima wzata għalbiex jinkisbu l-alkol, l-aroma tax-xorb spirituz u l-fatturi speċjali għat-tnejn ta' l-ispirtu. Dawn il-komposti huma importanti għall-valutazzjoni tal-ħtiġiet iddikjarati fir-Regolament (KEE) Nru 1576/89.

III.2. KIF JIĠU STABILITI L-KONĠENERI VOLATILI BIL-KROMATOGRAFIJA BIL-GASS: L-ALDEIDI, L-ALKOLI OGĤLA, L-ETIL AĊETAT U L-METANOL

1. L-iskop

Dan il-metodu huwa addattat għall-użu sabiex jiġi stabbiliti l-1,1-dietossietan (aċetal), it-2-metilbutan-1-ol (l-alkol amil attiv), it-3-metilbutan-1-ol (l-alkol isoamil), il-metanol (il-metil alkol), l-etil etanoate (l-etil aċetat), il-butan-1-ol (l-n-butanol), il-butan-2-ol (is-sek-butanol), it-2-metilpropan-1-ol (l-alkol isobutil), il-propan-1-ol (l-n-propanol) u l-etanal (l-aċetaldeid) fix-xorb spirituz li juża l-kromatografija bil-gass. Il-metodu juża standard intern, per eżempju l-pentan-3-ol. Il-konċentrazzjonijiet ta' l-analiti huma espressi fi grammi għal kull 100 litru ta' alkol assolut; il-qawwa alkolika tal-prodott trid tiġi stabbilita qabel l-analizi. Ix-xorb spirituz li jista' jiġi analizzat bl-użu ta' dan il-metodu jinkludi l-whisky, il-brandý, ir-rum, l-ispirtu ta' l-inbid, l-ispirtu tal-frott jew l-ispirtu tal-ġheneb marc.

2. Ir-Referenzi Normattivi

L-ISO 3696:1987: L-ilma għall-użu analitiku fil-laboratorju - L-ispeċifikazzjonijiet u l-metodi tat-testijiet.

▼ B**3. Id-definizzjoni**

Il-kongeneri huma sustanzi volatili fformati flimkien ma' l-etanol waqt il-fermentazzjoni, id-distillazzjoni u l-maturazzjoni tax-xorb spirituz.

4. Il-prinċipju

Il-kongeneri fix-xorb spirituz jiġu stabbiliti bl-injezzjoni diretta tax-xorb spirituz, jew tax-xorb spirituz dilwit kif approprijat, f'sistema ta' kromatografija bil-gass (GC). Il-kongeneri jiġu mifruda bil-programmazzjoni tat-temperatura fuq kolonna addattata u jinkixfu bl-użu ta' apparat tal-kxif bil-fjamma għall-jonizzazzjoni (FID). Il-koncentrazzjoni ta' kull kongeneru tiġi stabbilita rigward l-*istandard* intern mill-fatturi tar-rispons, li jiġu miksuba matul il-kalibrizzjoni taht l-istess kondizzjonijiet kromatografiċi bħal dawk ta' l-analizi tax-xorb spirituz.

5. Ir-Reaġenti u l-Materjali

Għajr jekk iddikjarat xorta oħra, uża biss reaġenti ta' safa aktar minn 97 %, mixtrija minn għand provveditur akkreditat ta' l-ISO b'ċertifikat tas-safa, hielsa minn kongeneri oħra fid-dilwit tat-test (dan jista' jiġi kkonfermat bl-injezzjoni ta' standards individwali tal-kongeneri fid-dilwita tat-test bl-użu tal-kondizzjonijiet tal-GC bħal fis-6.4) u l-ilma biss ta' mill-inqas il-grad ta' 3 kif iddefinit fl-ISO 3696. L-aċetal u l-aċetaldeid għandhom jinħażnu fid-dlam f'temperatura ta' < 5°C, ir-reagenti l-oħra jistgħu jinħażnu f'temperatura tal-kamra.

- 5.1. L-etanol assolut ► **C2** (CAS 64-17-5) ◀.
- 5.2. Il-metanol ► **C2** (CAS 67-56-1) ◀.
- 5.3. Il-propan-1-ol ► **C2** (CAS 71-23-8) ◀.
- 5.4. ► **C1** It-2-metilpropan-1-ol (CAS 78-83-1). ◀

▼ C2

- 5.5. L-istandards interni aċċettabbli: il-pentan-3-ol (CAS 584-02-1), il-pentan-1-ol (CAS 71-41-0), il-4- metilpentan-1-ol (CAS 626-89-1) jew il-metil nonanoat (CAS 1731-84-6).

▼ B

- 5.6. It-2-metilbutan-1-ol ► **C2** (CAS 137-32-6) ◀.
- 5.7. It-3-metilbutan-1-ol ► **C2** (CAS 123-51-3) ◀.
- 5.8. L-etil aċetat ► **C2** (CAS 141-78-6) ◀.
- 5.9. Il-butan-1-ol ► **C2** (CAS 71-36-3) ◀.
- 5.10. Il-butan-2-ol ► **C2** (CAS 78-92-2) ◀.
- 5.11. L-aċetaldeid ► **C2** (CAS 75-07-0) ◀.
- 5.12. L-aċetal ► **C2** (CAS 105-57-7) ◀.
- 5.13. L-40 % v/v soluzzjoni ta' l-etanol

Sabiex thejji 400 ml/l soluzzjoni ta' l-etanol ferragħ 400 ml etanol (5.1) fi fjaskett volumetrik ta' litru 1, žid sal-volum bl-ilma ddistillat u hallat.

▼ M3**▼ C3**

- 5.13a. Għall-alkohol etiliku ta' oriġini agrikola biss, etanol assolut (CAS 64-17-5).

▼ B

- 5.14. It-tnejjija u l-ħażna tas-soluzzjonijiet standard (il-proċedura wżata għall-metodu validat).

Is-soluzzjonijiet standard kollha għandhom jinħażnu f'temperatura ta' < 5°C u għandhom jittejjew friski fuq bażi ta' kull xahar. Il-mases u l-komponenti tas-soluzzjonijiet għandhom jiġu reġistrati sa l-egreb 0,1 mg.

- 5.14.1. Is-Soluzzjoni standard - A

Ippipettja r-reagenti li ġejjin fi fjaskett volumetrik ta' 100 -ml, li jkun fih madwar 60-ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) sabiex tiġi minimizzata l-evaporazzjoni tal-komponenti, żid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u hallat sewwa. Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull komponent miżjud u l-piż totali finali tal-kontenut.

Il-Komponent	Il-Volum (ml)
Il-Metanol (5.2)	3,0
Il-Propal-1-ol (5.3)	3,0
It-2-metilpropan (5.4)	3,0
It-2-metilbutan-1-ol (5.6)	3,0
It-3-metilbutan-1-ol (5.7)	3,0
L-Etil aċetat (5.8)	3,0
Il-Butan-1-ol (5.9)	3,0
Il-Butan-2-ol (5.10)	3,0
L-Aċetaldeid (5.11)	3,0
L-Aċetal (5.12)	3,0

Nota 1: Huwa preferibbli li l-aċetal u l-aċetaldeid jiġu miżjuda fl-aħħar sabiex jiġi mminimizzat it-telf permezz ta' l-evaporazzjoni.

▼ M3

- 5.14.1a. Għall-alkohol etiliku ta' oriġini agrikola biss, is-soluzzjoni standard A għandha tittejjja billi tippipettja r-reagenti b'volumi mnaqqsa ta' alkoholi oghla bl-għan li jkun hemm soluzzjonijiet standard b'konċentrazzjonijiet qrib il-limiti legali għall-alkohol etiliku ta' oriġini agrikola.

▼ B

- 5.14.2. Is-Soluzzjoni standard - B

Ippipettja 3 ml ta' pentan-3-ol, jew standard intern ieħor addattat, (5.5) fi fjaskett volumetrik ta' 100 ml, li jkun fih madwar 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13), żid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u hallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, il-piż tal-pentan-3-ol jew standard ieħor intern miżjud u l-piż totali finali tal-kontenut.

▼ M3

- 5.14.2a. Għall-alkohol etiliku ta' oriġini agrikola biss, is-soluzzjoni standard B għandha tittejjja billi tippipettja bi standard intern xieraq b'volumi mnaqqsa bl-għan li jkun hemm soluzzjonijiet standard b'konċentrazzjonijiet qrib il-limiti legali għall-alkohol etiliku ta' oriġini agrikola.

▼B

5.14.3. Is-Soluzzjoni standard - Ċ

Ippipettja 1 ml tas-Soluzzjoni A (5.14.1) u 1 ml tas-Soluzzjoni B (5.14.2) fi fjaskett volumetriku ta' 100-ml, li jkun fih madwar 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13), žid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull komponent miżjud u l-piż totali finali tal-kontenut.

5.14.4. Is-Soluzzjoni standard - D

Għalbiex tinzamm kontinwità analitika, hejji standard tat-kwalità tal-kontroll billi tuża l-istandard A imhejji qabel (5.14.1). Ippipettja 1 ml tas-Soluzzjoni A (5.14.1) fi fjaskett volumetriku ta' 100-ml, li jkun fih madwar 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13), žid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull komponent miżjud u l-piż totali finali tal-kontenut.

5.14.5. Is-Soluzzjoni standard - E

Ippipettja 10 ml tas-Soluzzjoni B (5.14.2) fi fjaskett volumetriku ta' 100-ml, li jkun fih madwar 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13), žid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull komponent miżjud u l-piż totali finali tal-kontenut.

5.14.6. Is-soluzzjonijiet standard għalbiex tiġi verifikata l-linearità tar-rispons tal-FID

Fi fjasketti volumetriċi separati ta' 100-ml, li jkun fihom madwar 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13), ippipettja 0,0,1,0,5,1,0,2,0 ml tas-Soluzzjoni A (5.14.1) u 1 ml tas-Soluzzjoni B (5.14.2), žid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull wieħed mill-komponenti miżjuda u l-piż totali finali tal-kontenut.

5.14.7. Is-Soluzzjoni standard QC

Ippipettja 9 ml tas-Soluzzjoni standard D (5.14.4) u 1 ml tas-Soluzzjoni standard E (5.14.5) f'reċipjent miżien u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull wieħed mill-komponenti miżjuda u l-piż totali finali tal-kontenut.

▼ B**6. L-apparat u t-tagħmir**

- 6.1. L-apparat kapaċi li jkejjel id-densità u l-qawwa alkalika.
- 6.2. Miżien analitiku, kapaċi li jkejjel sa erba' postijiet deċimali.
- 6.3. Kromatografu bil-gass ipprogrammat skond it-temperatura, iffittjat b'apparat tal-kxif bil-fjamma tal-jonizzazzjoni u integratur jew sistema oħra li timmaniġġja l-informazzjoni li kapaċi tkejjel l-ogħla żoni jew l-ogħla għoli.
- 6.4. Il-kolonna/i kromatografika/ċi bil-gass, kapaċi li tissepara/jisseparaw l-analiti hekk illi r-reżoluzzjoni minima tal-komponenti individwali (għajr għat-2-metilbutan-1-ol u t-3-metilbutan-1-ol) tkun/ikunu mill-anqas 1.3.

Nota 2: Il-kolonna u kondizzjonijiet tal-GC li ġejjin huma eżempji adattati:

- 1) Spazju tar-ritenzjoni ta' 1 m x 0,32 mm i.d. ikkonnettjat ma' kolonna tas-CP-WAX 57 CB ta' 50 m x 0,32 mm i.d. 0,2 i_m ħxuna tal-lega (*polietilene glikol* stabillizzat) segwit b'kolonna Carbowax 400 ta' 50 m x 0,32 mm i.d. 0,2 i_m ħxuna tal-lega (il-kolonna huma konnessi bl-użu ta' konnetturi li jiffittjaw bil-prensa.)

Il-gass trasportatur u l- L-Elju (135 *kPa*)
pressa:

Il-kolonna tat-temperatura: 35°C għal 17-il minuta, minn 35 sa 70°C fi 12°C/min, żomm f'temperatura ta' 70°C għal 25 min.

It-temperatura ta' l-injettur: 150°C

It-temperatura ta' l-apparat tal-kxif: 250°C

Il-volum ta' l-injezzjoni: 1 *ul.* maqsum f'minn 20 sa 100: 1

- 2) Spazju tar-ritenzjoni ta' 1 m x 0,32 mm i.d. konness ma' kolonna tas-CP-WAX 57 CB 50 m x 0,32 mm i.d. 0,2 i_m ħxuna tal-lega (*polietilene glikol* stabillizzat). (L-ispazju tar-ritenzjoni huwa konness bl-użu ta' konnetturi li jiffittjaw bil-prensa.)

Il-gass trasportatur u l- L-Elju (65 *kPa*)
pressa:

It-temperatura tal-kolonna: 35°C għal 10 min., minn 35 sa 110°C fi 5°C/min., minn 110 sa 190°C fi 30°C/min./., żomm f'temperatura ta' 190°C għal 2 min.

It-temperatura ta' l-injettur: 260°C

It-temperatura ta' l-apparat tal-kxif: 300°C

Il-volum ta' l-injezzjoni: 1 *ul.* maqsum f'55: 1

▼B

3) Kolonna ppakkjata (5 % CW20M, Carboapak2 m x 2 mm i.d

Kolonna ppakkjata (5 %), 2 m x 2 mm. It-temperatura tal-kolonna: 65C għal 4 min., minn 65 sa 140C f'10C/min., zomm f'temperatura ta' 140C għal 5 min., minn 140 sa 150C fi 30C/min, zomm f'150C għal 3 min.

It-temperatura ta' l-injettur: 65⁰C

It-temperatura ta' l-apparat tal-kxif: 200⁰C

Il-volum ta' l-injezzjoni: 1 *ul*

7. It-tehid tal-kampjuni u l-kampjuni

7.1. Il-kampjun tal-laboratorju

Malli jiġi rċevut, titkejjel il-qawwa alkolika ta' kull wiehed mill-kampjuni (6.1).

8. Il-proċedura (użata għall-metodu tal-validazzjoni)

8.1. Il-porzjon tat-test

8.1.1. Iżen reċipjent approprijat issiġillat u li jiżen u rreġistra l-piż.

8.1.2. Ippipettja 9 ml mill-kampjun tal-laboratorju għal gor-reċipjent u rreġistra l-piż (I-M_{SAMPLE}).

8.1.3. Żid 1 ml tas-Soluzzjoni standard E (5.14.5) u rreġistra l-piż (M_{IS}).

8.1.4. Xengel sewwa l-materjal tat-test minn naħa għall-oħra (b'mill-inqas 20 inverzjoni). Il-kampjuni jridu jinħażnu f'anqas minn 5 °C qabel l-analiżi sabiex jiġi mminimizzat it-telf volatili.

8.2. It-test in bjank

8.2.1. Bl-użu ta' miżien ta' erba' postijiet deċimali (6.2), iżen reċipjent approprijat issiġillat u li jiżen u rreġistra l-piż.

8.2.2. Ippipettja 9 mis-soluzzjoni ta' 400 ml/l ta' l-etanol (5.13) għal gor-reċipjent u rreġistra l-piż.

8.2.3. Żid 1 ml tas-Soluzzjoni standard E (5.14.5) u rreġistra l-piż.

8.2.4. Xengel sewwa l-materjal tat-test minn naħa għall-oħra (b'mill-inqas 20 inverzjoni). Il-kampjuni jridu jinħażnu f'inqas minn 5°C qabel l-analiżi sabiex jiġi mminimizzat it-telf volatili.

8.3. It-test preliminari

Injetta s-Soluzzjoni standard Ċ (5.14.3) sabiex tiżgura illi l-analiti kollha jiġu mifruċa b'riżoluzzjoni minima ta' 1.3 (għajr għat-2-metilbutan-1-ol u t-3-metilbutan-1-ol).

8.4. Il-kalibrizzjoni

Il-kalibrizzjoni għandha tiġi ċċekkjata bl-użu tal-proċedura li ġejja. Iżgura illi r-reazzjoni tkun lineari billi tanalizza suċċessivament għal tliet darbiet kull waħda mis-soluzzjonijiet standard lineari (5.14.6) li jkun fihom standard intern (IS). Miż-żoni l-aktar għolja jew il-qċaċet l-aktar għolja ta' l-integratur ikkalkola għal kull injezzjoni l-proporzjon R għal kull kongeneru u pingi l-grafika R kontra l-proporzjon tal-konċentrazzjoni tal-kongeneru għall-istandard intern (IS), Ċ. Għandha

▼B

tinkiseb tpingija linerai, b'koeffiċjent ta' korrelazzjoni ta' mill-inqas 0,99. Iż-żona l-aktar gholja jew il-gholi tal kongeneru

$$R = \frac{\text{Iż-zona l-aktar gholja jew il-gholi tal kongeneru}}{\text{Iż-zona l-iktar gholja jew il-gholi ta' l-IS}}$$

$$C = \frac{\text{Il-koncentrazzjoni tal-kongeneru (ug / g)}}{\text{Il-koncentrazzjoni ta' l-IS (ug / g)}}$$

8.5. Kif tiġi stabbilita

Injetta s-Soluzzjoni standard Ċ (5.14.3) u ż-żewġ soluzzjonijiet standard tal-QC (5.14.7). Segwi b'kampjuni mhux magħrufa (imhejjija skond it-8.1 u t-8.2) billi ddaħħal standard standard wiehed tal-QC f'kull 10 kampjuni sabiex tiżgura stabbiltà analitika. Injetta Soluzzjoni standard Ċ waħda (5.14.3) wara kull 5 kampjuni.

9. Il-kalkolu

Tista' tintuża sistema awtomata tal-manigġjar ta' l-informazzjoni, sakemm l-informazzjoni tista' tiġi ċċekkjata permezz tal-principji deskritti fil-metodu ta' hawn taht.

Kejjel jew iż-żoni l-iktar gholja jew l-gholjiet quċcata għall-kongeneru u l-gholjiet quċcata ta' standard intern.

9.1. Il-kalkolu tal-fattur tar-rispons

Mill-kromatogramma ta' l-injezzjoni tas-Soluzzjoni standard Ċ (5.14.3), ikkalkola l-fattur tar-rispons għal kull wiehed mill-kongeneri bl-użu ta' l-ekwazzjoni (1). Iż-żona l-iktar gholja Il-konċ. tal-kongeneru

$$\text{Il - Fattur tar - rispons} = \frac{\text{Iż-zona l-iktar gholja jew il-gholi ta' l-IS}}{\text{Iż-zona l-aktar gholja jew il-gholi kongeneru}} \times \frac{\text{il - kongeneru tal - gholi (ug / g)}}{\text{Il - konc. ta' l - IS (ug / g)}}$$

jew il-gholi

IS = standard Intern

Il-Konċ. tal-kongeneru = il-koncentrazzjoni tal-kongeneru fis-Soluzzjoni Ċ (5.14.3)

Il-Konċ. IS = il-koncentrazzjoni ta' l-istandard intern fis-Soluzzjoni Ċ (5.14.3).

9.1.2. L-analizi tal-kampjun

Bl-użu ta' l-ekwazzjoni (2) ta' hawn taht, ikkalkola l-koncentrazzjoni ta' kull wiehed mill-kongeneri fil-kampjuni. Iż-żona l-iktar gholja jew M_g (g)

Iż-żona l-iktar gholja

$$\frac{\text{Iż-zona l-aktar gholja jew il-gholi kongeneru}}{\text{Iż-zona l-iktar gholja jew il-gholi ta' l-IS}} \times \frac{M_{IS} (g)}{M_{KAMPJUN} (g)} \times \text{Konc. ta' l-IS (ug / g)} \times \text{RF}$$

jew

M_{kampjun} = il-piż tal-kampjun (8.1.2);

il- M_{IS} = il-piż ta' l-istandard intern (8.1.3);

il-Konċ. IS = il-koncentrazzjoni ta' l-istandard intern fis-Soluzzjoni Ċ (5.14.3).

il-RF = il-fattur tar-rispons ikkalkolat bl-użu tal-ekwazzjoni 1.

▼ B

9.1.3. L-analiżi tal-kontroll tal-kwalità tas-soluzzjoni standard

Bl-użu ta' l-ekwazzjoni (3) ta' hawn taht, ikkalkola l-perċentwal ta' l-irkupru tal-valur fil-mira għal kull wiehed mill-kongeneri fl-istandards tal-kontroll tal-kwalità (5.14.7):

$$(3) \text{ Il-\% a' l-irkupru tal-kampjun tal-QC} = \frac{\text{Il - koncentrazzjoni ta' l - analit fl - istandard tal - QC}}{\text{Il - koncentrazzjoni ta' l - analit Fis - Soluzzjoni D}} \times 100$$

Il-koncentrazzjoni ta' l-analit fl-istandard tal-QC tiġi kkalkolata bl-użu ta' l-ekwazzjonijiet (1) u (2) ta' hawn fuq.

9.2. Il-preżentazzjoni finali tar-riżultati

Ir-riżultati jiġu kkonvertit mill- i/g

sa g għal kull 100 litru alkol assolut għall-kampjuni li jużaw l-ekwazzjoni (4):

$$\text{Il-Konċ. (ug/g) x p x 10(il-qawwa (\% vol) x 1 000)PIC FILE=}$$

$$\text{fejn } = \text{id-densità f' kg/m}^3.$$

Ir-riżultati jiġu kwotati sa tliet ċifri sinifikanti u massimu ta' post wiehed deċimali eż. 11,4 g għal kull 100 l alkol assolut.

10. **Il-garanzija u l-kontroll tal-kwalità (użati għall-metodu tal-validazzjoni)**

Bl-użu ta' l-ekwazzjoni (2) ta' hawn fuq, ikkalkola l-koncentrazzjoni ta' kull wiehed mill-kongeneri fis-soluzzjonijiet *standard* tal-kontroll tal-kwalità mhejjija billi tiġi segwita l-proċedura bħal minn fit-8.1.1 sat-8.1.4. Bl-użu ta' l-ekwazzjoni (3), ikkalkola l-perċentwal ta' l-irkupru għall-valur fil-mira. Jekk ir-riżultati analizzati jkunu fil-limitu ta' +/- 10 % tal-valuri teoretici tagħhom għal kull kongenitur, l-analiżi tista' tipproċedi. Jekk le, għandha ssir investigazzjoni sabiex tinstab il-kawża ta' l-ineżattezza u tittiehed l-azzjoni ta' rimedju kif xieraq.

11. **Il-karatteristiċi tal-metodu tat-twetiq tax-xogħol (il-preċiżjoni)**

Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju-itabelli li ġejjin jagħtu l-valuri għall-komposti li ġejjin: l-etanal, l-etil aċetat, l-aċetal, l-etanal totali, il-metanol, il-butan-2-ol, il-propan-1-ol, il-butan-1-ol, il-2-metilpropan-1-ol, it-2 metul-butan-1-ol, it-3 metil-butan-1-ol.

L-informazzjoni li ġejja kienet miksuba minn studju internazzjonali tat-twetiq tax-xogħol tal-metodu mwettaq skond proċeduri miftiehma internazzjonalment.

Is-Sena tat test interlaboratorju	1997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	l-Etanol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji miżmumawara l-eliminazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	28	26	27	27	28
In-Numru ta' dawk li kienu'il barra (laboratorji)	2	4	3	3	2

▼ B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tar-riżultati aċċettati	56	52	54	54	56
Il-valur medju (\bar{x}) () (pg/g)	63,4	71,67	130,4	38, 2 13,8(*)	28,6 52,2(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċitàtat-tennija (r)	5,2	2,6	5,2	15,	8,9
Il-Limitu tal-kapaċitàtat-tennija ()	9,3	5.3	19,1	11,6	10,1
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	12	14	22	6.8	8,9
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà () (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (R) ug/g	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

It-Tipi tal-kampjuni

A. Il-*Brandy*: duplikati ghomjaB. Il-*Kirsch*: duplikati ghomjaC. Il-*Grappa*: duplikati ghomjaD. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)

E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

POŻIZZJONI TAT-TABELLA

Is-Sena tat-test tal-laboratorju 997

In-Numru tal-laboratorji

32

In-Numru tal-kampjuni

5

L-Analit

l-Etil aċetat

Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorjimiżmuma wara l-eliminazzjoni ta' dawkli qeghdin 'il barra	24	24	25	24	24
In-Numru ta' dawk likien u 'l barra(laboratorji)	2	2	1	2	2
In-Numru tar-riżultatiaċċettati	48	48	50	48	48
Il-Valur medju (\bar{x}) () pg/g	96,8 1	046	120,3	112,5 91,8(*)	99,1 117,0(*)
Id-Devjazzjoni standardtal-kapaċità tat-tennija(r)	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċitàtat-tennija (r) (*)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Il-limitu tal-kapaċitàtat-tennija ()	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Id-Devjazzjoni relattiva tar-riproduċibbiltà(g) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Il-limitu tar-riproduċibbiltà ()	17.9	221,9	22,9	17,5	20,0

It-Tipi tal-kampjuni

A. Il-: duplikati ghomja

B. Il-: duplikati ghomja

Ċ. Il-*Grappa*: duplikati ghomja

D. Il-: livelli maqsuma

E. Ir-Rum: livelli maqsuma

▼ B

Is-Sena tat-test interlaboratorju	1997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	l-Aċetal

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji Miżmuma wara l-eliminazzjoni ta' dawk li qeghdin 'il barra	20	20	22	17	21
In-Numru ta' dawk li jkunu 'il barra (laboratorji)	4	3	2	4	3
In-Numru tar-riżultati aċċettati	40	42	44	34	42
Il-Valur medju (\bar{x}) ()	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60(*)	28,3(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċità tat-tennija (r) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija ()	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Id-Devjazzjoni relattiva tar-riproduċibbiltà (g) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà()	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

It-Tipi tal-Kampjuni

A. Il-*Brandy*: duplikati għomjaB. Il-*Kirsch*: duplikati għomjaĊ. Il-*Grappa*: duplikati għomjaD. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)E. Il-*Rum*: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test tal-laboratorju	1997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	L-etanal totali

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji miżmumawara l-eliminazzjoni ta' dawk li qeghdin 'il barra	23	19	22	21	22
In-Numru ta' dawk li kienu 'il barra (laboratorji)	1	5	2	3	2
In-Numru tar-riżultati aċċettati	46	38	44	42	44
Il-Valur medju (\bar{x}) ()	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8(*)	61,8(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Id-Devjazzjoni standard relattiva tal-kapaċità tat-tennija (g) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Il-limitu tal-kapaċità tat-tennija()	9,8	3,5	18,3	12,2	7,6

▼ B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	13	15	24,1	7,3	9,0
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g) (%)	16,4	17,5	15,4	23,3	19,1
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà()	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

It-Tipi tal-kampjuni:

- A. Il-Brandy: duplikati għomja
 B. Il-Kirsch: duplikati għomja
 Ċ. Il-Grappa: duplikati għomja
 D. Il-Whisky: livelli maqsuma (*)
 E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test tal-laboratorju 1997

In-Numru tal-laboratorji 32

In-Numru tal-kampjuni 5

L-Analit Il-Metanol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji miżmumawara l-eliminazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	26	27	27	28	25
In-Numru ta' dawk li kienu 'ilbarra (laboratorji)	4	3	3	1	4
In-Numru tar-riżultati aċċettati	52	54	54	56	50
Il-Valur medju (\bar{x}) ()	319,8	2 245	1 326	83,0	18,6
				61,5(*)	28,9(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	4,4	27	22	1,5	1,3
Id-Devjazzjoni relattivatal-kapaċità tat-tennija (g)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija()	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	13	99	60	4,5	2,8
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

It-tipi tal-kampjuni

- A. Il-Brandy: duplikati għomja
 B. Il-Kirsch: duplikati għomja
 Ċ. Il-Grappa: duplikati għomja
 D. Il-Whisky: livelli maqsuma (*)
 E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test tal-laboratorju 1997

In-Numru tal-laboratorji 32

In-Numru tal-kampjuni 4

L-Analit Il-Butan-2-ol

▼ B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	E
In-Numru tal-laboratorji miżmumawara l-eliminazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	21	27	29	22
In-Numru ta' dawk li kienu 'lbarra (laboratorji)	4	3	1	1
In-Numru tar-riżultati aċċettati	42	54	58	44
Il-Valur medju (\bar{x}) ()	5,88	250,2	27,57	5,83
				14,12(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	0,40	2,2	0,87	0,64
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċità tat-tennija (g) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija()	1,1	6,1	2,5	1,8
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g)	0,89	13	3,2	0,87
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (R) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4

It-Tipi tal-kampjuni

A. Il-Brandy: duplikati ghomja

B. Il-Kirsch: duplikati ghomja

Ċ. Il-Grappa: duplikati ghomja

D. Il-Whisky: livelli maqsuma (*) E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test interlaboratorju 1997

In-Numru tal-laboratorji 32

In-Numru tal-kampjuni 5

L-Analit Il-Propanol-1-ol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-kampjuni miżmumawara l-eliminazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	29	27	27	29	29
In-Numru ta' dawk li kienu 'lbarra (laboratorji)	2	4	3	2	2
In-Numru tar-riżultati aċċettati	58	54	54	58	58
Il-Valur medju (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	86,4	3	541	159,1	272,1
				293,3(*)	222,1(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċitàtat-tennija (r)	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Id-Devjazzjoni relattivatal-kapaċitàtat-tennija (g) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Il-Limitu tal-kapaċitàtat-tennija()	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	5,3	150	6,3	9,0	8,1

▼B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Il-Limiti tar-riproduċibbiltà (R) $\mu\text{g/g}$	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

It-Tipi tal-kampjuni

A. Il-*Brandy*: duplikati għomjaB. Il-*Kirsch*: duplikati għomjaĊ. Il-*Grappa*: duplikati għomjaD. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)

E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test interlaboratorju	1997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	Il-propanol-1-ol

Il-kampjuni	A	B	Ċ
In-Numru tal-laboratorji miżmumawara l-eliminazzjoni ta' dawk li qiegħdin 'il barra	20	22	22
In-Numru ta' dawk li jkunu 'lbarra (laboratorji)	4	4	6
In-Numru tar-riżultati aċċettati	40	44	44
Il-Valur medju (\bar{x}) ()	3,79	5,57	7,54
Id-Devjazzjoni tal-kapaċitàtat-tennija (r)	0,43	0,20	0,43
Id-Devjazzjoni standard relattiva tal-kapaċità tat-tennija (g) (%)	11,2	3,6	5,6
Il-limitu tal-kapaċità tat-tennija()	1,1	0,6	1,2
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	0,59	0,35	0,82
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà () (%)	15,7	9,8	10,8
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (R) $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3

It-Tipi tal-kampjuni

A. Il-*Brandy*: duplikati għomjaB. Il-*Kirsch*: duplikati għomjaĊ. Il-*Grappa*: duplikati għomja (*)

Is-sena tat-test interlaboratorju	1997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	it-2-metilpropan-1-ol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji wara l-eliminazzjoni ta' dawk li qiegħdin 'il barra	28	31	30	26	25
In-Numru ta' dawk li huma 'ilbarra (laboratorji)	3	0	1	5	4
In-Numru tar-riżultati aċċettati	56	62	60	52	50

▼ B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
Il-Valur medju (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8(*)	133,78(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	2,3	1,6	2,5	1,8	0,6
Id-Devjazzjoni relattivatal-kapaċità tat-tennija (g)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija(r)	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (r) (%)	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Id-Devjazzjoni standard relattiva tar-riproduċibbiltà (g) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (R) $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

It-Tipi tal-kampjuni

A. Il-Brandy: duplikati ghomja

B. Il-Kirsch: duplikati ghomja

Ċ. Il-Grappa: duplikati ghomja

D. Il-Whisky: livelli maqsuma (*)

E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test interlaboratorju 1997

In-Numru tal-laboratorji 32

In-Numru tal-kampjuni 5

L-Analit it-2-metil-butan-1-ol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji miżmumawara l-eleiminazzjoni ta' dawk li qiegħdin 'il barra	25	26	25	27	25
In-Numru ta' dawk li huma 'il barra(laboratorji)	3	2	3	1	2
In-Numru tar-riżultati aċċettati	50	52	50	54	50
Il-Valur medju (\bar{x}) (x)	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2(*)	61,5(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċitàtat-tennija (r)	2,1	1,3	1,8	2,3	2,3
Id-Devjazzjoni relattiva tal-Kapaċità tat-tennija (g) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,3
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija()	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (R) $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

It-tipi tal-kampjuni

A. Il-Brandy: duplikati ghomja

B. Il-Kirsch: duplikati ghomja

Ċ. Il-Grappa: duplikati ghomja

D. Il-Whisky: livelli maqsuma (*)

E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

▼ **B**

Is-Sena tat-test interlaboratorju	1997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	it-3-metil-butan-1-ol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji miżmumawara l-eliminazzjoni ta' dawk liqeghdin 'il barra	23	23	24	27	21
In-Numru ta' dawk li kienu 'il barra	5	5	4	1	6
In-Numru tar-riżultati aċċettati	46	46	48	54	42
Il-Valur medju (\bar{x}) (r)	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4(*)	245,6(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċitāt-tennija (r)	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċitāt-tennija (r) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Il-Limitu tal-kapaċitāt tat-tennija()	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (r)	29,8	13	21	8,5	6,7
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (R) $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

It-Tipi tal-kampjuni

- A. Il-*Brandy*: duplikati għomja
- B. Il-*Kirsch*: duplikati għomja
- Ċ. Il-*Grappa*: duplikati għomja
- D. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)
- E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

▼ **M2**

III.3. DETEMINAZZJONI TAL-AĊIDI VOLATILI TAL-ISPIRTI

1. **Kamp tal-applikazzjoni**

Il-metodu ġie vvalidat permezz ta' studju interlaboratorju għar-rum, il-brandy, il-marc u l-ispirti tal-frott, flivelli li jvarjaw minn 30 mg/l sa 641 mg/l.

2. **Referenzi Normattivi**

ISO 3696: 1987 Ilma għall-użu analitiku — Speċifikazzjonijiet u metodi tal-ittestjar.

3. **Definizzjonijiet**

- 3.1. L-aċiditā volatili hija kkalkulata billi titnaqqas l-aċiditā fissa mill-aċiditā totali.
- 3.2. L-aċiditā totali hija s-somma ta' aċiditajiet titrabbli.
- 3.3. L-aċiditā fissa hija l-aċiditā tar-residwu li jibqa' wara l-evaporazzjoni tal-ispirtu sa ma jinxf.

4. **Prinċipju**

L-aċiditā totali u l-aċiditā fissa huma ddeterminati permezz tat-titrazzjoni jew tal-potenzjometrija.

5. **Reaġenti u Materjali**

Matul l-analiżi, sakemm ma jiġix iddikjarat mod ieħor, uża biss reaġenti ta' grad analitiku rikonoxxut u ilma mill-inqas tal-grad 3 kif definit fl-ISO 3696:1987.

▼ **M2**

- 5.1. Soluzzjoni 0,01 M idrossidu tas-sodju (NaOH)
- 5.2. Soluzzjoni tal-indikatur imhallat:

Iżen 0,1 g ta' karminju indigo u 0,1 g ta' fenol aħmar.

Holl f'40 mL ilma u žid bl-etanol sa 100 mL.
6. **Apparat u Tagħmir**

Apparat tal-laboratorju indirett, oġġetti tal-ħġieġ tal-kategorija A u dan li ġej:

 - 6.1. Pompa tal-ilma
 - 6.2. Evaporatur rotatorju jew banju ultrasoniku
 - 6.3. Tagħmir għat-titrazzjoni potenzjometrika (fakultattiv)
7. **It-tehid tal-kampjuni u l-kampjuni**

Il-kampjuni jinħażnu f'temperatura tal-kamra qabel l-analiżi.
8. **Proċedura**
 - 8.1. Aċidità totali
 - 8.1.1. Preparazzjoni tal-kampjun

L-ispirtu jiġi irradjat bl-ultrasoniku (ultrasonikazzjoni) jew imħawwad għal żewġ minuti f'vakwu biex jinheles mid-dijossidu tal-karbonju jekk meħtieġ.
 - 8.1.2. Titrazzjoni

B'pipetta iġbed 25 mL tal-ispirtu fi flask Erlenmeyer ta' 500 mL.

Žid madwar 200 mL ilma mgholli, iddistillat u mkessah (imhejji frisk ta' kuljum) u 2-6 qatriet mis-soluzzjoni mħallta tal-indikatur (5.2).

Ittitra bis-soluzzjoni 0,01 M idrossidu tas-sodju (5.1) sakemm ikun hemm kambjament tal-kulur minn isfar fl-aħdar għal vjola fil-każ ta' spirti mingħajr kulur, u minn isfar fil-kannella għal kannella fl-aħmar fil-każ ta' spirtu ta' lewn kannella rispettivament.

It-titrazzjoni tista' titwettaq ukoll permezz ta' potenzjometrija, sa pH 7,5.

Nieħdu n_1 mL bħala l-volum tas-soluzzjoni 0,01 M idrossidu tas-sodju miżjud.
 - 8.1.3. Kalkolu

L-aċidità totali (AT) espressa f'milliekwivalenti għal kull L ta' spirtu hija ugwali għal $0,4 \times n_1$.

L-aċidità totali (AT') espressa f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L ta' spirtu hija ugwali għal $24 \times n_1$.
 - 8.2. Aċidità fissa
 - 8.2.1. Thejjija tal-kampjun

Evapora 25 mL tal-ispirtu sa ma jinxf:

B'pipetta iġbed 25 mL tal-ispirtu f'dixx ċilindriku tal-evaporazzjoni bil-qiegħ ċatt b'dijametru ta' 55 mm. Matul l-ewwel siegħa ta' evaporazzjoni, poġġi d-dixx tal-evaporazzjoni fuq l-għatu ta' banjumarja biex il-likwidu ma jagħlix; jekk jagħli jintilef ħafna minnu minħabba t-titjir.

Lesti t-tnixxif billi tqiegħed id-dixx tal-evaporazzjoni f'forn tat-tnixxif b'temperatura ta' 105 °C għal sagħtejn. Halli d-dixx tal-evaporazzjoni jiksah f'dessikatur.
 - 8.2.2. Titrazzjoni

Holl ir-residwu li jibqa' wara l-evaporazzjoni b'ilma mgholli, iddistillat u mkessah (imhejji frisk ta' kuljum) u žid sa ma l-volum ikun madwar 100 mL; u žid bejn 2 u 6 qatriet mis-soluzzjoni mħallta tal-indikatur (5.2).

▼ **M2**

Ittitra bis-soluzzjoni 0,01 M idrossidu tas-sodju (5.1).

It-titrazzjoni tista' titwettaq ukoll permezz ta' potenzjometrija, sa pH 7,5.

Meta n_2 mL ikun il-volum tas-soluzzjoni 0,01 M idrossidu tas-sodju miżjud.

8.2.3. Kalkolu

L-aċidità fissa (AF) espressa f'milliekwivalenti kull L ta' spirtu hija ugwali għal $0,4 \times n_2$.

L-aċidità fissa (AF) espressa f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L ta' spirtu hija ugwali għal $24 \times n_2$.

9. **Kalkolu ta' aċidità volatili**

9.1. Espressjoni f'milliekwivalenti għal kull L:

Niehdu:

AT = aċidità totali f'milliekwivalenti għal kull L

AF = aċidità fissa f'milliekwivalenti għal kull L

L-aċidità volatili, AV, f'milliekwivalenti għal kull L hija ugwali għal:

AT – AF

9.2. Espressjoni f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L:

Meta:

AT' = aċidità totali f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L

AF' = aċidità fissa f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L

L-aċidità volatili, AV, f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L hija ugwali għal:

AT' – AF'

9.3. Espressjoni fi g ta' aċidu aċetiku għal kull hl ta' alkoħol 100 % vol pur hija ugwali għal: $\frac{TA' - FA'}{A} \times 10$

meta A hija l-qawwa alkoħolika skont il-volum tal-ispirtu.

10. **Karatteristiċi tal-prestazzjoni analitika (Preċiżjoni)**

10.1. Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju

Din id-dejta nkisbet minn studju internazzjonali ta' prestazzjoni analitika mwettaq skont il-proċeduri miftiehma internazzjonalment [1] [2].

Sena tat-test interlaboratorju: 2000

Għadd ta' laboratorji 18

Għadd ta' kampjuni 6

Kampjuni	A	B	C	D	E	F
Għadd ta' laboratorji wara l-eliminazzjoni tal-eċċezzjonijiet	16	18	18	14	18	18
Għadd ta' eċċezzjonijiet (Laboratorji)	2			4		
Għadd ta' riżultati aċċettati	32	36	36	28	36	36
Mean value (\bar{x}) [mg/L]	272* 241*	30	591* 641*	46	107	492
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/L]	8,0	3,6	15,0	3,7	6,7	8,5

▼ **M2**

Kampjuni	A	B	C	D	E	F
Devjazzjoni standard relattiva ta' ripetibilità, RSD _r [%]	3,1	11,8	2,4	8,0	6,2	1,7
Limitu ta' ripetibilità r _r [mg/L]	23	10	42	10	19	24
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s _R [mg/L]	8,5	8,4	25,0	4,55	13,4	24,4
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD _R [%]	3,3	27,8	4,1	9,9	12,5	5,0
Limitu ta' riproducibilità, R [mg/L]	24	23	70	13	38	68

Tipi ta' kampjuni:

A Spirtu tal-ghajnbaqar; Livell maqsum *

B Rum I; duplikati għomja

C Rum II; livell maqsum *

D Slivovitz; duplikati għomja

E Brandy; duplikati għomja

F Spirtu tal-Marc; duplikati għomja

[1] "Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies", Horwitz, W. (1995) Pure and Applied Chemistry 67, 332-343.

[2] Horwitz, W. (1982) Analytical Chemistry 54, 67 A-76 A

▼ **M1****V. DETERMINAZZJONI KROMATOGRAFIKA B'ANETHOLE GAS TA' TRANS-ANETHOLE F'XORB ALKOHOLIKU****1. Għan**

Dan il-metodu huwa addattat għad-determinazzjoni ta' *trans-anethole* f'xorb alkoholiku b'toġhma taż-żerriegħa ta' l-anisi bl-użu tal-kromatografija b'gass kapillari.

2. Referenzi normattivi

ISO 3696: 1987 Ilma għall-użu ta' l-analiżi fil-laboratorji – Speċifikazzjonijiet u metodi ta' l-ittestjar.

3. Prinċipju

Il-koncentrazzjoni ta' *trans-anethole* fl-ispirtu hija ddeterminata bil-kromatografija tal-gass (GC). L-istess kwantità ta' *internal standard*, per eżempju *4-allylanisole (estragole)* meta l-*estragole* m'huwiex preżenti b'mod naturali fil-kampjun, hija miżjuda mal-kampjun tat-test u ma' soluzzjoni ta' *trans-anethole* ta' konċentrazzjoni magħrufa wżata bħala referenza. It-tnejn li huma huma mbaġħad dilwiti ma' soluzzjoni ta' 45 % *ethanol* u injettati direttament fis-sistema GC. Hemm bżonn li ssir estrazzjoni qabel il-preparazzjoni u l-analiżi ta' kampjun għal-likuri li fihom kwantitajiet kbar ta' zokkor.

4. Reaġenti u materjali

Waqt l-analiżi, uża biss reaġenti ta' purità ta' mill-inqas 98 %. Għandu jintuża ilma ta' mill-inqas grad 3 kif definit mill-ISO 3696.

Kimiċi ta' referenza għandhom jinħażnu keshin (f'temperatura ta' 4 °C), fid-dlam, f'kontenituri ta' l-aluminju jew fi fliexken tar-reaġenti magħmula mill-ħġieġ kulurit (ambra). It-tappijiet għandhom ikunu preferibbilment imdaħħla fil-post b'siġill ta' l-aluminju. It-*trans-anethole* ikollu bżonn jitniżżel mill-istat kristallin tiegħu qabel jintuża, imma f'dan il-każ it-temperatura tiegħu m'għandha qatt taqbeż il-35 °C.

4.1. Ethanol 96 % vol. (CAS 64-17-5)

4.2. 1-methoxy-4-(1-propenyl) benzene; (*trans-anethole*) (CAS 4180-23-8)

4.3. 4-allylanisole, (*estragole*) (CAS 140-67-0), *internal standard* suġġerit (IS)

4.4. Ethanol 45 % vol.

Żid 560 g ta' ilma distillat ma' 378 g ta' *ethanol* 96 % vol.

4.5. Preparazzjoni ta' soluzzjonijiet *standard*

Is-soluzzjonijiet *standard* kollha għandhom jinħażnu f'temperatura ambjentali (15 sa 35!!! error character !!! B!!! error character !!! °C) fid-dlam f'kontenituri ta' l-aluminju jew fi fliexken tar-reaġenti magħmula mill-ħġieġ kulurit (ambra). It-tapp għandu jkun preferibbilment imdaħħal fil-post b'siġill ta' l-aluminju.

It-*trans-anethole* u l-*4-allylanisole* huma prattikament insolubbli fl-ilma, u għalhekk hemm bżonn li t-*trans-anethole* u l-*4-allylanisole* jiddewbu fi f'it 96 % *ethanol* (4.1) qabel iż-żieda ta' 45 % *ethanol* (4.4).

Is-soluzzjonijiet għall-użu għandhom ikunu preparati kull ġimgha.

4.5.1. Soluzzjoni *Standard A*

Soluzzjoni għall-użu ta' *trans-anethole* (konċentrazzjoni: 2 g/l)

Iżen 40 mg ta' *trans-anethole* (4.2) f'*volumetric flask* ta' 20 ml (jew 400 mg f'200 ml, eċċ.). Żid f'it 96 % *ethanol* (4.1) u kompli l-volum b'45 % vol. *ethanol* (4.4), hallat sew.

▼ **M1**4.5.2 Soluzzjoni *internal standard* B

Soluzzjoni għall-użu ta' *internal standard*, per eżempju *estragole* (koncentrazzjoni: 2 g/l)

Iżen 40 mg ta' *estragole* (4.3) f'*volumetric flask* ta' 20 ml (400 mg f'200 ml, eċċ.). Żid f'it 96 % *vol. ethanol* (4.1) u kompli l-volum b'45 % *vol. ethanol* (4.4), hallat sew.

4.5.3 Soluzzjonijiet użati biex tiċċekkja l-*linearity response* tal-*flame ionisation detector* (FID)

Il-*linearity response* tal-FID trid tkun iċċekkjata għall-analizi waqt li tqis firxa ta' koncentrazzjonijiet ta' *trans-anethole* fi spirti minn 0 g/l sa 2.5 g/l. Fil-proċedura ta' l-analizi, il-kampjuni mhux magħrufa li se jkunu analizzati huma dilwiti 10 darbiet (8.3). Għall-kondizzjonijiet ta' l-analizi deskritti fil-metodu, soluzzjonijiet għall-użu li jikkorrispondu għal koncentrazzjonijiet ta' 0, 0,05, 0,1, 0,15, 0,2, u 0,25 g/l ta' *trans-anethole* fil-kampjun li se jkun analizzat huma preparati kif ġej: hu 0,5, 1, 1,5, 2, u 2,5 ml ta' soluzzjoni għall-użu A (4.5.1) u ttrasferixxi bil-pipetta f'*volumetric flasks* separati ta' l-20 ml; ittrasferixxi bil-pipetta f'kull *flask* 2 ml ta' soluzzjoni *internal standard* B (4.5.2) u kompli l-volum b'45 % *vol. ethanol* (4.4), hallat sew.

Il-*blank solutions* (8.4) hija wżata bhala soluzzjoni ta' 0 g/l.

4.5.4 Soluzzjoni *standard C*

Hu 2 ml ta' soluzzjoni *standard A* (4.5.1) u ttrasferixxi bil-pipetta f'*volumetric flask* ta' l-20 ml, imbagħad žid 2 ml ta' soluzzjoni *internal standard B* (4.5.2) u kompli l-volum b'45 % *vol. ethanol* (4.4), hallat sew.

5. **Apparat**

5.1. Kromatografu b'gass kapillari li fih *flame ionisation detector* (FID) u *integrator* jew xi sistema oħra ta' *data handling* li kapaċi tkejjel il-*peak heights* jew *areas*, u b'*automatic sampler* jew l-apparat meħtieġ għall-injezzjoni manwali tal-kampjun.

5.2. Split/splitless injector

5.3. Kolonna kapillari, per eżempju:

Tul: 50 m

Diametru ta' ġewwa: 0,32 mm

Ħxuna tal-film: 0,2 µm

Fażi stazzjonarja: FFAP – modified TPA polyethylene glycol cross-linked porous polymer.

5.4. Apparat komuni tal-laboratorji: *A grade volumetric glassware, analytical balance* (preċiżjoni: ±0,1 mg).

6. **Kondizzjonijiet tal-kromatografija**

It-tip ta' kolonna u d-dimensjonijiet, u l-kondizzjonijiet tal-GC, għandhom ikunu dawk li l-*anethole* u l-*internal standard* ikunu separati minn xulxin u minn kull sustanza oħra li tista' tinterferixxi. Kondizzjonijiet tipiċi għall-kolonna mogħtija bhala eżempju f'5.3 huma:

▼ **M1**

- 6.1. Carrier gas: analytical helium
- 6.2. Rata tal-fluss: 2 ml/min
- 6.3. Injector temperature: 250 °C
- 6.4. Detector temperature: 250 °C
- 6.5. Kondizzjonijiet tat-temperatura tal-forn: *isothermal*, 180°C, *run time* 10 minuti
- 6.6. Injection volume: 1 µl, split 1:40.

7. **Kampjuni**

Il-kampjuni għandhom jinħażnu f'temperatura ambjentali, f'post mudlam u mhux kiesaħ.

8. **Proċedura**8.1 *Screening* tal-kampjun għall-*estragole*

Biex tassigura li m'hemm l-ebda *estragole* preżenti b'mod naturali fil-kampjun, għandha ssir analiżi *blank* mingħajr iż-żieda ta' ebda *internal standard*. Jekk l-*estragole* huwa preżenti b'mod naturali jrid jintgħażel *internal standard* ieħor (per eżempju *menthol*).

Ittrasferixxi bil-pipetta 2 ml tal-kampjun f'*volumetric flask* ta' 1-20 ml u kompli l-volum b'45 % *vol. ethanol* (4.4), ħallat sew.

8.2 Preparazzjoni ta' kampjuni mhux magħrufa

Ittrasferixxi bil-pipetta kampjun ta' 2 ml f'*volumetric flask* ta' 1-20 ml imbagħad żid 2 ml ta' soluzzjoni *internal standard* B (4.5.2) u kompli l-volum b'45 % *vol. ethanol* (4.4), ħallat sew.

8.3 Blank

Ittrasferixxi bil-pipetta 2 ml ta' soluzzjoni *internal standard* B (4.5.2) f'*volumetric flask* ta' 1-20 ml u kompli l-volum b'45 % *vol. ethanol* (4.4), ħallat sew.

8.4 Test ta' linearità

Qabel tinbeda l-analiżi, il-linearità tar-*response* tal-FID għandha tkun iċċekkjata billi jiġu analizzati b'mod suċċessiv tliet kopji preċiżi ta' kull waħda mil-*linearity standard solutions* (4.5.3).

Miż-żoni *peak* jew il-*peak heights* ta' l-*integrator* għal kull injezzjoni ipplotta *graph* tal-konċentrazzjoni tal-*mother solution* tagħhom fi g/l *versus* ir-*ratio R* għal kull wieħed.

$R = \frac{\text{il-peak height}}{\text{il-peak height}}$ jew żona tat-*trans-anethole* diviża bil-*peak height* jew żona ta' l-*estragole*.

Għandu jingħata *linear plot*.

8.5 Determinazzjoni

Injetta l-*blank solution* (8.3), segwita mis-soluzzjoni *standard C* (4.5.4), segwita minn wieħed mil-*linearity standards* (4.5.3) li se jaħdem bħala kampjun tal-kontroll tal-kwalità (dan jista' jintgħażel b'referenza għall-konċentrazzjoni probabbli ta' *trans-anethole* fdak li mhux magħruf) segwit minn hamsa mhux magħrufa (8.2); dahħal kampjun ta' linearità (għall-kontroll tal-kwalità) wara kull hames kampjuni mhux magħrufa, biex tassigura stabbiltà analitika.

▼ **M1**9. **Kalkolu tar-response factor**

Kejjel iż-żoni peak (billi tuża integrator jew xi data system oħra) jew il-peak heights (manual integration) għat-trans-anethole u l-peaks ta' l-internal standard.

9.1 Kalkolu tar-response factor (RF_i)

Ir-response factor huwa kkalkulat kif ġej:

$$RF_i = (C_i/\text{area or height}_i) * (\text{area or height}_{is}/C_{is})$$

Fejn:

C_i hija l-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* fis-soluzzjoni *standard* A (4.5.1)

C_{is} hija l-konċentrazzjoni ta' *internal standard* fis-soluzzjoni *standard* B (4.5.2)

area_i hija ż-żona (jew il-height) tal-peak tat-*trans-anethole*

area_{is} hija ż-żona (jew il-height) tal-peak ta' l-*internal standard*

RF_i huwa kkalkulat mill-hames kampjuni ta' soluzzjoni C (4.5.4).

9.2 Analizi tas-soluzzjonijiet tal-linearity response test.

Injetta s-soluzzjonijiet tal-linearity response test. (4.5.3).

9.3 Analizi tal-kampjun

Injetta s-soluzzjoni mhux magħrufa tal-kampjun (8.2).

10. **Kalkolu tar-riżultati**

Il-formola għall-kalkolu tal-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* hi din li ġejja:

$$c_i = C_{is} * (\text{żona jew height}_i/\text{żona jew height}_{is}) * RF_i$$

Fejn:

c_i hija l-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* mhux magħrufa

C_{is} hija l-konċentrazzjoni ta' *internal standard* fis-soluzzjoni mhux magħrufa (4.5.2)

Area jew height_i hija ż-żona jew il-height tal-peak tat-*trans-anethole*

Area jew height_{is} hija ż-żona jew il-height tal-peak ta' l-*internal standard*

RF_i huwa *r-response coefficient* (ikkalkulat bħal dak f'9.1)

Il-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* hija espressa fi grammi f'kull litru, sa punt deċimali wieħed.

11. **Assigurazzjoni u kontroll tal-kwalità**

Il-chromatograms iridu jkunu dawk li l-*anethole* u l-*internal standard* ikunu separati minn xulxin u minn kull sustanza oħra li tista' tinterferixxi. Il-valur tar-RF_i huwa kkalkulat mir-riżultati għall-hames injezzjonijiet ta' soluzzjoni C (4.5.4). Jekk il-coefficient of variation (CV % = (standard deviation/mean)*100) huwa sa plus jew minus 1 %, il-valur medju tar-RF_i huwa aċċettabbli.

▼ **M1**

Il-kalkolu ta' hawn fuq għandu jintuża biex tkun kalkolata l-koncentrazzjoni ta' *trans-anethole* fil-kampjun magħżul għall-kontroll tal-kwalità mis-soluzzjonijiet tal-*linearity control* (4.5.3).

Jekk ir-riżultati medji kkalkulati mill-analiżi tal-*linearity solution* magħżula bħala kampjun għall-*internal quality control* (IQC) huma sa *plus* jew *minus* 2,5 % tal-valur teoretiku tagħhom, allura r-riżultati għall-kampjuni mhux magħrufa jistgħu jkunu aċċettati.

12. **Trattament tal-kampjun tax-xorb alkoholiku li fih ammont kbir ta' zokkor u tal-kampjun tal-likuri qabel l-analiżi bil-GC**

Estrazzjoni ta' alkohol mix-xorb alkoholiku li fih ammont kbir ta' zokkor, sabiex tkun tista' tiġi ddeterminata l-koncentrazzjoni ta' *trans-anethole* bl-użu tal-kromatografija b'gass kapillari.

12.1. Prinċipju

Parti mill-kampjun tal-likuri tittiehed u ma' din jinżied l-*internal standard*, f'koncentrazzjoni simili għal dik ta' l-*analyte* (*trans-anethole*) fil-likur. Ma' dan jinżiedu *sodium phosphate dodecahydrate* u *anhydrous ammonium sulphate*. It-tahlita li tirriżulta tithawwad sew u titkessaħ, żewġ saffi jiżviluppaw, u s-saff ta' alkohol fil-wiċċ jitneħħa. Parti minn dan is-saff ta' alkohol tittiehed u tiġi dilwita ma' soluzzjoni ta' 45 % *ethanol* (4.4) (Nota: l-ebda *internal standard* ma jiżdied f'din il-fażi, għax diġa żdied). Is-soluzzjoni li tirriżulta tiġi analizzata fil-kromatografija tal-gass.

12.2. Reaġenti u materjali

Waqt l-estrazzjoni uża biss reaġenti ta' purità ikbar minn 99 %.

12.2.1. Ammonium sulphate, anhydrous, (CAS 7783-20-2).

12.2.2. Sodium phosphate, dibasic, dodecahydrate, (CAS 10039-32-4).

12.3. Apparat

Conical flasks, separating flasks, frigġ.

12.4. Proċedura

12.4.1. *Screening* tal-kampju għall-*estragole*

Biex tassigura li m'hemm l-ebda *estragole* preżenti b'mod naturali fil-kampjun, għandhom isiru *blank extraction* (12.6.2) u analiżi mingħajr iż-żieda ta' ebda *internal standard*. Jekk l-*estragole* huwa preżenti b'mod naturali jrid jintgħażel *internal standard* iehor.

12.4.2. Estrazzjoni

Ittrasferixxi bil-pipetta 5 ml ta' 96 % *ethanol* (4.1) f'*conical flask*, iżen f'dan il-*flask* 50 mg ta' *internal standard* (4.3), u žid 50 ml tal-kampjun. Žid 12 g ta' *ammonium sulphate, anhydrous* (12.2.1), 8.6 g ta' *dibasic sodium phosphate, dodecahydrate* (12.2.2). Aghlaq il-*conical flask* b'tapp.

Hawwad il-*flask* għal mill-inqas 30 minuta. Jista' jintuża apparat mekkaniku għat-taħwid, imma mhux *Teflon coated magnetic stirring bar*, minhabba li t-*Teflon* jassorbi f'it mill-*analyte*. Ara li l-impluħa miżjuda ma jdubux kompletament.

Poġġi l-*flask* magħluq bit-tapp fi frigġ ($T < 5\text{ C}$) għal mill-inqas sagħtejn.

▼ **M1**

Wara dan il-hin, suppost li jkun hemm żewġ saffi distinti ta' likwidi u residwu solidu. Is-saff ta' alkohol għandu jkun ċar, jekk le, erga' poġġi fil-frigġ sakemm ikun hemm separazzjoni ċara.

Meta s-saff ta' l-alkoħol ikun ċar, hu bil-galbu parti minnu (per eżempju 10 ml), mingħajr ma ċcaqlaq is-saff ta' l-ilma, poġġi f'tubu tal-ħġieġ kulur ambra u għalaq sew.

12.4.3. Preparazzjoni tal-kampjun estratt li se jkun analizzat

Ħalli l-estratt (12.4.2) jilħaq temperatura ambjentali.

Ħu 2 ml tas-saff ta' l-alkoħol tal-kampjun estratt u ttrasferixxi bil-pipetta f'*volumetric flask* ta' l-20 ml, kompli l-volum b'45 % *ethanol* (4.4), ħallat sew.

12.5. Determinazzjoni

Segwi l-proċedura kif indikat f'8.5.

12.6. Kalkolu tar-riżultati

Uża l-formola li ġejja biex tikkalkula r-riżultati:

$$C_i = (m_{is}/V) * (area_i/area_{is}) * RF_i$$

fejn:

m_{is} hija l-piż ta' *internal standard* (4.3) meħud (12.4.2) (f'milligrammi)

V hija l-volum ta' kampjun mhux magħruf (50 ml)

RF_i hija *r-response factor* (9.1)

$area_i$ hija ż-żona tal-*peak* tat-*trans-anethole*

$area_{is}$ hija ż-żona tal-*peak* ta' *internal standard*

Ir-riżultati huma espressi fi grammi f'kull litru, sa punt deċimali wiehed.

12.7. Kontroll u assigurazzjoni tal-kwalità

Segwi l-proċedura kif indikat fi 11 hawn fuq.

13. **Karatteristiċi ta' method performance (preċiżjoni)**

Riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju:

It-tabelli li ġejjin jagħtu l-valuri għall-*anethole*.

L-informazzjoni li ġejja ttiċhdet minn studju internazzjonali ta' *method performance* magħmul skond proċeduri miftehema internazzjonalment.

Sena ta' test interlaboratorju	1 998
Numru ta' laboratorji	16
Numru ta' kampjuni	10
Analyte	<i>anethole</i>

▼ **M1**

Pastis:

Kampjuni	A	B	C	D	E	F
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	15	15	15	13	16	16
Numru ta' dawk li varjaw ħafna (laboratorji)	1	1	1	3	—	—
Numru ta' riżultati aċċettati	30	30	30	26	16	16
Valur medju g/l	1,477	1,955	1,940	1,833	1,741	1,754
Repeatability standard deviation (Sr) g/l	0,022	0,033	0,034	0,017	—	—
Repeatability relative standard deviation (RSDr) (%)	1,5	1,7	1,8	0,9	—	—
Repeatability limit (r) g/l	0,062	0,093	0,096	0,047	—	—
Reproducibility standard deviation (SR) g/l	0,034	0,045	0,063	0,037	0,058	0,042
Reproducibility relative standard deviation (RSDR) (%)	2,3	2,3	3,2	2,0	3,3	2,4
Reproducibility limit (R) g/l	0,094	0,125	0,176	0,103	0,163	0,119

Tipi ta' kampjuni:

- A pastis, blind duplicates
- B pastis, blind duplicates
- C pastis, blind duplicates
- D pastis, blind duplicates
- E pastis, single duplicates
- F pastis, single duplicates

Xorb alkoholiku ieħor b'toghma taż-żerriegħa ta' l-anisi:

Kampjuni	G	H	I	J
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	16	14	14	14
Numru ta' dawk li varjaw ħafna (laboratorji)	-	2	1	1
Numru ta' riżultati aċċettati	32	28	28	28
Valur medju g/l	0,778 0,530 (*)	1,742	0,351	0,599
Repeatability standard deviation (Sr) g/l	0,020	0,012	0,013	0,014
Repeatability relative standard deviation (RSDr) (%)	3,1	0,7	3,8	2,3
Repeatability limit (r) g/l	0,056	0,033	0,038	0,038
Reproducibility standard deviation (SR) g/l	0,031	0,029	0,021	0,030
Reproducibility relative standard deviation (RSDR) (%)	4,8	1,6	5,9	5,0
Reproducibility limit (R) g/l	0,088	0,080	0,058	0,084

Tipi ta' kampjuni:

- G ouzo, split levels (*)
- H anisi, blind duplicates
- I likur b'toghma taż-żerriegħa ta' l-anisi, *duplicates*
- J likur b'toghma taż-żerriegħa ta' l-anisi, *duplicates*.

▼ **M1**

VI. **GLYCYRRHIZIC ACID. DETERMINAZZJONI TA' GLYCYRRHIZIC ACID BL-UŻU TAL-KROMATOGRAFIJA HIGH-PERFORMANCE TAL-LIKWIDU**

1. **Għan**

Dan il-metodu huwa addattat għad-determinazzjoni ta' *glycyrrhizic acid* f'xorb alkoholiku b'toghma taż-żerriegħa ta' l-anisi bl-użu tal-kromatografija tal-likwidu *high performance* (HPLC). Ir-Regolament (KEE) Nru. 1576/89 jispeċifika li kull xorb alkoholiku b'toghma taż-żerriegħa ta' l-anisi msejjjah "*pastis*" irid ikun fih bejn 0,05 u 0,5 g ta' *glycyrrhizic acid* f'kull litru.

2. **Referenzi normattivi**

ISO 3696: 1987 Ilma għall-użu ta' l-analizi fil-laboratorji – Speċifikazzjonijiet u metodi ta' l-ittestjar.

3. **Prinċipju**

Il-konċentrazzjoni ta' *glycyrrhizic acid* hija ddeterminata bl-użu tal-kromatografija tal-likwidu *high performance* (HPLC) bil-*UV detection*. Soluzzjoni standard u l-kampjun tat-test huma ffiltrati u huma injettati separatament direttament fis-sistema HPLC.

4. **Reaġenti u materjali**

Waqt l-analizi, uża biss reaġenti ta' grad HPLC, *absolute ethanol* u ilma ta' grad 3 kif definit mill-ISO 3696.

4.1. *Ethanol 96 % vol.* (CAS 64-17-5).

4.2. Ammonium glycyrrhizinate, C₄₂H₆₂O₁₆NH₃ (Glycyrrhizic acid ammonium salt)

(*Mol. Wt.*: 839,98) (CAS 53956-04-0): purità mill-anqas 90 %

(*Mol. Wt.*: glycyrrhizic acid 822,94).

4.3. Glacial acetic acid, CH₃COOH, (CAS 64-19-7).

4.4. *Methanol*, CH₃OH (CAS 67-56-1).

4.5. Ethanol 50 % vol.

Għal 1 000 ml f'temperatura ta' 20°C:

— 96 % *vol. ethanol* (4.1): 521 ml

— Ilma (2.0): 511 ml.

4.6. Preparazzjoni ta' l-HPLC *elution solutions*

4.6.1. Elution solvent A (eżempju)

80 parti (skond il-volum) ta' ilma (2.0)

20 parti (skond il-volum) ta' *acetic acid* (4.3).

Nehhi l-gass mill-*elution solvent* għal hames minuti.

Nota: Jekk l-ilma wżat ma għiex mikrofiltrat, ahjar tiffiltra l-*elution solvent* preparat fuq filter għall-*organic solvents* b'*pore size* inqas minn jew fid-daqs ta' 0,45µm.

4.6.2. Elution solvent B

Methanol (4.4).

4.7. Preparazzjonijiet ta' soluzzjonijiet standard

Is-soluzzjonijiet standard kollha jridu jkunu preparati mill-ġdid wara xahrejn.

4.7.1. Soluzzjoni ta' referenza C

Iżen għall-eqreb 0,1 mg, 25 mg ta' *ammonium glycyrrhizinate* (4.2) f'*volumetric flask* tal-100 ml. Żid ftit 50 % *vol. ethanol* (4.5) u dewweb l-*ammonium glycyrrhizinate*. Meta jkun dab kompli sal-marka b'50 % *vol. ethanol* (4.5).

▼ **M1**

Iffiltra minn filter għall-*organic solvent*.

4.7.2. Soluzzjonijiet standard użati biex tiċċekkja l-linearità tar-*response* ta' l-istrumentazzjoni

Soluzzjoni għall-użu ta' 1,0 g/l hija preparata billi tiżen, bl-iktar mod preċiż possibbli 0,1 mg, 100 mg ta' *ammonium glycyrrhizinate* f'*volumetric flask* tal-100 ml. Żid ftit 50 % *vol. ethanol* (4.5) u dewweb l-*ammonium glycyrrhizinate*. Meta jkun dab kompli sal-marka b'50 % *vol. ethanol* (4.5).

Mill-inqas erba' soluzzjonijiet oħra li jikkorrispondu għal 0,05, 0,1, 0,25 u 0,5 g/l ta' *ammonium glycyrrhizinate* huma preparati billi jiġu trasferiti bil-pipetta rispettivament 5 ml, 10 ml, 25 ml u 50 ml tas-soluzzjoni għall-użu ta' 1,0 g/l f'*volumetric flasks* separati tal-100 ml. Imbagħad kompli sal-marka b'50 % *vol. ethanol* (4.5) u hallat sew.

Iffiltra s-soluzzjonijiet kollha minn filter għall-*organic solvents*

5. **Apparat**

5.1. Sistema ta' separazzjoni

5.1.1 Kromatografu *high-performance* tal-likwidu.

5.1.2. Sistema ta' ppumpjar li tippermettitek li tilhaq u żżomm rata ta' fluss kostanti jew iprogrammata bi preċiżjoni kbira.

5.1.3. *UV spectrophotometric detection system*: għandu jkun issettjat fuq 254 nm.

5.1.4. Solvent degassing system.

5.2. *Computational integrator* jew *recorder*, li l-*performance* tiegħu hija kompatibbli mal-bqija tas-sistema.

5.3. Kolonna (eżempju):

Materjal: *stainless steel* jew ħġieġ

Diametru ta' ġewwa: 4 sa 5 mm

Tul: 100 sa 250 mm

Fażi stazzjonarja: *cross-linked silica* ma' *octadecyl functional group* (C18) (preferibbilment sferiku), *particle size* massimu: 5 µm.

5.4. Apparat tal-laboratorju

5.4.1. *Analytical balance* bi preċiżjoni ta' 0,1 mg

5.4.2. A-grade volumetric glassware

5.4.3. Micromembrane filtration arrangement għal volumi żgħar.

6. **Kondizzjonijiet tal-kromatografija**

6.1. Karatteristiċi ta' l-*elution*: (eżempju)

— rata tal-fluss: 1 ml/minuta,

— *solvent* A = 30 %,

— *solvent* B = 70 %.

6.2. Detection:

— UV = 254 nm

7. **Proċedura**

7.1. Preparazzjoni tal-kampjun tax-xorb alkoħoliku

Iffiltra, jekk ikun hemm bżonn, minn filter għall-*organic solvents* (*pore diameter*: 0,45 µm).

▼ **M1**

7.2. Determinazzjoni

Meta l-kondizzjonijiet tal-kromatografija jkunu stabbilew ruħhom,

— injetta 20 µl tas-soluzzjoni ta' referenza C (4.7.1),

— injetta 20 µl tas-soluzzjoni tal-kampjun,

— qabbel iż-żewġ *chromatograms*. Identifika l-peaks ta' *glycyrrhizic acid* mir-*retention times* tagħhom. Kejjel iż-żoni (jew il-*heights*) tagħhom u kkalkula l-konċentrazzjoni fi g/l sa żewġ numri decimali billi tuża l-ekwazzjoni li ġejja:

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

fejn:

c hija l-konċentrazzjoni fi grammi f'kull litru ta' *glycyrrhizic acid* fix-xorb alkoħoliku li jkun qed jiġi analizzat

C hija l-konċentrazzjoni fi grammi f'kull litru ta' *ammonium glycyrrhizinate* fis-soluzzjoni ta' referenza

h hija ż-żona (jew il-*height*) tal-*peak* ta' *glycyrrhizic acid* tax-xorb alkoħoliku li jkun qed jiġi analizzat

H hija ż-żona (jew il-*height*) tal-*peak* ta' *glycyrrhizic acid* tas-soluzzjoni ta' referenza

P hija l-purità tar-referenza *ammonium glycyrrhizinate* (f' %)

823 hija l-massa ta' *mole* wieħed ta' *glycyrrhizic acid*

840 hija l-massa ta' *mole* wieħed ta' *ammonium glycyrrhizinate*.

8. **Karatteristiċi ta' method performance (preċiżjoni)**

Riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju:

It-tabella li ġejja tagħti l-valuri għall-*glycyrrhizic acid*.

L-informazzjoni li ġejja ttiġid minn studju internazzjonali ta' *method performance* magħmul skond proceduri miftiehma internazzjonalment.

Sena ta' test interlaboratorju	1 998
Numru ta' laboratorji	16
Numru ta' kampjuni	5
Analyte	glycyrrhizic acid

Kampjuni	A	B	C	D	E
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw hafna	13	14	15	16	16
Numru ta' dawk li varjaw hafna (laboratorji)	3	2	1	-	-
Numru ta' riżultati aċċettati	26	28	30	32	32
Valur medju g/l	0,046	0,092 (*) 0,099	0,089	0,249	0,493
Repeatability standard deviation (Sr) g/l	0,001	0,001	0,001	0,002	0,003
Repeatability relative standard deviation (RSDr) (%)	1,5	1,3	0,7	1,0	0,6
Repeatability limit (r) g/l	0,002	0,004	0,002	0,007	0,009
Reproducibility standard deviation (SR) g/l	0,004	0,007	0,004	0,006	0,013

▼ M1

Kampjuni	A	B	C	D	E
Reproducibility relative standard deviation (RSDR) (%)	8,6	7,2	4,0	2,5	2,7
Reproducibility limit (R) g/l	0,011	0,019	0,010	0,018	0,037

Tipi ta' kampjuni:

- A pastis, blind duplicates
- B pastis, split levels (*)
- C pastis, blind duplicates
- D pastis, blind duplicates
- E pastis, blind duplicates

▼ **M1**

VII. **CHALCONES, METODU TAL-KROMATOGRAFIJA TAL-LIKWIDU
HIGH-PERFORMANCE BIEX TIVVERIFIKA L-PREŻENZA TA'
CHALCONES FIL-PASTIS**

1. **Għan**

Dan il-metodu huwa addattat biex tiddetermina jekk iċ-*chalcones* humiex preżenti fix-xorb alkoholiku b'toġhma ta' l-anisi jew le. *Chalcones* huma koloranti naturali tal-familja *flavonoid* li huma preżenti fl-għeruq tal-likurizja (*Glycyrrhiza glabra*).

Biex xorb alkoholiku b'toġhma taż-żerriegħa ta' l-anisi jissejjaħ “*pastis*”, irid ikun fih iċ-*chalcones* (Regolament (KEE) Nru. 1576/89).

2. **Referenzi normattivi**

ISO 3696: 1987 Ilma għall-użu ta' l-analizi fil-laboratorji – Speċifikazzjonijiet u metodi ta' l-ittestjar.

3. **Prinċipju**

Soluzzjoni ta' referenza ta' estratt tal-likurizja hija preparata. Il-preżenza jew l-assenza ta' *chalcones* hija ddeterminata bl-użu tal-kromatografija *high-performance* tal-likwidu (HPLC) bil-*UV detection*.

4. **Reaġenti u materjali**

Waqt l-analizi, uża biss reaġenti ta' grad HPLC. *L-ethanol* għandu jkun 96 % *vol.* Għandu jintuża ilma ta' grad 3 biss kif definit mill-ISO 3696.

4.1. *Ethanol 96 % vol.* (CAS 64-17-5)

4.2. *Acetonitrile, CH₃CN*, (CAS 75-05-8)

4.3. Sustanza ta' referenza: *Glycyrrhiza glabra*: likurizja, “*sweet root*”

Għeruq tal-likurizja mithunin mhux fini (*Glycyrrhiza glabra*). Dimensjonijiet medji tal-biċċiet tawwalin: tul: 10 sa 15 mm, ħxuna: 1 sa 3 mm.

4.4. Sodium acetate, CH₃COONa, (CAS 127-09-3)

4.5. Glacial acetic acid, CH₃COOH, (CAS 64-19-7)

4.6. Preparazzjoni tas-soluzzjonijiet

4.6.1. Ethanol 50 % volume

Għal 1 000 ml f'temperatura ta' 20 °C:

— 96 % *vol.* ethanol (4.1): 521 ml,

— Ilma (2.0): 511 ml.

4.6.2. Solvent A: acetonitrile

Acetonitrile (4.2) ta' purità għall-analizi HPLC.

Nehhi l-gass

4.6.3. Solvent B: 0,1 M sodium acetate buffer solution, pH 4,66.

Iżen 8,203 g ta' *sodium acetate* (4.4), iżid 6,005 g ta' *glacial acetic acid* (4.5) u kompli għal 1 000 ml bl-ilma (2) f'*volumetric flask*.

5. **Preparazzjoni ta' l-estratt ta' referenza mill-*Glycyrrhiza glabra* (4.3)**

5.1. Iżen 10 g ta' għeruq tal-likurizja (*Glycyrrhiza glabra*) (4.3) u poġġiha f'*distillation flask* bil-qiegħ tond.

— iżid 100 ml ta' 50 % *vol.* ethanol (4.6.1),

— għalli taht *reflux* għal siegħa,

— iffiltra,

— poġġi l-likwidu filtrat għalih biex tuzah iktar tard

▼ **M1**

- 5.2. Hu l-estratt tal-likurizja mill-filter
- poġġih f*distillation flask* bil-qiegh tond,
 - žid 100 ml ta' 50 % vol. ethanol (4.6.1),
 - għalli taht *reflux* għal siegħa,
 - iffiltra. Poġġi l-likwidu filtrat għalih biex tużah iktar tard.
- 5.3. L-estrazzjoni tal-likurizja trid issir tliet darbiet wara xulxin.
- 5.4. Hallat it-tliet likwidi filtrati.
- 5.5. Evapora s-solvent phase (ta' 5.4.) fuq rotary evaporator.
- 5.6. Hu l-estratt residwu (ta' 5.5) ma' 100 ml 50 % vol. ethanol (4.6.1).
6. **Apparat**
- 6.1. Sistema ta' separazzjoni.
- 6.1.1. Kromatografija tal-likwidu *high-performance*.
- 6.1.2. Sistema ta' ppumpjar li kapaċi tilhaq u żżomm rata ta' fluss kostanti jew programmata bi pressjoni għolja.
- 6.1.3. *UV/visible spectrophotometric detection system* li tista' tkun issettjata fuq 254 u 370 nm.
- 6.1.4. Solvent degassing system:
- 6.1.5. *Column oven* li jista' jkun issettjat għal temperatura ta' $40 \pm 0,1$ °C.
- 6.2. *Computational integrator* jew *recorder*, li l-*performance* tiegħu hija kompatibbli mal-bqija tas-sistema ta' separazzjoni.
- 6.3. Kolonna
- Materjal: *stainless steel* jew hġieg
- Diametru ta' ġewwa: 4 sa 5 mm
- Faži stazzjonarja: cross-linked silica ma' octadecyl derived functional group (C18), particle size: 5 µm l-iktar (faži *cross-linked*).
- 6.4. Apparat komuni tal-laboratorju, inkluż:
- 6.4.1. *analytical balance* (preċiżjoni: $\pm 0,1$ mg);
- 6.4.2. Apparat tad-distillar b'*reflux condenser*, li jinkludi, per eżempju:
- flask bil-qiegh tond tal-250 ml bi standardised ground-glass joint,
 - reflux condenser twil 30 cm, u
 - sors ta' shana (kull reazzjoni piroġenika li tinvolvi l-materja estrattiva trid tkun evitata billi tuża arrangament addattat).
- 6.4.3. Apparat tar-*rotary evaporation*.
- 6.4.4. Apparat għall-filtrazzjoni (i.e. *Buchner funnel*).
- 6.5. Kondizzjonijiet tal-kromatografija (eżempju).
- 6.5.1. Karatteristiċi ta' *elution* ta' *solvents A* (4.6.2) u B (4.6.3):
- bidla minn 20/80 (v/v) għal 50/50 (v/v) *gradient* fi 15-il minuta,
 - bidla minn 50/50 (v/v) għal 75/25 (v/v) *gradient* f'ħames minuti,
 - saħħa ugwali ta' 75/25 (v/v) għal ħames minuti,

▼ **M1**

— stabilizzazzjoni tal-kolonna bejn l-injezzjonijiet,

— saħħa ugwali ta' 20/80 (v/v) għal ħames minuti.

6.5.2. Rata tal-fluss: 1 ml/minuta.

6.5.3. Issettjar tal-UV detector:

id-detector irid ikun issettjat fuq 370 nm biex tinstab il-preżenza ta' *chalcones* u mbagħad fuq 254 nm biex jinstab il-*glycyrrhizic acid*.

Nota: il-bidla ta' *wavelength* (minn 370 nm għal 254 nm) trid issir 30 sekonda qabel il-bidu tal-*peak* ta' elution tal-*glycyrrhizic acid*.

7. Proċedura

7.1. Preparazzjoni tal-kampjun tax-xorb alkoħoliku

Iffiltra minn filter għall-*organic solvents* (*pore diameter*: 0,45 µm).

7.2. Preparazzjoni ta' l-estratt ta' likurizja residwu (5.6)

Għamel *dilution* wiehed f'għaxra b'50 % *vol. ethanol* (4.6.1) qabel l-analiżi.

7.3. Determinazzjoni

7.3.1. Injetta 20 µl ta' l-estratt ta' likurizja preparat (7.2). Għamel l-analiżi billi tuża l-kondizzjonijiet tal-kromatografija deskritti hawn fuq (6.5).

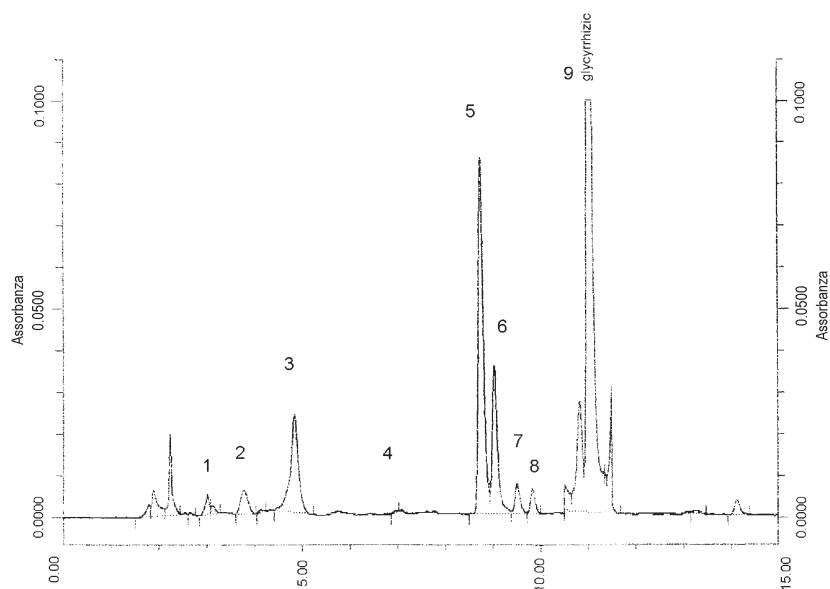
7.3.2. Injetta 20 µl tal-kampjun (7.1) (kampjun tax-xorb alkoħoliku b'toghma taż-zerriegħa ta' l-anizi). Għamel l-analiżi billi tuża l-kondizzjonijiet tal-kromatografija deskritti hawn fuq (6.5).

7.3.3. Qabbel iż-żewġ *chromatograms*. Għandu jkun hemm xebh kbir bejn iż-żewġ *chromatograms* fil-*chalcone exit zone* (waqt id-*detection* ta' 370 nm taht il-kondizzjonijiet ta' l-analiżi deskritti hawn fuq) (ara Tabella 1).

8. Chromatogram karatteristiku għal *pastis*

Figura 1

Il-chromatogram li jirriżulta mill-metodu deskritt hawn fuq, li juri l-preżenza ta' *chalcones* f'“*pastis*”. Il-Peaks 1 sa 8 huma *chalcones* u peak 9 hija *glycyrrhizic acid*.



▼ **M1**9. **Karatteristiċi ta' method performance (preċiżjoni)**

Riżultati tat-test interlaboratorju:

It-tabella li ġejja tagħti l-*performance* għal rikonoxximent ta' preżenza jew assenza ta' *chalcones* fil-*pastis* u f'xorb alkoħoliku bit-toghma taż-zerriegħa ta' l-anisi.

L-informazzjoni li ġejja ttiehdet minn studju internazzjonali ta' *method performance* magħmul skond proċeduri miftiehma internazzjonalment.

Sena ta' test interlaboratorju	1 998
Numru ta' laboratorji	14
Numru ta' kampjuni	11
Analyte	chalcones

Kampjuni	A	B	C	D	E	F
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	14	14	14	14	14	13
Numru ta' dawk li varjaw ħafna minn ohrajn (laboratorji)	—	—	—	—	—	1 (*)
Numru ta' riżultati aċċettati	28	14	14	28	28	26
Numru ta' riżultati għall-preżenza ta' <i>chalcones</i>	28	14	14	0	28	0
Numru ta' riżultati għall-assenza ta' <i>chalcones</i>	0	0	0	28	0	26
Persentaġġ ta' riżultati tajbin (%)	100	100	100	100	100	100

(*) Riżultati inkonsistenti bejn iż-żewġ *duplicates* attribwiti għal żball ta' *sampling*

Kampjuni	G	H	I	J	K
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	14	14	14	14	14
Numru ta' dawk li varjaw ħafna (laboratorji)	—	—	—	—	—
Numru ta' riżultati aċċettati	28	14	14	28	28
Numru ta' riżultati għall-preżenza ta' <i>chalcones</i>	0	0	0	0	0
Numru ta' riżultati għall-assenza ta' <i>chalcones</i>	28	14	14	28	28
Persentaġġ ta' riżultati tajbin (%)	100	100	100	100	100

Tipi ta' kampjuni:

A *pastis*, blind *duplicates*

B *pastis*, single sample

C *pastis*, single sample

D “*pastis*” (li ma fihx *chalcones*), blind *duplicates*

E *pastis* (li ma fihx *chalcones*), blind *duplicates*

F likur b'toghma taż-zerriegħa ta' l-anisi (li ma fihx *chalcones*), blind *duplicates*

▼ **M1**

- G likur b'toghma taż-żerriegħa ta' l-anisi (li ma fihx *chalcones*), *blind duplicates*
- H ouzo (li ma fihx *chalcones*), single sample
- I ouzo (li ma fihx *chalcones*), single sample
- J anisi (li ma fihx *chalcones*), blind duplicates
- K “pastic” (li ma fihx *chalcones*), blind duplicates.

▼ **M2****VIII. ZOKKOR TOTALI****1. Kamp tal-applikazzjoni**

Il-metodu HPLC–RI jiġi applikat biex jiddetermina t-total ta' zokkor (espress bħala zokkor invertit) fl-ispirti, bl-eskluzjoni ta' likuri li fihom il-bajd u l-prodotti tal-halib.

Il-metodu ġie vvalidat fi studju interlaboratorju għall-pastis, l-anizetta distillata, il-likur tač-čirasa, il-crème de (segwit bl-isem ta' frotha jew il-materja prima użata) u l-crème de cassis, fil-livelli li jvarjaw bejn 10,86 g/l sa 509,7 g/l. Madankollu, il-linearità tar-rispons tal-istrument ġiet ippruvata għall-medda tal-koncentrazzjoni 2,5 g/l sa 20,0 g/l.

Dan il-metodu mhuwiex mahsub biex jiddetermina l-livelli baxxi ta' zokkor.

2. Referenzi Normattivi

ISO 3696:1987 Ilma għall-użu analitiku — Speċifikazzjonijiet u metodi tal-ittejtjar.

3. Prinċipju

Assaġġi ta' kromatografija likwida ta' prestazzjoni għolja tas-soluzzjonijiet taz-zokkor, biex jiġu determinati l-koncentrazzjonijiet tal-glukożju, tal-fruttożju, tas-sukrożju, tal-maltożju u tal-lattożju.

Dan il-metodu juża fażi stazzjonarja alkilamina u d-detezzjoni ta' riffrattometrija differenzjali u qed jingħata bħala eżempju. L-użu ta' reżini ta' skambju anjoniku bħala fażi stazzjonarja għandu jkun possibbli wkoll.

4. Reaġenti u Materjali

4.1. Glukożju (CAS 50-99-7), b'purezza tal-inqas 99 %.

4.2. Fruttożju (CAS 57-48-7), b'purezza tal-inqas 99 %.

4.3. Sukrożju (CAS 57-50-1), b'purezza tal-inqas 99 %.

4.4. Lattożju (CAS 5965-66-2), b'purezza tal-inqas 99 %.

4.5. Maltożju monoidrat (CAS 6363-53-7), b'purezza tal-inqas 99 %.

4.6. Aċetonitril pur (CAS 75-05-8) għall-analiżi HPLC.

4.7. Ilma distillat jew demineralizzat, preferibbilment mikrofiltrat.

4.8. Solventi (eżempju)

Is-solvent tal-elwizzjoni huwa magħmul minn:

75 parti b'volum ta' aċetonitril (4.6),

25 parti b'volum ta' ilma distillat (4.7).

Għaddi l-elju minnu b'rata baxxa għal 5-10 minuti qabel jintuża biex inehħi l-gass.

Jekk l-ilma użat ma jkunx ġie mikrofiltrat, is-solvent għandu jiġi ffiltrat b'filter għas-solventi organiċi b'daq tal-pori 0,45 µm jew inqas.

4.9. Etanol assolut (CAS 64-17-5).

4.10. Soluzzjoni ta' etanol (5 %, v/v).

4.11. Thejija ta' soluzzjoni ewlenija standard (20 g/L)

Iżen 2 g minn kull zokkor li jrid jiġi analizzat (4.1. sa 4.5.), ittrasferihom mingħajr telf fi flask volumetrik ta' 100 mL. (NB 2.11 g ta' maltożju monoidrat huwa ekwivalenti għal 2 g ta' maltożju).

▼ **M2**

Aġġusta għal 100 mL b'5 % alkoħol (4.10), hawwad u aħžen f'madwar + 4 °C. Hejji soluzzjoni ewlenija ġdida darba fil-ġimgħa.

4.12. Thejjiġa ta' soluzzjonijiet standard tax-xoġhol (2,5, 5,0, 7,5, 10,0 u 20,0 g/L)

Iddilwa s-soluzzjoni ewlenija, 20 g/L, (4.11) bejn wieħed u ieħor b'5 % vol. ta' soluzzjoni ta' alkoħol (4.10) biex tagħti hames standards ta' xoġhol ta' 2,5, 5,0, 7,5, 10,0 u 20,0 g/L. Iffiltra b'filter b'daqs tal-pori 0,45 µm jew anqas (5.3).

5. **Apparat u Tagħmir**

5.1. Is-sistema HPLC tista' tikseb riżoluzzjoni bażi taz-zokkor kollu.

5.1.1. Il-kromatografija likwida ta' prestazzjoni għolja b'valv tal-injezzjoni b'sitt passaġġi mghammar b'loop ta' 10 µL jew kwalunkwe apparat ieħor, kemm jekk awtomatiku jew manwali, għall-injezzjoni affidabbli tal-mikrovolumi.

5.1.2. Sistema ta' ppumpjar li tippermettilek tilhaq u żżomm rata ta' fluss kostanti jew ipprogrammata bi preċiżjoni kbira.

5.1.3. Rifraktometru differenzjali.

5.1.4. Integratur jew recorder komputazzjonali, li l-prestazzjoni tiegħu hija kompatibbli mal-bqija tas-sistema.

5.1.5. Prekolonna:

Huwa rrakkomandat li tinhemeż prekolonna adattata mal-kolonna analitika.

5.1.6. Kolonna (eżempju):

Materjal:	azzar inossidabbli jew ħġieġ.
Dijametru Intern:	2-5 mm.
Tul:	100-250 mm (jiddependi mid-daqs tal-particelli ippakkjati), pereżempju, 250 mm jekk il-particelli għandhom dijametru ta' 5 µm.
Fażi stazzjonarja:	gruppi funzjonali tal-alkilamina ibbondjati mas-siliċe, daqs massimu tal-particella 5 µm.

5.1.7. Kundizzjonijiet tal-kromatografija (eżempju):

Solvent tal-elwizzjoni (4,8), rata ta' fluss: 1 mL/minuta.

Detezzjoni: Rifraktometrija differenzjali.

Biex jiġi żgurat li d-ditekter ikun perfettament stabbli, għandu jinxteghel f'it sigħat qabel l-użu. Iċ-ċellola ta' referenza trid tintela bis-solvent ta' elwizzjoni.

5.2. Bilanċ analitiku preċiż sa 0,1 mg.

5.3. Apparat għall-filtrazzjoni għal volumi żgħar bl-użu ta' mikromembrana 0,45 µm.

6. **Hażna tal-kampjuni**

Meta jaslu, il-kampjuni jinhażnu f'temperatura tal-kamra qabel l-analiżi.

7. **Proċedura**

7.1. PARTI A: Thejjiġa tal-Kampjun

7.1.1. Hawwad il-kampjun.

▼ **M2**

7.1.2. Iffiltra l-kampjun minn ġo filtru b'daqs tal-pori 0,45 µm jew inqas (5.3).

7.2. PARTI B: HPLC

7.2.1. Determinazzjoni

Injetta 10 µL tas-soluzzjoni standard (4.12.) u l-kampjuni (7.1.2.). Aghmel l-analiżi skont il-kundizzjonijiet adattati tal-kromatografija, pereżempju dawk deskritti hawn fuq.

7.2.2. Jekk xi massimu ta' kampjun ikollu erja (jew għoli) akbar mill-ogħla livell korrispondenti fl-aktar standard ikkonċentrat, il-kampjun għandu jiġi dilwit bl-ilma ddistillat u analizzat mill-ġdid.

8. **Kalkolu**

Qabbel iż-żewġ kromatogrami miksuba mis-soluzzjoni standard u l-ispirtu. Identifika l-qċaċet permezz tal-hinijiet tagħhom ta' retenzjoni. Kejjel l-erjas (jew l-għoli) tagħhom biex tikkalkula l-konċentrazzjonijiet permezz tal-metodu standard estern. Qis kull dilwizzjoni magħmula fuq il-kampjun.

Ir-riżultat finali huwa s-somma ta' sukrożju, maltożju, lattożju, glukożju u fruttożju, espressa bħala zokkor invertit fi g/L.

Iz-zokkor invertit huwa kkalkulat bħala s-somma tal-monosakkaridi u d-disakkaridi bi proprjetajiet ta' riduzzjoni kollha preżenti, flimkien mal-ammont stojkjometriku ta' glukożju u fruttożju ikkalkulat mis-sukrożju preżenti.

$$\text{Zokkor invertit (g/L)} = \text{glukożju (g/L)} + \text{fruttożju (g/L)} + \text{maltożju (g/L)} + \text{lattożju (g/L)} + (\text{sukrożju (g/L)} \times 1,05)$$

$$1,05 = (\text{Piż Molekulari ta' fruttożju} + \text{Piż Molekulari ta' glukożju}) / \text{Piż Molekulari ta' sukrożju}$$

9. **Karatteristiċi tal-prestazzjoni analitika (Preċiżjoni)**

9.1. Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju

Din id-dejta nkisbet minn studju internazzjonali ta' prestazzjoni analitika mwettaq skont il-proċeduri miftiehma internazzjonalment [1] [2].

Sena tat-test interlaboratorju	2000
Għadd ta' laboratorji	24
Għadd ta' kampjuni	8

[1] "Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies" Horwitz, W. (1995) Pure and Applied Chemistry 67, 332-343.

[2] Horwitz, W. (1982) Analytical Chemistry 54, 67 A-76 A.

Tabella 1

Fruttożju, Glukożju, Maltożju

Analita	Fruttożju		Glukożju			Maltożju	
	Crème de Cassis	Standard (50 g/l)	Spiriti bit-toghma tal-anizetta	Crème de Cassis	Standard (50 g/l)	Spiriti bit-toghma tal-anizetta	Standard (10 g/l)
Valur medju [g/l]	92,78	50,61	15,62	93,16	50,06	15,81	9,32
Għadd ta' Laboratorji minghajr eċċezzjonijiet	21	22	21	23	19	21	22

▼ M2

Analita	Fruttożju		Glukożju			Maltożju	
	Crème de Cassis	Standard (50 g/l)	Spiriti bit-toghma tal-anizetta	Crème de Cassis	Standard (50 g/l)	Spiriti bit-toghma tal-anizetta	Standard (10 g/l)
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [g/l]	2,34	2,12	0,43	3,47	1,01	0,48	0,54
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	2,53	4,2	2,76	3,72	2,03	3,02	5,77
Limitu ta' ripetibilità, r [g/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	6,56	5,95	1,21	9,71	2,84	1,34	1,51
Devjazzjoni standard ta' riproduçibilità, s_R [g/l]	7,72	3,13	0,84	9,99	2,7	0,88	1,4
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproduçibilità, RSD_R [%]	8,32	6,18	5,37	10,72	5,4	5,54	15,06
Limitu ta' riproduçibilità, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	21,62	8,76	2,35	27,97	7,57	2,45	3,93

Tabella 2

Sukrożju

Analita	Sukrożju					
	Pastis	Ouzo	Likur tač-čirasa	Crème de Menthe	Crème de Cassis	Standard (100 g/l)
Valur medju [g/l]	10,83	29,2 19,7 (*)	103,33	349,96	319,84	99,83
Għadd ta' Laboratorji minghajr eččeżjonijiet	19	19	20	18	18	18
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [g/l]	0,09	0,75	2,17	5,99	4,31	1,25
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	0,81	3,07	2,1	1,71	1,35	1,25
Limitu ta' ripetibilità, r [g/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,25	2,1	6,07	16,76	12,06	3,49
Devjazzjoni standard ta' riproduçibilità, s_R [g/l]	0,79	0,92	4,18	9,94	16,11	4,63
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproduçibilità, RSD_R [%]	7,31	3,76	4,05	2,84	5,04	4,64
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	2,22	2,57	11,7	27,84	45,12	12,97

(*) livell maqsum

▼ **M2**

Tabella 3

Total ta' Zokkor

(Nota: din id-dejta giet ikkalkulata għat-total ta' zokkor, mhux zokkor invert kif definit fit-Taqsima 8 aktar 'il fuq).

Kampjuni	Pastis	Ouzo	Spiriti bit- toghma tal- aniżetta	Likur taç- çirasa	Crème de Menthe	Crème de Cassis	Standard (220 g/l)
Valur medju [g/l]	10,86	29,2 19,7 (*)	31,59	103,33	349,73	509,69	218,78
Għadd ta' Laboratorji mingħajr eċċezzjonijiet	20	19	20	20	18	18	19
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [g/l]	0,13	0,75	0,77	2,17	5,89	5,59	2,71
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	1,16	3,07	2,45	2,1	1,69	1,1	1,24
Limitu ta' ripetibilità, r [g/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,35	2,1	2,17	6,07	16,5	15,65	7,59
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità s_R [g/l]	0,79	0,92	1,51	4,18	9,98	14,81	8,53
Devjazzjoni standard relattiva ta' riprodubbilità, RSD_R [%]	7,25	3,76	4,79	4,04	2,85	2,91	3,9
Limitu ta' riproduzzjoni R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	2,21	2,57	4,24	11,7	27,94	41,48	23,89

(*) livell maqsum

▼ **M1****IX. ISFAR TAL-BAJD. DETERMINAZZJONI TAL-KONĊENTRAZZJONI TA' ISFAR TAL-BAJD FIX-XORB ALKOHOLIKU – METODU FOTOMETRIKU****1. Għan**

Dan il-metodu huwa addattat għad-determinazzjoni tal-konċentrazzjoni ta' isfar tal-bajd minn 40 sa 250 g/l fil-likuri tal-bajd u l-likuri bil-bajd.

2. Referenzi normattivi

ISO 3696: 1897 Ilma għall-użu ta' l-analizi fil-laboratorji – Speċifikazzjonijiet u metodi ta' l-ittestjar.

3. Prinċipju

L-ethanol-soluble phosphorus compounds li jinsabu fl-isfar tal-bajd huma estratti u l-konċentrazzjoni tagħhom hija determinata bil-fotometrija bħala *phosphorus molybdate complex*.

4. Reaġenti u materjali

4.1. Ilma double-distilled

4.2. Diatomaceous earth

4.3. *Ethanol 96 % vol.* (CAS 64-17-5)

4.4. Soluzzjoni *15 % magnesium acetate* (CAS 16674-78-5)

4.5. *10 % sulphuric acid* (CAS 7664-93-9)

4.6. 1 N sulphuric acid.

4.7. 0,16 g/l potassium dihydrogen phosphate (CAS 778-77-0), soluzzjoni KH₂PO₄

4.8. Reaġent għad-determinazzjoni tal-fosfat:

dewweb 20 g ta' *ammonium molybdate* (CAS 12054-85-2), (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O f'400 ml ilma f'temperatura ta' 50°C;

dewweb, f'kontenitur iehor, gramma ta' *ammonium vanadate* (CAS 7803-55-6), NH₄VO₃, f'300 ml ilma jahraq, hallih jibred, imbagħad žid 140 ml ta' *nitric acid* konċentrat (CAS 7697-37-2). Hallat is-soluzzjonijiet imberda f'*volumetric flask* ta' l-1 000 ml u kompli sal-marka ta' l-1 000 ml.

5. Apparat

5.1. *Conical flask* tal-100 ml

5.2. Ultrasonic bath (jew magnetic stirrer)

5.3. Volumetric flask tal-100 ml

5.4. Banju bl-ilma f'temperatura ta' 20 °C

5.5. Filter (Whatman N° 4 jew ekwivalenti)

5.6. *Crucible* tal-porċellana (jew tal-platinum)

5.7. Banju bl-ilma jagħli

5.8. Hot plate

5.9. Muffle furnace

5.10. Volumetric flask tal-50 ml

5.11. *Volumetric flask* ta' l-20 ml

5.12. *Spectrophotometer* issettjat fuq 420 nm

5.13. *Cuvette* ta' ċentimetru.

▼ **M1****6. Kampjuni**

Il-kampjuni huma mahżuna f'temperatura ambjentali qabel l-analizi.

7. Proċedura**7.1. Preparazzjoni tal-kampjun**

7.1.1. Iżen 10 g tal-kampjun f'*conical flask* tal-100 ml (5.1).

7.1.2. Żid gradwalment 70 ml ta' *ethanol* (4.3) f'porzjonijiet żgħir, hawwad ma' kull żieda, u poġġi f'banju ultrasoniku (5.2) għal 15-il minuta (jew hawwad it-tahlita b'*magnetic stirrer* (5.2) għal 10 minuti f'temperatura ambjentali).

7.1.3. Ittrasferixxi l-kontenut tal-*flask* f'*volumetric flask* tal-100 ml (5.3) b'*washings* ta' *ethanol* (4.3). Aġġusta sal-*calibration mark* b'*ethanol* (4.3) u poġġi l-*flasks* f'*water bath* f'temperatura ta' 20 °C (5.4). Aġġusta sal-*calibration mark* f'temperatura ta' 20 °C.

7.1.4. Żid ammont żgħir ta' *diatomaceous earth* (4.2) u ffiltra (5.5), u armi l-ewwel 20ml.

7.1.5. Ittrasferixxi 25 ml tal-likwidu filtrat f'*crucible* tal-porċellana (jew tal-platinum) (5.6). Il-likwidu filtrat irid imbagħad jiġi konċentrat b'*gentle evaporation* f'*boiling water bath* (5.7), biż-żieda ta' 5ml ta' soluzzjoni 15 % *magnesium acetate* (4.4).

7.1.6. Poġġi l-*crucibles* fuq *hot plate* (5.8) u saħħan sakemm jixxuttaw.

7.1.7. Ġib ir-residwu rmied billi ssahħan sa l-inkandexxenza f'temperatura ta' 600 °C f'*muffle furnace*(5.9) sakemm l-irmied isir abjad, minimu ta' siegħa u nofs imma jista' jithalla matul il-lejl.

7.1.8. Hu l-irmied ma' 10 ml ta' 10 % *sulphuric acid* (4.5) u ttrasferieh b'*washings* ta' ilma distillat (4.1) f'*volumetric flask* ta' 50 ml (5.10), u imla sal-marka f'temperatura ambjentali b'ilma distillat (4.1). Parti ta' 5 ml ta' din is-soluzzjoni ta' rmied għandha tintuża biex tkun ippreparatas-soluzzjoni tal-kampjun tad-determinazzjoni tal-konċentrazzjoni tal-fosfat bil-fotometrija.

7.2. Determinazzjoni tal-konċentrazzjoni tal-fosfat bil-fotometrija**7.2.1. Soluzzjoni komparattiva**

7.2.1.1. Poġġi 10 ml ta' 10 % *sulphuric acid* (4.5) f'*volumetric flask* tal-50 ml (5.10) u imla sal-marka b'ilma distillat (4.1).

7.2.1.2. Żid ma' parti ta' 5 ml ta' din is-soluzzjoni (7.2.1.1.), li qiegħda f'*volumetric flask* ta' l-20 ml (5.11), millilitru ta' 1 N *sulphuric acid* (4.6) u 2 ml tar-reagjent tal-fosfat (4.8) u kompli sa 20 ml b'ilma distillat (4.1).

7.2.1.3. Għalaq b'tapp mhux issikat, hawwad u saħħan f'banju bl-ilma jagħli (5.7) għal 10 minuti, imbagħad berred f'banju bl-ilma f'temperatura ta' 20 °C (5.4) għal 20 minuta.

7.2.1.4. Imla *cuvette* ta' ċentimetru (5.13) b'din is-soluzzjoni komparattiva.

7.2.2. Soluzzjoni tal-kampjun

7.2.2.1. Żid ma' parti ta' 5 ml tas-soluzzjoni ta' l-irmied (7.1.8), li qiegħda f'*volumetric flask* ta' l-20 ml (5.11), millilitru ta' 1 N *sulphuric acid* (4.6) u 2 ml tar-reagjent tal-fosfat (4.8) u kompli sa 20 ml b'ilma distillat (4.1).

▼ **M1**

7.2.2.2. Għalaq b'tapp mhux issikat, hawwad u saħħan f'banju bl-ilma jagħli (5.7) għal 10 minuti, imbagħad berred f'banju bl-ilma f'temperatura ta' 20 °C (5.4) għal 20 minuta.

7.2.2.3. Is-soluzzjoni safra li tiżviluppa hija analizzata mmedjatement bl-*spectrophotometry* (5.12) f'*cuvette* ta' ċentimetru (5.13) b'420 nm kontra s-soluzzjoni komparattiva (7.2.1.4.).

7.2.3. Calibration curve

7.2.3.1. Biex tibni l-*calibration curve*, żid partijiet ta' 2 ml tar-reagent tal-fosfat (4.8) f'*volumetric flasks* ta' 1-20 ml (5.11) u li kull wieħed fih 1 N *sulphuric acid* (4.6) u 0, 2, 4, 6, 8 u 10 ml tas-soluzzjonita' *potassium dihydrogen phosphate* (4.7) rispettivament, u kompli sal-marka ta' 20 ml b'ilma distillat (4.1).

7.2.3.2. Għalaq b'tapp mhux issikat, hawwad u saħħan f'banju bl-ilma jagħli (5.7) għal 10 minuti, imbagħad berred f'banju bl-ilma f'temperatura ta' 20 °C (5.4) għal 20 minuta u analizza bl-*spectrophotometry* (5.12) f'*cuvette* ta' ċentimetru (5.13) b'420 nm kontra s-soluzzjoni komparattiva (7.2.1.4.).

7.2.3.3. Binja tal-*calibration curve*:

soluzzjoni ta' dihydrogen phosphate (ml)	0	2	4	6	8	10
P ₂ O ₅ (mg)	0	0,167	0,334	0,501	0,668	0,835

8. Espressjoni tar-riżultati

Il-kontenut ta' isfar tal-bajd fi g/l huwa kkalkulat mill-formola li ġejja:

$$\text{G/l ta' isfar tal-bajd} = \text{mg P}_2\text{O}_5 \times \frac{110 \times \text{density}}{\text{E}/40}$$

Fejn:

110 *conversion factor* għal total P₂O₅ fi g f'100 g ta' isfar tal-bajd

mg P₂O₅ valur stabbilit mill-*calibration curve*

density massa *per unit volume* (g/ml) tal-likur ibbażat fuq il-bajd f'temperatura ta' 20 °C

E piż tal-likur ibbażat fuq il-bajd fi g

40 *dilution factor* għal parti ta' 5 ml ta' soluzzjoni ta' rmied.

9. Karatteristiċi ta' (preċiżjoni)

Riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju:

It-tabella li ġejja tagħti l-valuri għall-isfar tal-bajd.

L-informazzjoni li ġejja ttiehdet minn studju internazzjonali ta' *method performance* magħmul skond proċeduri miftiehma internazzjonalment.

Sena ta' test interlaboratorju	1 998
Numru ta' laboratorji	24
Numru ta' kampjuni	5
Analyte	isfar tal-bajd

▼ **M1**

Kampjuni	A	B	C	D	E
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	19	20	22	20	22
Numru ta' dawk li varjaw ħafna minn oħrajn (laboratorji)	3	4	2	4	2
Numru ta' riżultati aċċettati	38	40	44	40	44
Valur medju g/l	147,3	241,1	227,4	51,9 (*) 72,8 (*)	191,1
Repeatability standard deviation (Sr) g/l	2,44	4,24	3,93	1,83	3,25
Repeatability relative standard deviation (RSDr) (%)	1,7	1,8	1,8	2,9	1,7
Repeatability limit (r) g/l	6,8	1,9	11,0	5,1	9,1
Reproducibility standard deviation (SR) g/l	5,01	6,06	6,66	3,42	6,87
Reproducibility relative standard deviation (RSDR) (%)	3,4	2,5	2,9	5,5	3,6
Reproducibility limit (R) g/l	14,0	17,0	18,7	9,6	19,2

Tipi ta' kampjuni

- A Advocaat, blind duplicates
- B Advocaat, blind duplicates
- C Advocaat, blind duplicates
- D Advocaat (diluted), split levels (*)
- E Advocaat, blind duplicates

▼ **M2**

X. DETERMINAZZJONI TAL-KOMPOSTI TAL-INJAM LI ĠEJJIN FL-ISPIRTI PERMEZZ TA' KROMATOGRAFIJA LIKWIDA BI PRESTAZZJONI GĦOLJA (HPLC): FURFURAL, 5-IDROSSIMETILFURFURAL, 5-METILFURFURAL, VANILLINA, SIRINGALDEID, KONIFERALDEID, SINAPALDEID, AĊIDU GALLIKU, AĊIDU ELLAGIKU, AĊIDU VANILLIKU, AĊIDU SIRINGIKU U SKOPOLETINA

1. Kamp tal-applikazzjoni

Il-metodu qiegħed biex jiddetermina s-sustanzi li ġejjin: furfural, 5-idrossimetilfurfural, 5-metilfurfural, vanillina, siringaldeid, koniferaldeid, sinapaldeid, aċidu galliku, aċidu ellagiku, aċidu vanilliku, aċidu siringiku u skopoletina, permezz ta' kromatografija likwida bi prestazzjoni għolja.

2. Referenzi normattivi

Il-metodu analitiku rikonoxxut mill-Assemblea Ġenerali tal-Organizzazzjoni Internazzjonali tad-Dielja u l-Inbid (OIV) u ppubblikat mill-OIV bir-referenza *OIV-MA-BS-16: R2009*.

3. Prinċipju

Id-determinazzjoni bil-kromatografija likwida bi prestazzjoni għolja (HPLC), b'detezzjoni permezz ta' spettrofotometrija ultravjola b'tul ta' mewġ differenti u permezz ta' spettrofluorimetrija.

4. Reaġenti

Ir-reaġenti kollha jridu jkunu ta' kwalità analitika. L-ilma użat irid ikun ilma distillat jew ilma b'tal-anqas purità ekwivalenti. Preferibbilment jintuża ilma mikrofiltrat b'qawwa ta' rezistenza ta' 18,2 M Ω.cm.

4.1. 96 % vol. ta' alkoħol.

4.2. Metanol bi kwalità għall-HPLC (Solvent B).

4.3. Aċidu aċetiku dilwit għal 0,5 % vol. (Solvent A).

4.4. Fażijiet mobbli: (mogħti biss bħala eżempju)

Solvent A (0,5 % aċidu aċetiku) u solvent B (metanol pur). Iffiltra minn membrana (b'porożità ta' 0,45 μm). Nehħi l-gass f'banju ultrasoniku, jekk ikun meħtieġ.

4.5. Standards ta' referenza ta' 99 % purità minima: furfural, 5-idrossimetilfurfural, 5-metilfurfural, vanillina, siringaldeid, koniferaldeid, sinapaldeid, aċidu galliku, aċidu ellagiku, aċidu vanilliku, aċidu siringiku u skopoletina.

4.6. Soluzzjoni ta' referenza: is-sustanzi standard maħlula f'soluzzjoni ta' 50 % vol. soluzzjoni ta' alkoħol milwiema. Il-konċentrazzjonijiet finali fis-soluzzjoni ta' referenza għandhom ikunu fl-ordni ta':

furfural: 5 mg/L; 5-idrossimetil furfural: 10 mg/L; 5-metilfurfural 2 mg/L; vanillina: 5 mg/L; siringaldeid: 10 mg/L; koniferaldeid: 5 mg/L; sinapaldeid: 5 mg/L; aċidu galliku: 10 mg/L; aċidu ellagiku: 10 mg/L; aċidu vanilliku: 5 mg/L; aċidu siringiku: 5 mg/L; skopoletina: 0,5 mg/L.

5. Tagħmir

Apparat standard tal-laboratorju

5.1. Kromatografija likwida bi prestazzjoni għolja li tista' taħdem f'modalità ta' gradjent binarju u mġammra bi:

5.1.1. Ditekter spettrofotometriku li jista' jkejje tul ta' mewġ bejn 260 u 340 nm. Madankollu, preferibbilment ikun jaħdem b'ditekter ta' tul ta' mewġ multiplu b'arranġament dijodu jew simili, biex jikkonferma l-purità tal-qacċet.

▼ **M2**

- 5.1.2. Ditetur spettrofloworimetriku — tul ta' mewġ ta' eċċitament: 354 nm, tul ta' mewġ ta' emissjoni: 446 nm (għad-determinazzjoni ta' traċċi ta' skopoletina; li huwa wkoll osservabbli f'313 nm bl-ispetrofotometrija).
- 5.1.3. Apparat ta' injezzjoni li jista' jintroduċi 10 jew 20 µl (perezempju) tal-kampjun tat-test.
- 5.1.4. Kolonna ta' kromatografika likwida bi prestazzjoni għolja, tip RP C18, daqs massimu tal-particella 5 µm.
- 5.2. Siringi għal HPLC.
- 5.3. Apparat għall-filtrazzjoni b'membrana ta' volumi żgħar.
- 5.4. Kompjuter-integratur jew rekorder bi prestazzjoni kompatibbli mal-apparat kollu, u b'mod partikolari, għandu jkollu diversi kanali ta' akkwist.

6. Proċedura

- 6.1. Thejjija tas-soluzzjoni li għandha tiġi injettata
Is-soluzzjoni ta' referenza u l-ispirtu huma ffiltrati, jekk ikun meħtieġ, permezz ta' membrana b'dijametru massimu tal-pori ta' 0,45 µm.
- 6.2. Kundizzjonijiet tat-thaddim kromatografiku: aghmel l-analiżi f'temperatura ambjentali permezz tat-tagħmir deskritt f'(5.1) u bl-użu tal-fażijiet mobbli f'(4.4) bi fluss ta' madwar 0,6 ml kull minuta b'segwiment tal-gradjent ta' hawn taht (mogħti biss bhala eżempju)

Ħin: 0 min 50 min 70 min 90 min

Solvent A (aċidu-ilma): 100 % 60 % 100 % 100 %

solvent B (metanol): 0 % 40 % 0 % 0 %

Innota li f'ċerti każijiet dan il-gradjent għandu jiġu modifikat biex tevita l-koelwizzjoni.

6.3. Determinazzjoni

- 6.3.1. Injetta l-istandards ta' referenza separatament, imbagħad imħallta.

Adatta l-kundizzjonijiet operattivi biex il-fatturi tar-riżoluzzjoni tal-qċaċet tal-komponenti kollha jkunu tal-anqas 1.

- 6.3.2. Injetta l-kampjun kif imħejji fil-6.1.

- 6.3.3. Kejjel iż-żona tal-qċaċet fis-soluzzjoni ta' referenza u fl-ispirtu u kkalkula l-konċentrazzjonijiet.

7. Preżentazzjoni tar-riżultati

Ippeżenta l-konċentrazzjoni ta' kull kostitwent f'mg/l.

8. Karatteristiċi tal-prestazzjoni tal-metodu (preċiżjoni)

Din id-dejta nkisbet minn studju internazzjonali ta' prestazzjoni analitika mwettaq skont il-proċeduri miftiehma internazzjonalment [1], [2].

8.1. Furfural

Analita	Furfural					
	Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon
Għadd ta' laboratorji partecipanti	15	15	15	15	15	15
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	14	12	13	14	13	13

▼ M2

Analita	Furfural					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjuni						
Valur medju [mg/l]	2,9	1,2	1,7	10,6	15,3	13,9
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,04	0,05	0,04	0,18	0,23	0,20
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	1,4	4,5	2,3	1,7	1,5	1,5
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,2	0,1	0,5	0,6	0,6
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,24	0,18	0,09	1,4	0,49	0,69
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	8	15	5	13	3	5
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,7	0,5	0,3	3,8	1,4	1,9

8.2. 5-idrossimetilfurfural

Analita	5-idrossimetilfurfural					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjuni						
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	16	16	16	16	16	16
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	14	14	14	14	14	14
Valur medju [mg/l]	5,0	11,1	9,4	33,7	5,8	17,5
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,09	0,09	0,09	0,42	0,07	0,13
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	1,7	0,8	1,0	1,3	1,2	0,8
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,2	0,3	0,3	1,2	0,2	0,4
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,39	1,01	0,50	4,5	0,4	1,6
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	8	9	5	13	7	9
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	1,1	2,8	1,4	12,5	1,1	4,6

8.3. 5-Metilfurfural

Analita	5-Metilfurfural					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjuni						
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	11	11	11	11	11	11
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	11	11	8	11	10	11

▼ M2

Analita	5-Metilfurfural					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjuni						
Valur medju [mg/l]	0,1	0,2	0,1	0,5	1,7	0,8
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,01	0,01	0,02	0,02	0,03	0,07
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	10,7	6,1	13,6	4,7	2,0	10,0
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,03	0,04	0,03	0,18	0,20	0,26
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	35	18	22	39	12	35
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,1	0,1	0,1	0,5	0,6	0,7

8.4. Vanillina

Analita	Vanillina					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjuni						
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	16	15	16	16	16	16
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	16	15	16	16	16	16
Valur medju [mg/l]	0,5	0,2	1,2	1,2	3,2	3,9
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,03	0,02	0,06	0,11	0,11	0,09
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	6,8	9,6	4,6	8,9	3,5	2,3
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,2	0,3	0,3	0,3
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,09	0,06	0,18	0,27	0,41	0,62
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	19	25	15	22	13	16
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,3	0,2	0,5	0,8	1,2	1,7

8.5. Siringaldeid

Analita	Siringaldeid					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjuni						
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	16	15	16	16	16	16
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	13	13	13	12	14	13

▼ M2

Analita	Siringaldeid					
	Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon
Valur medju [mg/l]	1,0	0,2	4,8	3,2	10,5	9,7
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,03	0,02	0,04	0,08	0,10	0,09
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	2,6	8,1	0,8	2,6	0,9	0,9
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,1	0,2	0,3	0,3
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,08	0,07	0,23	0,19	0,39	0,43
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	8	33	5	6	4	4
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,2	0,7	0,5	1,1	1,2

8.6. Koniferaldeid

Analita	Koniferaldeid					
	Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	13	12	13	12	13	13
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	12	12	13	12	13	13
Valur medju [mg/l]	0,2	0,2	0,6	0,8	4,6	1,3
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,02	0,02	0,03	0,03	0,09	0,06
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	9,2	9,8	4,6	4,3	1,9	4,5
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,04	0,04	0,07	0,09	0,24	0,16
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,04	0,04	0,11	0,18	0,38	0,25
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	23	27	21	23	8	19
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,1	0,1	0,3	0,5	1,1	0,7

8.7. Sinapaldeid

Analita	Sinapaldeid					
	Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	14	14	14	14	15	14
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	14	13	12	13	13	12

▼ M2

Analita	Sinapaldeid					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjuni						
Valur medju [mg/l]	0,3	0,2	0,2	1,6	8,3	0,3
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,02	0,01	0,02	0,06	0,14	0,03
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	7,5	4,6	11,2	3,7	1,6	11,4
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,06	0,03	0,06	0,17	0,38	0,08
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,09	0,05	0,08	0,20	0,81	0,18
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	31	27	46	13	10	73
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,2	0,2	0,6	2,3	0,5

8.8. aċidu galliku

Analita	Aċidu galliku					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjun						
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	16	15	16	16	16	16
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	15	14	16	16	16	16
Valur medju [mg/l]	1,2	0,4	2,0	6,1	7,3	21,8
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,07	0,04	0,06	0,18	0,18	0,60
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	6,1	8,1	2,9	3,0	2,4	2,8
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,2	0,1	0,2	0,5	0,5	1,7
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,43	0,20	0,62	3,3	2,2	7,7
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	36	47	31	53	30	35
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	1,2	0,6	1,7	9,1	6,2	21,7

8.9. Aċidu ellagiku

Analita	Aċidu ellagiku					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjuni						
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	7	7	7	7	7	7
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	7	7	7	7	7	6

▼ M2

Analita	Aċidu ellagiku					
	Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon
Valur medju [mg/l]	3,2	1,0	9,5	13	13	36
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,20	0,16	0,30	0,41	0,95	0,34
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	6,3	16	3,2	3,2	7,4	1,0
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,6	0,4	0,9	1,1	2,7	1,0
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	1,41	0,42	4,0	5,0	4,9	14
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	44	43	42	39	39	40
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	4,0	1,2	11	14	14	40

8.10. Aċidu vanilliku

Analita	Aċidu vanilliku					
	Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	15	15	15	15	15	15
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	12	11	14	14	15	14
Valur medju [mg/l]	0,2	0,2	1,5	0,8	2,4	2,7
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,03	0,04	0,03	0,10	0,13	0,21
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	14,2	16,5	2,3	12,6	5,3	7,7
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,1	0,3	0,4	0,6
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,06	0,05	0,51	0,2	1,22	0,70
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	28	20	35	31	51	26
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,1	1,4	0,7	3,4	2,0

8.11. Aċidu siringiku

Analita	Aċidu siringiku					
	Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	16	15	16	16	16	16
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	16	15	15	15	16	15

▼ M2

Analita	Aċidu siringiku					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjuni						
Valur medju [mg/l]	0,4	0,2	2,5	1,4	3,4	4,8
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,03	0,02	0,06	0,13	0,08	0,11
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	6,7	12,6	2,3	9,0	2,3	2,3
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,2	0,4	0,2	0,3
Devjazzjoni standard ta' riproduċibilità, s_R [mg/l]	0,08	0,05	0,29	0,26	0,43	0,67
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproduċibilità, RSD_R [%]	19	29	11	18	13	14
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,1	0,8	0,7	1,2	1,9

8.12. Skopoletina

Analita	Skopoletina					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Kampjuni						
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	10	10	10	10	10	10
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	9	8	9	8	8	8
Valur medju [mg/l]	0,09	0,04	0,11	0,04	0,65	0,15
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,0024	0,0008	0,0018	0,0014	0,0054	0,0040
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	2,6	2,2	1,6	3,3	0,8	2,7
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,007	0,002	0,005	0,004	0,015	0,011
Devjazzjoni standard ta' riproduċibilità, s_R [mg/l]	0,01	0,01	0,03	0,01	0,09	0,02
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproduċibilità, RSD_R [%]	15	16	23	17	15	15
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,04	0,02	0,07	0,02	0,26	0,06

[1] "Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies" Horwitz, W. (1995) Pure and Applied Chemistry 67, 332-343

[2] Horwitz, W. (1982) Analytical Chemistry 54, 67 A-76 A.

▼ **M3****XI. DETERMINAZZJONI TAL-KONTENUT ¹⁴C FL-ETANOL****1. Introduzzjoni**

Id-determinazzjoni tal-kontenut ¹⁴C fl-etanol tippermetti li ssir distinzjoni bejn alkoħol minn karburant tal-fossili (sintezi tal-alkoħol) u alkoħol minn materja prima reċenti (fermentazzjoni ta' alkoħol).

2. Definizzjoni

Il-kontenut ta' ¹⁴C ta' etanol għandu jitqies bhala l-kontenut ta' ¹⁴C iddeterminat bl-użu tal-metodu deskritt hawnhekk jew il-metodu deskritt fl-istandard EN 16640 Metodu C.

Il-kontenut naturali ta' ¹⁴C fl-atmosfera (il-valur ta' referenza), li huwa assorbit minn veġetazzjoni hajja permezz ta' assimilazzjoni, mhuwiex valur kostanti. Għalhekk, il-valur ta' referenza huwa iddeterminat fuq etanol minn materja prima tal-aktar perjodu reċenti ta' veġetazzjoni. Dan il-valur annwali ta' referenza huwa iddeterminat skont l-istandard EN 16640. Madankollu, valur ta' referenza iehor jista' jiġi aċċettat meta jiġi ċċertifikat minn korp akkreditat.

3. Prinċipju

Il-kontenut ¹⁴C ta' kampjuni li jkun fihom alkoħol b'massa ta' etanol ta' mill-anqas 85 % huwa iddeterminat direttament permezz ta' għadd bix-xintillazzjoni likwida.

4. Reaġenti**4.1. Xintillatur tat-toluwen**

5,0 g 2,5-difeniloksażol (PPO)

0,5 g p-bis-[4-metil-5-feniloksażolil(2)]-benzen (dimetil-POPOP) f'litru wiehed tat-toluwen ta' grad analitiku.

Xintillaturi tat-toluwen kummerċjali lesti għall-użu ta' din il-kompożizzjoni jistgħu jintużaw ukoll.

4.2. Standard ¹⁴C

n-Eżadekan ¹⁴C b'attività ta' madwar 1×10^6 dpm/g (madwar $1,67 \times 10^6$ cBq/g) u eżattezza garantita ta' attività iddeterminata ta' ± 2 % rel.

4.3. etanol hieles mill-¹⁴C

Alkoħol ta' sinteżi minn materja prima ta' oriġini mill-fossili b'massa ta' etanol ta' mill-inqas 85 %, biex jiġi iddeterminat l-isfond.

4.4. Alkoħol minn materja prima reċenti tal-aktar perjodu reċenti ta' veġetazzjoni b'massa ta' etanol ta' mill-inqas 85 %, bhala materjal ta' referenza.**5. Apparat****5.1. Spettrometru ta' xintillazzjoni ta' likwidu minn diversi kanali bi proċessur u standardizzazzjoni awtomatika esterna u wiri tal-istandard estern/proporzjon ta' kanal (disinn normali: kanal ta' tlett metri u żewġ kanali esterni standard).****5.2. Tubu b'għadd ta' potassju baxx adattat għall-ispettrometru, b'tappijiet oskuri bil-kamin li jkun fihom dahla tal-polietilen.****5.3. Pipetti volumetriċi, 10 ml.****5.4. Dożatur awtomatiku ta' 10 ml.****5.5. Flixxun ta' 250 ml bil-qiegh tond b'tapp ta' hġieġ matt.****5.6. Apparat tad-distillazzjoni tal-alkoħol b'mantell tat-tishin, pereżempju tip Micko.****5.7. Siringa mikrolitru ta' 50 µl.**

▼ **M3**

5.8. Lembut tal-piknometru, piknometri, 25 ml u 50 ml. Jenhtieg li jkun permess tagħmir ekwivalenti alternattiv, bħal densimetrija elettronika.

5.9. Termostat bi stabbiltà tat-temperatura ta' $\pm 0,01$ °C.

6. Proċedura

6.1. Aġġustament tat-tagħmir

It-tagħmir għandu jkun aġġustat skont l-istruzzjonijiet tal-manifattur. Il-kondizzjonijiet tal-kejl ikunu l-aħjar meta l-valur E_2/B , l-indiċi tal-kwalità, jkun fl-aqwa tiegħu.

E = effiċjenza

B = sfond

Kanali ta' żewġ metri biss huma ottimizzati. It-tielet wiehed jithalla miftuh kollu għall-finijiet ta' kontroll.

6.2. Għażla ta' tubi tal-għadd

Numru akbar ta' tubi tal-għadd milli jkun mehtieg aktar tard jiġu mimlija kull wiehed b'10 ml ta' etanol sintezzizat hieles mill- ^{14}C u 10 ml ta' xintillatur tat-toluwen. Kull wiehed jitkejjel għal tal-anqas 4 ċikli \times 100 minuta. It-tubi li l-isfondi tagħhom ivarjaw b'aktar minn ± 1 % rel. mill-medja jitwarrbu. Tubi ġodda mill-fabbrika u mill-istess lott biss jistgħu jintużaw.

6.3. Determinazzjoni tal-istandard estern/proporzjon tal-kanal (ESCR).

Matul il-proċess tal-issettjar tal-kanali (punt 6.1) l-ESCR jiġi iddeterminat billi jintuża l-programm adattat tal-kompjuter meta tiġi iddeterminata l-effiċjenza. L-istandard estern użat huwa ^{137}Cs ju, li jkun diġà ġie inkluz mill-manifattur.

6.4. Preparazzjoni tal-kampjun

Kampjuni li jkollhom kontenut ta' etanol ta' massa ta' mill-anqas 85 % u hieles minn impuritajiet, li jassorbu f'tul tal-mewġa ta' inqas minn 450 nm jistgħu jitkejlu. Ir-residwu baxx ta' esterji u aldeidi ma jkollu l-ebda effett ta' tfixkil. Il-kontenut tal-alkohol tal-kampjun huwa iddeterminat minn qabel b'approssimazzjoni ta' 0,1 %.

7. Kejl tal-kampjuni billi jintuża l-istandard estern

7.1. Kampjuni b'assorbjenza baxxa kif deskritti fil-punt 6.4 b'valur ESCR ta' madwar 1,8 jistgħu jitkejlu permezz tal-ESCR, li jipprovdi miżura tal-proporzjon tal-effiċjenza.

7.2. Kejl

10 ml minn kul wiehed mill-kampjuni preparati skont il-punt 6.4 jiġu miġbuda b'pipetti f'tubu tal-għadd magħżul ivverifikat għall-isfond u jiżdiedu 10 ml ta' xintillatur tat-toluwen permezz ta' dożatur awtomatiku. Il-kampjuni fit-tubi jiġu omoġenizzati permezz ta' movimenti ta' tidwir adattati; il-likwidu m'għandux jithalla jxarrab il-polietilen imdahħal fit-tap bil-kamin. Tubu li jkun fih etanol fossili hieles mill- ^{14}C jiġi preparat bl-istess mod biex ikejjel l-isfond. Sabiex tivverifika l-valur rilevanti annwali ta' ^{14}C jiġi preparat duplikat ta' etanol reċenti mill-aħħar perjodu ta' veġetazzjoni, b'tubu jiġi mħallat bl-istandard intern, ara l-punt 8.

Il-kampjuni ta' kontroll u tal-isfond jitqiegħdu fil-bidu tas-serje ta' kejl, li għandu jkun fiha mhux aktar minn 10 kampjuni għall-analiżi. Il-hin totali ta' kejl għal kull kampjun huwa tal-anqas ta' 2×100 minuta, bil-kampjuni individwali jitkejlu f'partijiet ta' stadji ta' 100 minuta sabiex xi ċaqliq tat-tagħmir jew xi difett ieħor jinkixef. (Għalhekk ċiklu wiehed jikkorrispondi ma' intervall ta' kejl ta' 100 minuta għal kull kampjun).

Il-kampjuni tal-isfond u ta' kontroll għandhom jithejjew friski kull erba' ġimgħat.

▼ **M3**

Fil-każ ta' kampjuni estinti (ESCR madwar 1,8) l-effiċjenza hija affettwata b'mod neglġibbli bil-bidla f'dan il-valur. Jekk il-bidla hija fil-limitu ta' $\pm 5\%$ rel. tista' tkun mistennija l-istess effiċjenza. Għal kampjuni aktar estinti, bħal alkoħol żnaturat, l-effiċjenza tista' tiġi iddeterminata permezz tal-korrezzjoni tal-estinzjoni tal-graff. Jekk programm adattat tal-kompjuter ma jkunx disponibbli għandu jintuża l-istandard intern, u dan jagħti riżultat mhux ambigwu.

8. Kampjuni ta' kejl billi jintuża l-istandard intern eżadekan¹⁴C

8.1. Proċedura

Kampjuni ta' kontroll u tal-isfond (etanol reċenti u mill-fossili) u l-materjal mhux magħruf jitkejlu bħala duplikati. Kampjun tad-duplikat jiġi preparat f'tubu mhux magħżul u kwantità dożata eżatta (30 μ l) ta' eżadekan¹⁴C tiżdied bħala standard intern (attività miżjuda ta' madwar 26 269 dpm/gC bejn wieħed u ieħor 43 782 cBq/gC). Għall-preparazzjoni tal-kampjun u l-hin tal-kejl tal-kampjuni l-oħra ara l-punt 7.2, iżda l-hin ta' kejl għall-kampjuni bl-istandard intern jista' jitnaqqas b'xi hames minuti bi ssettjar minn qabel f' 10^5 taħbita. Jintuża duplikat wieħed għal kull kampjun tal-isfond u ta' kontroll jintużaw għas-serje tal-kejl; dawn jitqieghdu fil-bidu tas-serje tal-kejl.

8.2. Immaniġġar tal-istandard intern u t-tubi tal-ghadd

Biex tiġi evitata l-kontaminazzjoni waqt il-kejl bl-istandard intern dawn għandhom jinħażnu u jiġu mmaniġġati 'l bogħod miż-żona fejn il-kampjuni għall-analiżi huma preparati u mkejla. Wara l-kejl it-tubi użati għall-isfond jistgħu jerggħu jintużaw. Il-tappijiet bil-kamin u t-tubi li jkun fihom l-istandard intern għandhom jintremew.

9. Espressjoni tar-riżultati

9.1. L-unità tal-attività ta' sustanza radjuattiva hija l-bequerel; 1 Bq = 1 diżintegrazzjoni/sec.

L-indikazzjoni tar-radjuattività speċifika hija espressa bħala becquerels relattivi għal gramma waħda karbonju = Bq/gC.

Biex jinkisbu riżultati aktar prattiċi, dawn għandhom jiġu espressi f'centi-bequerels = cBq/gC.

Id-deskrizzjonijiet u l-formoli użati fil-letteratura, ibbażati fuq dpm, jistgħu jintużaw ukoll. Biex tikseb figuri li jikkorrispondu f'cBq sempliċement immultiplika l-figura dpm b' $100/60$.

9.2. Espressjoni tar-riżultati bl-istandard estern

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

9.3. Espressjoni tar-riżultati bl-istandard intern

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

9.4. Abbrevjazzjonijiet

cpm_{pr} = ir-rata medja tal-ghadd tal-kampjun fuq il-hin totali tal-kejl.

▼M3

- cpmNE = ir-rata medja tal-isfond tat-taħbit kalkolata bl-istess mod.
- cpmIS = ir-rata tal-ghadd tal-kampjuni, bl-istandard intern.
- dpmIS = il-kwantità ta' standard intern miżjud (kalibrazzjoni dpm ta' radjuattività).
- V = il-volum tal-kampjuni użati f'ml.
- F = il-kontenut fi grammi ta' alkohol għal kull ml li jikkorrispondi mal-koncentrazzjoni tiegħu.
- Z = l-effiċjenza li tikkorrispondi mal-valur ESCR.
- 1,918 = in-numru ta' grammi ta' alkohol għal kull gramma ta' karbonju.

10. Affidabbiltà tal-metodu**10.1. Ripetibbiltà (r)**

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

10.2. Riproduċibilità (R)

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