

32004R0128

27.1.2004

JURNALUL OFICIAL AL UNIUNII EUROPENE

L 19/3

**REGULAMENTUL (CE) NR. 128/2004 AL COMISIEI
din 23 ianuarie 2004**

**de modificare a Regulamentului (CEE) nr. 2676/90 de stabilire a metodelor comunitare de analiză în
sectorul vinurilor**

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Europene,

având în vedere Regulamentul (CE) nr. 1493/1999 al Consiliului din 17 mai 1999 privind organizarea comună a pieței vitivinicole ⁽¹⁾, în special articolul 46 alineatul (3),

întrucât:

- (1) Metoda de măsurare a tăriei alcoolice a vinurilor cu ajutorul balanței hidrostatice a fost actualizată și validată în conformitate cu criteriile recunoscute la nivel internațional. Oficiul internațional al viei și vinului adoptă noua descriere a acestei metode în cadrul adunării generale din 2003.
- (2) Utilizarea acestei metode de măsurare poate să constituie o modalitate mai simplă și mai precisă de verificare a tăriei alcoolice în volume a vinurilor și, prin urmare, să evite disputele provocate de utilizarea unor metode mai puțin precise.
- (3) Descrierea actualizată a acestei metode, precum și valorile experimentale ale parametrilor de validare a metodei, ar trebui incluse în capitolul 3 din anexa la Regulamentul (CEE) nr. 2676/90 al Comisiei ⁽²⁾.

(4) Prin urmare, Regulamentul (CEE) nr. 2676/90 ar trebui modificat în consecință.

(5) Măsurile prevăzute de prezentul regulament sunt conforme cu avizul Comitetului de gestionare a vinului,

ADOPTĂ PREZENTUL REGULAMENT:

Articolul 1

Capitolul 3 din anexa la Regulamentul (CEE) nr. 2676/90, „Tăria alcoolică în volume”, se modifică după cum urmează:

1. La alineatul (2), se elimină punctul 2.3.2.
2. După alineatul (4), se inserează alineatul (4a), cu textul din anexa la prezentul regulament.
3. La alineatul (5), se elimină punctul 5.2, „Densimetria cu ajutorul balanței hidrostatice”.

Articolul 2

Prezentul regulament intră în vigoare în a șaptea zi de la data publicării sale în *Jurnalul Oficial al Uniunii Europene*.

Prezentul regulament este obligatoriu în toate elementele sale și se aplică direct în toate statele membre.

Adoptat la Bruxelles, 23 ianuarie 2004.

Pentru Comisie

Franz FISCHLER

Membru al Comisiei

⁽¹⁾ JO L 179, 14.7.1999, p. 1. Regulament astfel cum a fost modificat ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 1795/2003 (JO L 262, 14.10.2003, p. 13).

⁽²⁾ JO L 272, 3.10.1990, p. 1. Regulament astfel cum a fost modificat ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 440/2003 (JO L 66, 11.3.2003, p. 15).

ANEXĂ

„(4a) METODA VALIDATĂ

Determinarea tăriei alcoolice a vinurilor cu ajutorul balanței hidrostatice

1. METODA DE MĂSURARE

1.1. **Introducere**

Tăria alcoolică în volume trebuie măsurată înaintea comercializării, în special în vederea respectării regulilor de etichetare.

Tăria alcoolică în volume este egală cu numărul de litri de etanol conținut în 100 litri de vin, măsurați la temperatura de 20 °C. Se denumește prin «% vol.».

1.2. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda de măsurare descrisă este densimetria cu ajutorul unei balanțe hidrostatice.

În sensul dispozițiilor de reglementare în vigoare, temperatura de testare se stabilește la 20 °C.

1.3. **Principiu și definiții**

Principiul acestei metode se bazează pe distilarea vinului din volum în volum. Metoda de distilare este descrisă în prezentul capitol. Distilarea elimină substanțele nevolatile. Omologii etanolului, precum și etanolul și omologii etanolului conținuți în esteri etilici, sunt incluși în tăria alcoolică, întrucât se regăsesc în distilat.

Se determină apoi densitatea distilatului obținut. Densitatea unui lichid la o temperatură dată se definește ca raportul dintre masa și volumul său: $\rho_2 = m/V$; în cazul vinurilor, densitatea se exprimă în g/ml.

Tăria alcoolică a vinurilor poate fi măsurată prin densimetrie cu ajutorul balanței hidrostatice, pe baza principiului lui Arhimede, conform căruia asupra oricărui corp scufundat într-un lichid acționează o forță verticală ascendentă egală cu greutatea lichidului dezlocuit.

1.4. **Reactivi**

În timpul analizei, în cazul în care nu există indicații explicite contrare, se utilizează numai reactivi de o calitate analitică recunoscută și apă de cel puțin categoria 3, conform standardului ISO 3696:1987.

1.4.1. *Soluția de curățare a flotorului (hidroxid de sodiu, 30 % m/v)*

Pentru a prepara 100 ml, se cântăresc 30 g de hidroxid de sodiu și se completează cu etanol de 96 % în volume.

1.5. **Aparatură și echipament**

Aparatură standard de laborator, în special:

1.5.1. Balanță hidrostatică monoplatan, cu precizia de 1 mg.

1.5.2. Flotor cu volumul de cel puțin 20 ml, special adaptat pentru balanță, suspendat printr-un fir cu diametrul de cel mult 0,1 mm.

1.5.3. Cilindru gradat prevăzut cu reper de nivel. Flotorul trebuie să încapă integral în cilindrul gradat, sub reperul de nivel; suprafața lichidului nu trebuie să fie în contact decât cu firul de suspensie. Diametrul interior al cilindrului gradat trebuie să depășească diametrul flotorului cu cel puțin 6 mm.

1.5.4. Termometru (sau sondă de măsurare a temperaturii) cu scara în grade și zecimi de grade între 10 °C și 40 °C, etalonat la 0,05 °C.

1.5.5. Greutăți etalon, calibrate de un organism de certificare recunoscut.

1.6. Procedură

Înainte de fiecare măsurare, flotorul și cilindrul gradat trebuie spălate cu apă distilată, uscate cu hârtie fină de laborator care nu lasă fibre și clătite cu soluția a cărei densitate urmează a fi determinată. Măsurările trebuie efectuate imediat după stabilizarea dispozitivului experimental, pentru a limita pierderile de alcool prin evaporare.

1.6.1. Etalonarea balanței

Cu toate că balanțele sunt prevăzute, în general, cu un sistem de etalonare intern, balanța hidrostatică trebuie să poată fi etalonată cu greutateți etalon verificate de un organism de certificare oficial.

1.6.2. Etalonarea flotorului

1.6.2.1. Se umple cilindrul gradat până la reper cu apă bidistilată (sau apă de puritate echivalentă, de exemplu apă microfiltrată cu conductivitatea de 18,2 M Ω /cm), la o temperatură cuprinsă între 15 °C și 25 °C, de preferință de 20 °C.

1.6.2.2. Se introduce flotorul și termometrul în lichid, se agită, se citește densitatea lichidului pe aparat și, după caz, se corectează citirea, astfel încât să corespundă valorii densității apei la temperatura de măsurare.

1.6.3. Verificarea cu ajutorul unei soluții hidro-alcoolice

1.6.3.1. Se umple cilindrul gradat până la reper cu un amestec hidro-alcoolic de tărie cunoscută, la o temperatură cuprinsă între 15 °C și 20 °C, de preferință de 20 °C.

1.6.3.2. Se introduce flotorul și termometrul în lichid, se agită, se citește densitatea lichidului (sau tăria alcoolică, în cazul în care este posibil) pe aparat. Tăria alcoolică astfel stabilită trebuie să fie egală cu tăria alcoolică determinată anterior.

Observație: Această soluție cu tăria alcoolică cunoscută poate fi utilizată și la etalonarea flotorului, în locul apei bidistilate.

1.6.4. Măsurarea densității unui distilat (sau a tăriei sale alcoolice, în cazul în care aparatura permite acest lucru)

1.6.4.1. Se toarnă proba de testat în cilindrul gradat, până la reperul de nivel.

1.6.4.2. Se introduce flotorul și termometrul în lichid, se agită, se citește densitatea lichidului (sau tăria alcoolică, în cazul în care este posibil) pe aparat. Se notează temperatura dacă densitatea este măsurată la t °C ρ_t .

1.6.4.3. Se corectează ρ_t , pe baza tabelului densităților ρ_t pentru amestecuri hidro-alcoolice (tabelul II din anexa II la prezentul capitol).

1.6.5. Curățarea flotorului și a cilindrilor gradat

1.6.5.1. Se introduce flotorul în soluția de spălare a flotorului din cilindrul gradat.

1.6.5.2. Se lasă la muia timp de o oră, învârtind flotorul la intervale regulate.

1.6.5.3. Se clătește din abundență cu apă de robinet, apoi cu apă distilată.

1.6.5.4. Se usucă cu hârtie fină de laborator care nu lasă fibre.

Se execută această procedură la prima utilizare a flotorului și apoi periodic, după caz.

1.6.6. Rezultat

Cu ajutorul densității ρ_{20} , se calculează tăria alcoolică reală, utilizând tabelul care indică valoarea tăriei alcoolice în volume (% vol.), la 20 °C, în funcție de densitatea la 20 °C a amestecurilor hidro-alcoolice, respectiv tabelul internațional adoptat de Organizația Internațională de Metrologie Legală, în Recomandarea nr. 22.

2. COMPARAREA MĂSURĂTORILOR EFECTUATE CU AJUTORUL BALANȚEI HIDROSTATICE CU CELE OBȚINUTE CU AJUTORUL UNUI DENSIMETRU ELECTRONIC

Folosind probe cu tăria alcoolică cuprinsă între 4 % și 18 % vol., s-au măsurat repetabilitatea și reproductibilitatea în urma unui test circular interlaboratoare. S-a comparat tăria alcoolică a unor probe diferite, măsurată cu ajutorul balanței hidrostatice și al densimetrului electronic, precum și valorile de repetabilitate și reproductibilitate obținute în cadrul unui program multianual extensiv de intercomparare.

2.1. **Probe**

Vinuri de diferite densități și tării alcoolice, produse lunar la scară industrială, prelevate dintr-un stoc de butelii depozitate în condiții adecvate și livrate laboratoarelor ca produse anonime.

2.2. **Laboratoare**

Laboratoare participante la testul circular lunar organizat de Unione Italiana Vini (Verona, Italia), în conformitate cu reglementările ISO 5725 (UNI 9225) și cu «International Protocol of Proficiency Testing for chemical analysis laboratories» instituit de AOAC, ISO și IUPAC, precum și cu liniile directoare ISO 43 și ILAC G13. Societatea menționată transmite rapoarte anuale tuturor participanților.

2.3. **Echipamente**

2.3.1. Balanță hidrostatică electronică (cu precizia de 5 zecimale), de preferință prevăzută cu un dispozitiv de prelucrare a datelor.

2.3.2. Densimetru electronic, de preferință prevăzut cu un modul automat de manevrare a probelor.

2.4. **Analiză**

În conformitate cu regulile de validare a metodelor de analiză, fiecare probă a fost analizată de două ori consecutiv, în vederea determinării tăriei alcoolice.

2.5. **Rezultate**

Tabelul 1 prezintă rezultatele obținute în urma măsurărilor efectuate de laboratoare cu ajutorul balanței hidrostatice.

Tabelul 2 prezintă rezultatele obținute de laboratoare cu ajutorul densimetrului electronic.

2.6. **Evaluarea rezultatelor**

2.6.1. Rezultatele testelor au fost examinate pentru a evidenția eroarea sistematică individuală ($p < 0,025$), utilizând succesiv testele Cochran și Grubb, conform procedurilor descrise în «International Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies».

2.6.2. *Repetabilitate (r) și reproductibilitate (R)*

Calculul repetabilității (r) și al reproductibilității (R) definite în cadrul protocolului a fost efectuat pe rezultatele rămase în urma eliminării valorilor aberante. În cazul evaluării unei metode noi, adesea nu există metode de referință sau statutare validate pentru a permite compararea criteriilor de precizie; în acest caz, se pot compara datele de precizie obținute în urma testelor colaborative cu niveluri «estimate» de precizie. Aceste niveluri «estimate» se calculează pe baza formulei lui Horwitz. Compararea rezultatelor testelor cu nivelurile «estimate» va indica dacă metoda este suficient de precisă pentru nivelul analitului măsurat. Valoarea estimată Horwitz se calculează pe baza ecuației lui Horwitz.

$$RSDR = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

unde C = concentrația măsurată a analitului exprimată în zecimale (de exemplu 1 g/100 g = 0,01).

Valoarea Horrat compară precizia efectiv măsurată cu precizia estimată prin ecuația lui Horwitz, pentru o metodă de măsurare la nivelul specific de concentrație al analitului. Se calculează după cum urmează:

$$\text{HoR} = \text{RSDr}(\text{măsurat})/\text{RSDr}(\text{Horwitz})$$

2.6.3. Precizia interlaboratoare

O valoare Horrat de 1 indică, în mod normal, o precizie interlaboratoare satisfăcătoare, în timp ce o valoare de 2 indică, în mod normal, o precizie nesatisfăcătoare, respectiv o precizie prea variabilă pentru majoritatea scopurilor analitice sau unde variațiile obținute sunt mai ridicate decât cele estimate pentru tipul de metodă utilizat. De asemenea, Hor este calculat și utilizat pentru evaluarea preciziei intralaboratoare, cu ajutorul următoarei aproximări:

$$\text{RSDr}(\text{Horwitz}) = 0,66 \text{ RSDr}(\text{Horwitz}) \text{ (ceea ce presupune aproximarea } r = 0,66 \text{ R).}$$

Tabelul 3 prezintă diferențele dintre măsurătorile obținute de laboratoare prin densimetrie electronică și cele obținute cu ajutorul balanței hidrostatice. Cu excepția probei 2000/3, care are o tărie alcoolică foarte redusă și în cazul căreia ambele tehnici prezintă o reproductibilitate slabă, se constată, în general, o concordanță foarte bună pentru toate celelalte probe.

2.6.4. Parametri de fidelitate

Tabelul 4 prezintă media generală a parametrilor de fidelitate, calculată pe baza tuturor testelor lunare desfășurate în perioada ianuarie 1999 – mai 2001.

În special:

Repetabilitatea (r) = 0,074 (% vol.) pentru balanța hidrostatică și 0,061 (% vol.) pentru densimetria electronică;

Reproductibilitatea (R) = 0,229 (% vol.) pentru balanța hidrostatică și 0,174 (% vol.) pentru densimetria electronică.

2.7. Concluzie

Rezultatele determinării tăriei alcoolice a unei game largi de vinuri arată că măsurătorile efectuate cu ajutorul balanței hidrostatice sunt comparabile cu cele efectuate prin densimetrie electronică, utilizând un oscilator de frecvență, și demonstrează că valorile obținute ale parametrilor de validare sunt similare pentru cele două metode.

Legenda tabelor

| | |
|-------------------|---|
| – Medie | media tuturor datelor folosite în analizele statistice |
| – N | numărul total al seturilor de date prezentate |
| – Nc | numărul rezultatelor excluse din analizele statistice din motive de neconformitate |
| – Valori aberante | numărul rezultatelor excluse din analizele statistice în urma determinării valorilor aberante prin testele Cochran sau Grubb |
| – n1 | numărul rezultatelor utilizate în analizele statistice |
| – R | limita de repetabilitate |
| – Sr | deviația standard a repetabilității |
| – RSDr | deviația relativă standard a repetabilității ($Sr \times 100/\text{Medie}$) |
| – Hor | Valoarea Horrat pentru repetabilitate este RSDr observată raportată la valoarea RSDr estimată prin ecuația Horwitz, pe baza ipotezei $r = 0,66 \text{ R}$ |
| – R | limita de reproductibilitate |
| – SR | deviația standard a reproductibilității |
| – HoR | valoarea Horrat a reproductibilității este valoarea RSDr observată raportată la valoarea RSDr calculată pe baza formulei $\text{HoR} = \text{RSDr}(\text{măsurat})/\text{RSDr}$ |

Tabelul 1: Balanța hidrostatică (BH)

| | Medie | n | Valori aberrante | n1 | r | Sr | RSDr | Hor | R | sR | RSDR | HoR | Număr de duplicare | Diferența critică C _r D95 |
|---------|--------|----|---------------------|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|------|-----------------------|--|
| 1999/1 | 11,043 | 17 | 1 | 16 | 0,0571 | 0,0204 | 0,1846 | 0,1004 | 0,1579 | 0,0564 | 0,5107 | 0,18 | 2 | 0,1080 |
| 1999/2 | 11,247 | 14 | 1 | 13 | 0,0584 | 0,0208 | 0,1854 | 0,1011 | 0,1803 | 0,0644 | 0,5727 | 0,21 | 2 | 0,1241 |
| 1999/3 | 11,946 | 16 | 0 | 16 | 0,0405 | 0,0145 | 0,1211 | 0,0666 | 0,1593 | 0,0569 | 0,4764 | 0,17 | 2 | 0,1108 |
| 1999/4 | 7,653 | 17 | 1 | 16 | 0,0502 | 0,0179 | 0,2344 | 0,1206 | 0,1537 | 0,0549 | 0,7172 | 0,24 | 2 | 0,1057 |
| 1999/5 | 11,188 | 17 | 0 | 17 | 0,0871 | 0,0311 | 0,2780 | 0,1515 | 0,2701 | 0,0965 | 0,8622 | 0,31 | 2 | 0,1860 |
| 1999/6 | 11,276 | 19 | 0 | 19 | 0,0846 | 0,0302 | 0,2680 | 0,1462 | 0,2957 | 0,1056 | 0,9365 | 0,34 | 2 | 0,2047 |
| 1999/7 | 8,018 | 17 | 0 | 17 | 0,0890 | 0,0318 | 0,3964 | 0,2054 | 0,2573 | 0,0919 | 1,1462 | 0,39 | 2 | 0,1764 |
| 1999/9 | 11,226 | 17 | 0 | 17 | 0,0580 | 0,0207 | 0,1846 | 0,1423 | 0,2796 | 0,0999 | 0,8896 | 0,45 | 2 | 0,1956 |
| 1999/10 | 11,026 | 17 | 0 | 17 | 0,0606 | 0,0216 | 0,1961 | 0,1066 | 0,2651 | 0,0947 | 0,8588 | 0,31 | 2 | 0,1850 |
| 1999/11 | 7,701 | 16 | 1 | 15 | 0,0643 | 0,0229 | 0,2980 | 0,1535 | 0,2330 | 0,0832 | 1,0805 | 0,37 | 2 | 0,1616 |
| 1999/12 | 10,987 | 17 | 2 | 15 | 0,0655 | 0,0234 | 0,2128 | 0,1156 | 0,1258 | 0,0449 | 0,4089 | 0,15 | 2 | 0,0827 |
| 2000/1 | 11,313 | 16 | 0 | 16 | 0,0986 | 0,0352 | 0,3113 | 0,1699 | 0,2577 | 0,0920 | 0,8135 | 0,29 | 2 | 0,1754 |
| 2000/2 | 11,232 | 17 | 0 | 17 | 0,0859 | 0,0307 | 0,2731 | 0,1489 | 0,2535 | 0,0905 | 0,8060 | 0,29 | 2 | 0,1740 |
| 2000/3 | 0,679 | 10 | 0 | 10 | 0,0680 | 0,0243 | 3,5773 | 1,2783 | 0,6529 | 0,2332 | 34,3395 | 8,10 | 2 | 0,4604 |
| 2000/4 | 11,223 | 18 | 0 | 18 | 0,0709 | 0,0253 | 0,2257 | 0,1230 | 0,2184 | 0,0780 | 0,6951 | 0,25 | 2 | 0,1503 |
| 2000/5 | 7,439 | 19 | 1 | 18 | 0,0630 | 0,0225 | 0,3023 | 0,1549 | 0,1522 | 0,0544 | 0,7307 | 0,25 | 2 | 0,1029 |
| 2000/6 | 11,181 | 19 | 0 | 19 | 0,0536 | 0,0191 | 0,1710 | 0,0932 | 0,2783 | 0,0994 | 0,8890 | 0,32 | 2 | 0,1950 |
| 2000/7 | 10,858 | 16 | 0 | 16 | 0,0526 | 0,0188 | 0,1731 | 0,0939 | 0,1827 | 0,0653 | 0,6011 | 0,22 | 2 | 0,1265 |
| 2000/9 | 12,031 | 17 | 1 | 16 | 0,0602 | 0,0215 | 0,1787 | 0,0985 | 0,2447 | 0,0874 | 0,7263 | 0,26 | 2 | 0,1704 |
| 2000/10 | 11,374 | 18 | 0 | 18 | 0,0814 | 0,0291 | 0,2555 | 0,1395 | 0,2701 | 0,0965 | 0,8482 | 0,31 | 2 | 0,1866 |
| 2000/11 | 7,644 | 18 | 0 | 18 | 0,0827 | 0,0295 | 0,3863 | 0,1988 | 0,2289 | 0,0817 | 1,0694 | 0,36 | 2 | 0,1565 |
| 2000/12 | 11,314 | 19 | 1 | 18 | 0,0775 | 0,0277 | 0,2447 | 0,1336 | 0,2421 | 0,0864 | 0,7641 | 0,28 | 2 | 0,1667 |
| 2001/1 | 11,415 | 19 | 0 | 19 | 0,0950 | 0,0339 | 0,2971 | 0,1623 | 0,2410 | 0,0861 | 0,7539 | 0,27 | 2 | 0,1636 |
| 2001/2 | 11,347 | 19 | 0 | 19 | 0,0792 | 0,0283 | 0,2493 | 0,1361 | 0,1944 | 0,0694 | 0,6119 | 0,22 | 2 | 0,1316 |
| 2001/3 | 11,818 | 16 | 0 | 16 | 0,0659 | 0,0235 | 0,1990 | 0,1093 | 0,2636 | 0,0941 | 0,7965 | 0,29 | 2 | 0,1834 |
| 2001/4 | 11,331 | 17 | 0 | 17 | 0,1067 | 0,0381 | 0,3364 | 0,1836 | 0,1895 | 0,0677 | 0,5971 | 0,22 | 2 | 0,1229 |
| 2001/5 | 8,063 | 19 | 1 | 18 | 0,0782 | 0,0279 | 0,3465 | 0,1797 | 0,1906 | 0,0681 | 0,8442 | 0,29 | 2 | 0,1290 |

Tabulul 2: Densimetriia electronică (DE)

| | Media n1 | n | Valori aberante | n1 | r | sr | RSDr | Hor | R | sR | RSDR | HoR | Număr de duplicate | Diferența critică C _{hD95} |
|----------|----------|----|-----------------|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|-------|--------------------|-------------------------------------|
| D1999/1 | 11,019 | 18 | 1 | 17 | 0,0677 | 0,0242 | 0,2196 | 0,1193 | 0,1996 | 0,0713 | 0,6470 | 0,23 | 2 | 0,1370 |
| D1999/2 | 11,245 | 19 | 2 | 17 | 0,0448 | 0,0160 | 0,1423 | 0,0776 | 0,1311 | 0,0468 | 0,4165 | 0,15 | 2 | 0,0900 |
| D1999/3 | 11,967 | 21 | 0 | 21 | 0,0701 | 0,0250 | 0,2091 | 0,1151 | 0,1552 | 0,0554 | 0,4631 | 0,17 | 2 | 0,1040 |
| D1999/4 | 7,643 | 19 | 1 | 18 | 0,0610 | 0,0218 | 0,2852 | 0,1467 | 0,1340 | 0,0479 | 0,6262 | 0,21 | 2 | 0,0897 |
| D1999/5 | 11,188 | 21 | 3 | 18 | 0,0260 | 0,0093 | 0,0829 | 0,0452 | 0,2047 | 0,0731 | 0,6536 | 0,24 | 2 | 0,1442 |
| D1999/6 | 11,303 | 21 | 0 | 21 | 0,0652 | 0,0233 | 0,2061 | 0,1125 | 0,1466 | 0,0523 | 0,4631 | 0,17 | 2 | 0,0984 |
| D1999/7 | 8,026 | 21 | 0 | 21 | 0,0884 | 0,0316 | 0,3935 | 0,2039 | 0,1708 | 0,0610 | 0,7600 | 0,26 | 2 | 0,1124 |
| D1999/9 | 11,225 | 17 | 0 | 17 | 0,0372 | 0,0133 | 0,1183 | 0,0645 | 0,1686 | 0,0602 | 0,5366 | 0,19 | 2 | 0,1178 |
| D1999/10 | 11,011 | 19 | 0 | 19 | 0,0915 | 0,0327 | 0,2969 | 0,1613 | 0,1723 | 0,0615 | 0,5588 | 0,20 | 2 | 0,1129 |
| D1999/11 | 7,648 | 21 | 1 | 20 | 0,0615 | 0,0220 | 0,2872 | 0,1478 | 0,1538 | 0,0549 | 0,7183 | 0,24 | 2 | 0,1043 |
| D1999/12 | 10,999 | 16 | 1 | 15 | 0,0428 | 0,0153 | 0,1389 | 0,0755 | 0,2015 | 0,0720 | 0,6541 | 0,23 | 2 | 0,1408 |
| D2000/1 | 11,248 | 22 | 1 | 21 | 0,0697 | 0,0249 | 0,2212 | 0,1206 | 0,1422 | 0,0508 | 0,4516 | 0,16 | 2 | 0,0944 |
| D2000/2 | 11,240 | 19 | 3 | 16 | 0,0448 | 0,0160 | 0,1424 | 0,0776 | 0,1619 | 0,0578 | 0,5145 | 0,19 | 2 | 0,1123 |
| D2000/3 | 0,526 | 12 | 1 | 11 | 0,0327 | 0,0117 | 2,2185 | 0,7630 | 0,9344 | 0,3337 | 63,4009 | 14,39 | 2 | 0,6605 |
| D2000/4 | 11,225 | 19 | 1 | 18 | 0,0476 | 0,0170 | 0,1514 | 0,0825 | 0,1350 | 0,0482 | 0,4295 | 0,15 | 2 | 0,0924 |
| D2000/5 | 7,423 | 21 | 0 | 21 | 0,0628 | 0,0224 | 0,3019 | 0,1547 | 0,2635 | 0,0941 | 1,2677 | 0,43 | 2 | 0,1836 |
| D2000/6 | 11,175 | 23 | 2 | 21 | 0,0606 | 0,0217 | 0,1938 | 0,1056 | 0,1697 | 0,0606 | 0,5424 | 0,20 | 2 | 0,1161 |
| D2000/7 | 10,845 | 21 | 5 | 16 | 0,0440 | 0,0157 | 0,1449 | 0,0786 | 0,1447 | 0,0517 | 0,4766 | 0,17 | 2 | 0,0999 |
| D2000/9 | 11,983 | 22 | 1 | 21 | 0,0841 | 0,0300 | 0,2507 | 0,1380 | 0,2410 | 0,0861 | 0,7183 | 0,26 | 2 | 0,1651 |
| D2000/10 | 11,356 | 22 | 1 | 21 | 0,0635 | 0,0227 | 0,1997 | 0,1090 | 0,1865 | 0,0666 | 0,5866 | 0,21 | 2 | 0,1280 |
| D2000/11 | 7,601 | 27 | 0 | 27 | 0,0521 | 0,0186 | 0,2448 | 0,1258 | 0,1685 | 0,0602 | 0,7916 | 0,27 | 2 | 0,1162 |
| D2000/12 | 11,322 | 25 | 1 | 24 | 0,0476 | 0,0170 | 0,1503 | 0,0820 | 0,1594 | 0,0569 | 0,5028 | 0,18 | 2 | 0,1102 |
| D2001/1 | 11,427 | 29 | 0 | 29 | 0,0706 | 0,0252 | 0,2207 | 0,1206 | 0,1526 | 0,0545 | 0,4771 | 0,17 | 2 | 0,1020 |
| D2001/2 | 11,320 | 29 | 1 | 28 | 0,0675 | 0,0241 | 0,2128 | 0,1161 | 0,1570 | 0,0561 | 0,4952 | 0,18 | 2 | 0,1057 |
| D2001/3 | 11,826 | 34 | 1 | 33 | 0,0489 | 0,0175 | 0,1476 | 0,0811 | 0,1762 | 0,0629 | 0,5322 | 0,19 | 2 | 0,1222 |
| D2001/4 | 11,339 | 31 | 2 | 29 | 0,0639 | 0,0228 | 0,2012 | 0,1099 | 0,1520 | 0,0543 | 0,4788 | 0,17 | 2 | 0,1026 |
| D2001/5 | 8,058 | 28 | 0 | 28 | 0,0473 | 0,0169 | 0,2098 | 0,1088 | 0,2025 | 0,0723 | 0,8976 | 0,31 | 2 | 0,1412 |

Tabelul 4: Parametri de fidelitate

| | Balanță hidrostatică | Densimetrie electronică |
|--|----------------------|-------------------------|
| n1 | 441 | 557 |
| Varianța de repetabilitate ponderată | 0,309 | 0,267 |
| R | 0,074 | 0,061 |
| Sr | 0,026 | 0,022 |
| Varianța de reproductibilitate ponderată | 2,948 | 2,150 |
| R | 0,229 | 0,174 |
| SR | 0,082 | 0,062" |