

32000R2870

L 333/20

URADNI LIST EVROPSKIH SKUPNOSTI

29.12.2000

UREDBA KOMISIJE (ES) št. 2870/2000
z dne 19. decembra 2000,
o določitvi referenčnih metod Skupnosti za analizo žganih pijač

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE

SPREJELA NASLEDNJO UREDBO:

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropskih skupnosti,

Člen 1

ob upoštevanju Uredbe Sveta (EGS) št. 1576/89 z dne 29. maja 1989 o določitvi splošnih pravil za opredelitev, opis in predstavitev žganih pijač ⁽¹⁾, kakor je bila spremenjena z aktom o pristopu Avstrije, Finske in Švedske, in zlasti člena 4(8) Uredbe,

Referenčne metode Skupnosti za analizo žganih pijač, s katerimi se zagotavlja skladnost z Uredbo (EGS) št. 1576/89 in Uredbo (EGS) št. 1014/90:

ob upoštevanju naslednjega:

— ko se opravlja kateri koli uradni nadzor ali

— ob sporu,

so tiste, ki so navedene v Prilogi k tej uredbi.

(1) Člen 4(8) Uredbe (EGS) št. 1576/89 predvideva sprejetje metod, ki naj se uporabljajo za analizo žganih pijač. Referenčne metode naj se uporabljajo zaradi zagotavljanja skladnosti z Uredbo (EGS) št. 1576/89 in Uredbo Komisije (EGS) št. 1014/90 z dne 24. aprila 1990 o določitvi podrobnih izvedbenih pravil za opredelitev, opis in predstavitev žganih pijač ⁽²⁾, kakor sta bili nazadnje spremenjeni z Uredbo (ES) št. 2140/98 ⁽³⁾, kadar ob sporu nastopi uradni nadzor.

Člen 2

Ne glede na prvo alineo člena 1 so ob odgovornosti direktorja laboratorija dovoljene druge analizne metode pod pogojem, da sta točnost in natančnost (ponovljivost in obnovljivost) metod vsaj enaki kakor pri ustreznih referenčnih analiznih metodah, danih v Prilogi.

(2) Koristno bi bilo, kolikor je to mogoče, kot referenčne analizne metode Skupnosti sprejeti in opisati splošno priznane metode.

(3) Zaradi upoštevanja znanstvenega napredka in razlik v opremljenosti uradnih laboratorijev ter ob odgovornosti direktorja laboratorija mora biti dovoljena uporaba metod, ki temeljijo na drugačnih načelih merjenja in se razlikujejo od referenčnih metod iz Priloge k tej uredbi, če te metode dajejo zadovoljiva jamstva glede rezultatov in zlasti izpolnjujejo merila, določena v Prilogi k Direktivi Sveta št. 85/591/EGS z dne 20. decembra 1985 glede uvedbe metod Skupnosti za vzorčenje in analize pri monitoringu živil, namenjenih za prehrano ljudi ⁽⁴⁾, in če je mogoče dokazati, da so odmiki v točnosti, ponovljivosti in obnovljivosti dobljenih rezultatov v mejah tistih, ki so dobljeni z referenčnimi metodami, opisanimi v tej uredbi. Če je ta pogoj izpolnjen, mora biti dovoljena uporaba drugih analiznih metod. Kljub temu se navede, da druge metode ob sporu ne morejo nadomestiti referenčnih metod.

Člen 3

Kadar za določanje in ugotavljanje vsebnosti snovi v žgani pijači niso predpisane referenčne analizne metode Skupnosti, se uporabljajo naslednje metode:

- (a) analizne metode, ki so validirane kot mednarodno priznani postopki in ki zlasti izpolnjujejo merila iz Priloge k Direktivi 85/591/EGS;
- (b) analizne metode, ki ustrezajo priporočenim standardom Mednarodne organizacije za standardizacijo (ISO);
- (c) analizne metode, ki jih je priznala generalna skupščina Mednarodnega urada za trto in vino (OIV) in jih je objavil ta urad;
- (d) če zaradi točnosti, ponovljivosti in obnovljivosti ni metode, kakor je navedeno pod (a), (b) ali (c):

— analizna metoda, ki jo potrdi zadevna država članica,

— kadar je potrebno, katera koli ustrezna analizna metoda.

⁽¹⁾ UL L 160, 12.6.1989, str. 1.

⁽²⁾ UL L 105, 25.4.1990, str. 9.

⁽³⁾ UL L 270, 7.10.1998, str. 9.

⁽⁴⁾ UL L 372, 31.12.1985, str. 50.

Člen 4

V tej uredbi pomeni:

- (a) „meja ponovljivosti“: vrednost, manjšo ali enako vrednosti, ki se kot absolutna razlika med dvema preskusnima rezultoma, dobljenima pod pogoji ponovljivosti (isti izvajalec, ista oprema, isti laboratorij in kratek časovni presledek) lahko pričakuje s 95-odstotno verjetnostjo {ISO 3534-1};
- (b) „meja obnovljivosti“: vrednost, manjšo ali enako vrednosti, ki se kot absolutna razlika med dvema preskusnima rezultoma, dobljenima pod pogoji obnovljivosti (različna izvajalca, različna oprema, različna laboratorija) lahko pričakuje s 95-odstotno verjetnostjo {ISO 3534-1};

- (c) „točnost“: doseženo ujemanje med rezultatom preskusa in sprejeto referenčno vrednostjo {ISO 3534-1}.

Člen 5

Ta uredba začne veljati sedmi dan po objavi v *Uradnem listu Evropskih skupnosti*.

Uporablja se od 1. januarja 2001.

Uredba je v celoti zavezujoča in se neposredno uporablja v vseh državah članicah.

V Bruslju, 19. decembra 2000

Za Komisijo

Član Komisije

Franz FISCHLER

PRILOGA

OPIS REFERENČNIH ANALIZNIH METOD

- I. Določanje vsebnosti alkohola v volumnskih odstotkih
 - Dodatek I : Priprava destilata
 - Dodatek II : Merjenje gostote destilata
 - Metoda A = piknometrija
 - Metoda B = elektronska denzimetrija
 - Metoda C = hidrostatska tehtnica
 - II. Določanje skupnega suhega ekstrakta z gravimetrijo
 - III. Določanje hlapnih snovi in metanola
 - III.1 Splošne opombe
 - III.2 Hlapne snovi: aldehidi, višji alkoholi, etilacetat in metanol (plinska kromatografija)
 - III.3 Hlapne kisline (p.m.)
 - IV. Cianovodikova kislina (p.m.)
 - V. Anetol (p.m.)
 - VI. Glicirizinska kislina (p.m.)
 - VII. Halkoni (p.m.)
 - VIII. Skupni sladkorji (p.m.)
 - IX. Jajčni rumenjak (p.m.)
-

I. DOLOČANJE VSEBNOSTI ALKOHOLA V VOLUMSKIH ODSOTOKIH V ŽGANIH PIJAČAH

Uvod

Referenčna metoda vključuje dva dodatka:

Dodatek I: Priprava destilata

Dodatek II: Merjenje gostote destilata

1. Področje uporabe

Metoda je primerna za določanje dejanske volumske vsebnosti alkohola v žganih pijačah.

2. Normativne reference

ISO 3696:1987: Voda za laboratorijske analize – specifikacije in preskusne metode.

3. Izrazi in opredelitev pojmov

3.1 Referenčna temperatura:

Referenčna temperatura za določanje volumske vsebnosti alkohola v žganih pijačah, gostote in relativne gostote je 20 °C.

Opomba 1: Izraz „pri t °C“ je namenjen za vsa določanja (gostote ali volumske vsebnosti alkohola), izražena s temperaturo, ki ni referenčna temperatura 20 °C.

3.2 Gostota:

Gostota je masa žganih pijač na enoto prostornine pri 20 °C v vakuumu. Izraža se v kilogramih na kubični meter, njen simbol pa je $\rho_{20\text{ °C}}$ ali ρ_{20} .

3.3 Relativna gostota:

Relativna gostota je z decimalnim številom izraženo razmerje med gostoto žgane pijače pri 20 °C in gostoto vode pri isti temperaturi. Označuje se z oznako $d_{20\text{ °C}/20\text{ °C}}$ ali $d_{20/20}$ ali preprosto z d , kadar ni možnosti zamenjave. Izmerjeni parameter je v certifikatu lahko naveden samo z zgoraj opredeljenimi simboli.

Opomba 2: Relativno gostoto je mogoče dobiti iz gostote ρ_{20} pri 20 °C:

$$\rho_{20} = 998,203 \text{ kg/m}^3 d_{20/20} \text{ ali } d_{20/20} = \rho_{20}/998,203$$

pri čemer je 998,203 kg/m³ gostota vode pri 20 °C.

3.4 Dejanska volumska vsebnost alkohola:

Dejanska volumska vsebnost alkohola žganih pijač je enaka številu litrov etilnega alkohola v 100 litrih vodno-alkoholne zmesi, ki ima isto gostoto kakor alkohol ali žganje po destilaciji. Uporabiti je treba referenčne vrednosti za razmerje med volumsko vsebnostjo alkohola (vol %) pri 20 °C in gostoto različnih vodno-alkoholnih zmesi pri 20 °C, danih v mednarodni tabeli, ki jo je sprejela Mednarodna organizacija za zakonsko meroslovje v Priporočilu št. 22.

Splošna enačba, ki zadeva volumsko vsebnost alkohola in gostoto vodno-alkoholne zmesi pri dani temperaturi, je dana na strani 40 v poglavju 3 „Volumska vsebnost alkohola“ Priloge k Uredbi Komisije (EGS) št. 2676/90 (UL L 272, 3.10.1990, str. 1) ali v Priročniku analiznih metod Mednarodnega urada za vinsko trto in vino (1994) (str. 17).

Opomba 3: Za likerje in kremne pijače, pri katerih je težko točno izmeriti prostornino, je treba vzorec steh-tati in najprej izračunati masno vsebnost alkohola.

Formula za pretvorbo:

$$\text{volumska vsebnost alkohola (vol \%)} = \frac{\text{AMS (\% mase)} \cdot \rho_{20}(\text{vzorec})}{\rho_{20}(\text{alkohol})}$$

pri čemer je AMS = masna vsebnost alkohola,

$$\rho_{20}(\text{alkohol}) = 789,23 \text{ kg/m}^3$$

4. Princip

Po pripravi destilata se volumska vsebnost alkohola v destilatu določa s piknometrijo, elektronskim denzime-trom ali hidrostatsko tehtnico.

DODATEK I: PRIPRAVA DESTILATA

1. Področje uporabe

Metoda je primerna za pripravo destilatov, pri katerih se določa dejanska volumska vsebnost alkohola v žganih pijačah.

2. Princip

Žgane pijače se destilirajo tako, da se etilni alkohol in druge hlapne spojine ločijo od ekstrakcijske snovi (snovi, ki se ne destilirajo).

3. Reagenti in materiali

3.1 Vrelni kamenčki.

3.2 Koncentrirana emulzija proti penjenju (za kremne likerje).

4. Aparatura in oprema

Običajna laboratorijska aparatura in zlasti naslednje.

4.1 Vodna kopel, ki jo je mogoče vzdrževati pri 10 °C do 15 °C.

Vodna kopel, ki jo je mogoče vzdrževati pri 20 °C ($\pm 0,2$ °C).

4.2 Merilne bučke (100 ml in 200 ml) razreda A, certificirane za 0,1 % in 0,15 % natančnost.

4.3 Aparatura za destilacijo:

4.3.1 Splošne zahteve

Aparatura za destilacijo mora izpolnjevati naslednje zahteve:

- število spojev ne sme presegati strogega minimuma, ki je potreben za neprepustnost sistema,
- vključevati mora sestavni del, ki preprečuje kipenje (izguba vrelna tekočina) in uravnava hitrost destilacije z alkoholom nasičenih hlapov,
- hitro in popolno mora kondenzirati alkoholne hlape,
- prve destilacijske frakcije mora zbrati v vodi. Vir toplote je treba opremiti s primernim pripomočkom za razporejanje toplote, ki naj prepreči vsakršno pirogeno reakcijo nepredestiliranih snovi.

4.3.2 Primer ustrezne destilacijske aparature je prikazan na sliki 1, vključeni pa so naslednji deli:

- bučka, 1 liter, z okroglim dnom in s standardiziranim obrusom,
- rektifikacijska kolona, visoka vsaj 20 cm (na primer Vigreuxova kolona),
- upognjeni konektor s približno 10-centimetrskim ravnim hladilnikom (tipa West), nameščenim navpično,
- vijačni hladilnik, dolg 40 cm,
- cevasti nastavek, po katerem steče destilat na dno umerjene zbiralne bučke z malo vode.

Opomba: Zgoraj opisana aparatura je namenjena vzorcem s prostornino vsaj 200 ml. Manjši vzorec (100 ml) pa se lahko destilira v manjši destilacijski bučki pod pogojem, da se uporabi sredstvo, ki preprečuje kipenje, ali kak drug ustrezen pripomoček.

5. Hranjenje preskusnih vzorcev

Vzorci se pred analizo hranijo pri sobni temperaturi.

6. Postopek

Uvodna pripomba:

Destilirati je mogoče tudi po postopku, ki ga je objavil IUPAC (1968).

6.1 Preverjanje destilacijske aparature.

Aparatura mora izpolnjevati naslednje zahteve:

Destilacija 200 ml vodno-alkoholne zmesi z znano koncentracijo blizu 50 vol % ne sme povzročiti izgube alkohola za več kakor 0,1 vol %.

- 6.2 Žgane pijače z volumsko vsebnostjo alkohola pod 50 vol %.
- V merilno bučko odmerimo 200 ml žganja.
- Zapišemo temperaturo te tekočine ali vzdržujemo stalno temperaturo (20 °C).
- Vzorec nalijemo v bučko, ki ima okroglo dno, destilacijskega aparata in splaknemo merilno bučko s tremi alikvotnimi deli po približno 20 ml destilirane vode. Vsak odmerek vode za splakovanje dodamo vsebini destilacijske bučke.
- Opomba: Teh 60 ml raztopine zadošča za žganja, ki vsebujejo manj kakor 250 g suhega ekstrakta na liter. Če je koncentracija suhega ekstrakta 300 g/l, mora biti vode za splakovanje zaradi preprečevanja pirolize vsaj 70 ml, za 400 g/l suhega ekstrakta 85 ml in za 500 g/l suhega ekstrakta (nekateri sadni ali kremni likerji) 100 ml. Prostornino sorazmerno prilagodimo različnim prostorninam vzorca.
- Dodamo nekaj vrelnih kamenčkov (3.1) (kremnim likerjem tudi sredstvo proti penjenju).
- Nalijemo 20 ml destilirane vode v pripravljeno 200-mililitrsko merilno bučko, v kateri se bo nabiral destilat. Bučko potem postavimo v hladno vodno kopel (4.1) (10 do 15 °C za žgane pijače, odišavljene z janežem).
- Destiliramo in pazimo, da ne nastopi škropljenje in zогlenitev, občasno premešamo vsebino, dokler ne sega destilat nekaj milimetrov pod oznako merilne bučke.
- Ko se temperatura destilata približa začetni temperaturi na najmanj 0,5 °C, dopolnimo do oznake z destilirano vodo in temeljito premešamo.
- Ta destilat se uporablja za določanje volumske vsebnosti alkohola (Dodatek II)
- 6.3 Žgane pijače z volumsko vsebnostjo alkohola nad 50 vol %.
- Odmerimo 100 ml žgane pijače v 100-mililitrsko merilno bučko in izlijemo v destilacijsko bučko z okroglim dnom.
- Merilno bučko večkrat splaknemo z destilirano vodo in to dodamo vsebini destilacijske bučke. Uporabimo dovolj vode, da bo v bučki približno 230 ml vsebine.
- V 200-mililitrsko bučko, v katero se bo stekal destilat, nalijemo 20 ml destilirane vode. Potem jo postavimo v mrzlo vodno kopel (4.1) (10 do 15 °C za žganja, odišavljena z janežem).
- Destiliramo, občasno premešamo vsebino bučke, dokler ne sega destilat nekaj milimetrov pod oznako 200-mililitrske merilne bučke.
- Ko se temperatura destilata približa začetni temperaturi na najmanj 0,5 °C, dopolnimo do oznake z destilirano vodo in dobro premešamo.
- Ta destilat se uporablja za določanje volumske vsebnosti alkohola (Dodatek II)
- Opomba: Volumska vsebnost alkohola žgane pijače je enaka dvakratni vrednosti alkoholne vsebnosti v destilatu.

DODATEK II: MERJENJE GOSTOTE DESTILATA

METODA A: DOLOČANJE DEJANSKE VSEBNOSTI ALKOHOLA V ŽGANIH PIJAČAH – MERJENJE S PIKNOMETRIJO**A.1 Princip**

Volumska vsebnost alkohola se izračuna iz gostote destilata, izmerjene s piknometrijo.

A.2 Reagenti in materiali

Če ni drugače navedeno, uporabljamo za analizo samo reagente priznane analizne kakovosti in vodo najmanj kakovostne stopnje 3, kakor je to opredeljeno v ISO 3696:1987.

A.2.1 Raztopina natrijevega klorida (2 % w/v)

Za pripravo 1 litra odtehtamo 20 g natrijevega klorida in ga raztopimo v vodi, da dobimo 1 l raztopine.

A.3 Aparatura in oprema

Običajna laboratorijska aparatura in zlasti naslednje:

A.3.1 Analitska tehtnica z natančnostjo 0,1 mg.**A.3.2 Termometer z obrušom in merilno skalo v desetinah stopinje od 10 do 30 °C.** Ta termometer mora biti certificiran ali preverjen s certificiranim termometrom.**A.3.3 Pireks piknometar s približno 100 ml prostornine, opremljen z odstranljivim termometrom z obrušom (A.3.2).** Piknometar ima 25-milimetrsko stransko cevko z notranjim premerom (največ) 1 mm, ki se konča s koničnim obrušom. Drugi piknometri so opisani v standardu ISO 3507, če je to primerno, se lahko uporabi na primer 50-mililitrski.**A.3.4 Primerjalna (tara) steklenička z enako zunanjo prostornino (do 1 ml razlike) kakor piknometar in z enako maso, kakor jo ima piknometar, ki je napolnjen s tekočino gostote 1,01 (raztopina natrijevega klorida A.2.1).****A.3.5 Termoizolirana obloga, ki se točno prilega piknometru.**

Opomba 1: Metoda določanja gostote žganih pijač v vakuumu zahteva uporabo dvoročne tehtnice, piknometra in primerjalne (tara) stekleničke z enako zunanjo prostornino, da se v katerem koli danem trenutku izloči učinek vzgona zraka. Ta preprosta tehnika se lahko uporabi z enoročno tehtnico pod pogojem, da se primerjalna (tara) steklenička ponovno stehta in se tako spremljajo spremembe vzgona zraka.

A.4 Postopek

Uvodne opombe:

Naslednji postopek opisuje uporabo 100-mililitrskega piknometra za določanje volumnske vsebnosti alkohola; s tem se dosegata največja točnost. Lahko se uporabi tudi manjši piknometar, na primer 50-mililitrski.

A.4.1 Umerjanje piknometra

Piknometar se umeri z določitvijo naslednjih osnovnih parametrov:

- masa praznega piknometra,
- prostornina piknometra pri 20 °C,
- masa z vodo napolnjenega piknometra pri 20 °C.

A.4.1.1 Umerjanje z uporabo enoročne tehtnice:

Določimo:

- maso čistega, suhega piknometra (P),
- maso z vodo napolnjenega piknometra pri t °C (P1),
- maso prazne primerjalne (tara) stekleničke (T0).

A.4.1.1.1 Stehtamo čisti, suhi piknometar (P).

A.4.1.1.2 Piknometrom pazljivo napolnimo z destilirano vodo sobne temperature in vanj vstavimo termometer.

Piknometrom skrbno obrišemo do suhega in ga vstavimo v toplotno izolirano oblogo. Obračamo oblogo, dokler termometer ne pokaže stalne temperature.

Poravnamo raven v piknometru z zgornjim robom stranske cevke. Skrbno odčitamo temperaturo t °C, in če je to potrebno, popravimo morebitno netočnost na temperaturni skali.

Z vodo napolnjeni piknometrom stehamo (P1).

A.4.1.1.3 Stehamo primerjalno (tara) stekleničko (T0).

A.4.1.1.4 Izračun

— Masa praznega piknometra = $P - m$

pri čemer je m masa zraka v piknometru.

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

Opomba 2: 0,0012 je gostota suhega zraka pri 20 °C pri tlaku 760 mm Hg

— Prostornina piknometra pri 20 °C:

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

pri čemer je F_t koeficient za temperaturo t °C po tabeli 1 v poglavju 1 z naslovom „Gostota in relativna gostota“ Priloge k Uredbi (EGS) št. 2676/90 (str. 10).

Prostornina $V_{20\text{ °C}}$ mora biti znana na 0,001 ml natančno.

— Masa vode v piknometru pri 20 °C:

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

pri čemer je 0,998203 gostota vode pri 20 °C.

Opomba 3: Če je treba, se lahko uporabi vrednost gostote v zraku 0,99715, volumska vsebnost alkohola pa se izračuna glede na ustrezno gostoto v zraku po uradnih (britanskih) carinskih in trošarinskih tabelah.

A.4.1.2 Umerjanje z uporabo dvoročne tehtnice:

A.4.1.2.1 Postavimo primerjalno (tara) stekleničko na levo skodelico in čist suh piknometrom s pokrovčkom na desno skodelico. Uravnovesimo ju z dodajanjem p gramov uteži k piknometru.

A.4.1.2.2 Piknometrom pazljivo napolnimo z destilirano vodo sobne temperature in vstavimo termometer; piknometrom skrbno obrišemo do suhega in vstavimo v toplotno izolirano oblogo; obračamo jo, dokler termometer ne pokaže stalne temperature.

Raven v piknometru natančno poravnamo z zgornjim robom stranske cevi. Očistimo stransko cev, naravnamo pokrovček, skrbno odčitamo temperaturo t °C in po potrebi popravimo vse netočnosti na temperaturni skali.

Stehamo z vodo napolnjeni piknometrom, tako da masa p' v gramih pomeni ravnotežje.

A.4.1.2.3 Izračun

— Masa praznega piknometra = $p + m$

pri čemer je m masa zraka v piknometru.

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

— Prostornina piknometra pri 20 °C:

$$V_{20\text{ °C}} = (p + m - p') \times F_{t,1}$$

pri čemer je F_t faktor za temperaturo t °C po tabeli I iz poglavja 1 „Gostota in relativna gostota“ Priloge k Uredbi (EGS) št. 2676/90 (str. 10).

Prostornina $V_{20\text{ °C}}$ mora biti znana do 0,001 ml natančno.

— Masa vode v piknometru pri 20 °C:

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

pri čemer je 0,998203 gostota vode pri 20 °C.

A.4.2 Določanje volumske vsebnosti alkohola preskusnega vzorca

A.4.2.1 Z uporabo enoročne tehtnice.

A.4.2.1.1 Določimo maso T1 primerjalne (tara) stekleničke.

A.4.2.1.2 Stehamo piknometar s pripravljenim destilatom (glej Dodatek I), P2 je njegova masa pri t °C.

A.4.2.1.3 Izračun

$$— dT = T1 - T0$$

— Masa praznega piknometra v trenutku merjenja

$$= P - m + dT$$

— Masa tekočine v piknometru pri t °C

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

— Gostota pri t °C v g/ml

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

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

— Gostoto pri t °C v kilogramih na m³ izrazimo tako, da p_t °C pomnožimo s 1 000, ta vrednost je znana kot p_t.

Popravimo p_t do 20 z uporabo tabele gostot ρ_T za vodno-alkoholne zmesi (tabela II Dodatek II k Priročniku analiznih metod OIV (1994), str. 17–29).

V tabeli poiščemo vodoravno vrsto, ki ustreza najbližji temperaturi T pod t °C v celih stopinjah in najmanjšo gostoto nad p_t. Razliko, ki jo najdemo pod to gostoto, uporabimo za izračun gostote p_t žganja pri temperaturi T v celih stopinjah.

— Z uporabo celotne temperaturne vrste izračunamo razliko med gostoto p' v tabeli takoj nad p_t in izračunano gostoto p_t. Dobljeno razliko delimo z razliko iz tabele, ki jo najdemo desno od gostote p'. Količnik pomeni decimalni delež volumske vsebnosti alkohola, medtem ko je s celimi števili izražena volumska vsebnost alkohola na vrhu stolpca za gostoto p' (D_t, alkoholna stopnja).

Opomba 4: Piknometar, ki ga napolnimo do oznake, naj bo v vodni kopeli s stalno temperaturo 20 °C (± 0,2 °C).

A.4.2.1.4 Rezultat

Za izračun dejanske volumske vsebnosti alkohola uporabimo gostoto ρ₂₀ in si pri tem pomagamo s spodaj navedenimi tabelami za volumsko vsebnost alkohola:

Tabela, ki izraža vrednost volumske vsebnosti alkohola z volumnom (vol %) pri 20 °C kot funkcijo gostote vodno-alkoholnih zmesi pri 20 °C, je mednarodna tabela, ki jo je sprejela Mednarodna organizacija za zakonsko meroslovje v Priporočilu št. 22.

A.4.2.2 Metoda z uporabo enoročne tehtnice

A.4.2.2.1 Stehamo piknometar s pripravljenim destilatom (glej del I), p" je masa pri temperaturi t °C.

A.4.2.2.2 Izračun

— Masa tekočine v piknometru pri t °C

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

— Gostota pri t °C v g/ml

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

— Gostoto pri t °C izrazimo v kilogramih na m³ in popravimo temperaturno skalo, da lahko izračunamo koncentracijo alkohola pri 20 °C, kakor je opisano zgoraj za uporabo enoročne tehtnice.

A.5 Učinkovitost metode (natančnost)

A.5.1 Statistični rezultati medlaboratorijskega preskusa

Naslednji podatki izvirajo iz mednarodne študije o učinkovitosti metode, ki je opravljena po mednarodno priznanih postopkih [1] [2].

Leto medlaboratorijskega preskusa

1997

Število laboratorijev

20

Število vzorcev

6

Vzorci	A	B	C	D	E	F
Število laboratorijev po izločitvi	19	20	17	19	19	17
Število izločenih (laboratorijev)	1	—	2	1	1	3
Število sprejetih rezultatov	38	40	34	38	38	34
Srednja vrednost($\bar{x}$) v vol %	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51(*)			42,93(*)	45,73(*)	63,03(*)
Standardni odmik ponovljivosti (Sr) v vol %	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Relativni standardni odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Meja ponovljivosti (r) v vol %	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v vol %	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Relativni standardni odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Meja obnovljivosti (R) v vol %	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

Vrste vzorcev

A Sadni liker; dvojna raven*.

B Vinjak; slepi vzorci.

C Viski; slepi vzorci.

D Grappa; dvojna raven*.

E Aquavit; dvojna raven*.

F Rum; dvojna raven*.

METODA B: DOLOČANJE DEJANSKE VOLUMSKE VSEBNOSTI ALKOHOLA V ŽGANIH PIJAČAH – ELEKTRONSKA DENZIMetriJA (NA PODLAGI RESONANČNEGA NIHANJA VZORCA V OSCILACIJSKI CELICI)

B.1 Princip

Gostota tekočine se določa z elektronskim merjenjem oscilacije resonančne U cevke. To je oscilacijski sistem, katerega frekvenca nihanja je odvisna od mase vzorca.

B.2 Reagenti in materiali

Če ni navedeno drugače, se med analizo uporabljajo samo reagenti priznane analizne kakovosti in voda vsaj kakovostne stopnje 3, kakor je to opredeljeno v ISO 3696:1987.

B.2.1 Aceton (CAS 666-52-4) ali absolutni alkohol.

B.2.2 Suhi zrak.

B.3 Aparatura in oprema

Običajna laboratorijska oprema in zlasti naslednje:

B.3.1 Elektronski denzimeter z digitalnim prikazom

Za takšne meritve mora elektronski denzimeter omogočati prikaz gostote v g/ml na 5 decimalnih mest natančno.

Opomba 1: Denzimeter mora biti na popolnoma stabilnem stojalu, zaščitenem pred vsemi tresljaji.

B.3.2 Nastavitev temperature

Merjenje z elektronskim denzimetrom je veljavno le, če je merilna celica povezana z vgrajenim regulatorjem temperature, ki zadržuje temperaturo z odstopanji $\pm 0,02$ °C ali manj.

Opomba 2: Natančna nastavitev in spremljanje temperature v merilni celici sta zelo pomembna, kajti napaka 0,1 °C lahko privede do odstopanja gostote za kar 0,1 kg/m³.

B.3.3 Brizgalke ali avtomatski vzorčevalci.

B.4 Postopek**B.4.1 Umerjanje denzimetra**

Aparaturo je treba ob prvi uporabi umeriti v skladu z navodili njenega izdelovalca. Umerjanje se redno ponavlja in preverja s certificiranim referenčnim standardom ali interno referenčno laboratorijsko raztopino, pripravljeno na podlagi certificiranega referenčnega standarda.

B.4.2 Določanje gostote vzorca**B.4.2.1** Če je treba, pred merjenjem celico očistimo in osušimo z acetonom ali absolutnim alkoholom in suhim zrakom. Celico splaknemo z vzorcem.**B.4.2.2** Vzorec vbrizgamo v celico (za to uporabimo brizgalko ali avtomatski vzorčevalec), tako da je celica v celoti polna. Med polnjenjem pazimo, da odstranimo prav vse zračne mehurčke. Vzorec mora biti homogen in ne sme vsebovati nobenih trdnih delcev. Vse suspendirane snovi je treba pred analizo odstraniti s filtriranjem.**B.4.2.3** Ko se izmerjena vrednost ustali, zabeležimo gostoto ρ_{20} ali koncentracijo alkohola, ki jo izpiše denzimeter.**B.4.3 Rezultat**

Kadar se uporabi gostota ρ_{20} , izračunamo dejansko volumsko vsebnost alkohola iz tabel za volumsko vsebnost alkohola, ki so dane spodaj:

Tabela, ki daje volumsko vsebnost alkohola pri 20 °C (vol %) kot funkcijo gostote vodno-alkoholnih zmesi pri 20 °C, je mednarodna tabela, ki jo je prevzela tudi Mednarodna organizacija za zakonsko meroslovje v Priporočilu št. 22.

B.5 Učinkovitost metode (natančnost)**B.5.1 Statistični rezultati medlaboratorijskih preskusov**

Naslednji podatki izvirajo iz mednarodne študije o učinkovitosti metode, ki je opravljena po mednarodno priznanih postopkih [1] [2].

Leto medlaboratorijskega preskusa 1997

Število laboratorijev 16

Število vzorcev 6

Vzorci	A	B	C	D	E	F
Število laboratorijev po izločitvi	11	13	15	16	14	13
Število izločenih (laboratorijev)	2	3	1	–	1	2
Število sprejetih rezultatov	22	26	30	32	28	26
Srednja vrednost($\bar{x}$) v vol %	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
	26,52(*)			43,10(*)	45,91(*)	63,31(*)
Standard. odmik ponovljivosti (Sr) v vol %	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Relativni standardni odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Meja ponovljivosti (r) v vol %	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v vol %	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Relativni standardni odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Meja obnovljivosti (R) v vol %	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

Vrste vzorcev

A Sadni liker; dvojna raven*.

B Vinjak; slepi vzorci.

C Viski; slepi vzorci.

D Grappa; dvojna raven*.

E Aquavit; dvojna raven*.

F Rum; dvojna raven*.

METODA C: DOLOČANJE DEJANSKE VOLUMSKE VSEBNOSTI ALKOHOLA V ŽGANIH PIJAČAH – MERJENJE Z UPORABO HIDROSTATSKE TEHTNICE**C.1 Princip**

Volumsko vsebnost alkohola v žganih pijačah je mogoče določiti z merjenjem gostote destilata s hidrostatsko tehtnico na podlagi Arhimedovega načela, v skladu s katerim na telo, potopljeno v tekočino, ta tekočina deluje z navpično silo vzgona, ki je enaka teži izpodrinjene tekočine.

C.2 Reagenti in materiali

Če ni drugače navedeno, se za analizo uporabljajo samo reagenti priznane analizne kakovosti in voda kakovostne stopnje 3, kakor je to opredeljeno v ISO 3696:1987.

C.2.1 Raztopina za čiščenje plovca (natrijev hidroksid, 30 % w/v)

Za pripravo 100 ml odtehtamo 30 g natrijevega hidroksida in dopolnimo do 100 ml s 96 vol % etanolom.

C.3 Aparatura in oprema

Običajna laboratorijska aparatura in zlasti naslednje:

C.3.1 Enoročna hidrostatska tehtnica z občutljivostjo 1 mg.**C.3.2 Plovec s prostornino najmanj 20 ml, posebej prilagojen tehtnici, obešen na žico s premerom, manjšim od 0,1 mm.****C.3.3 Merilni valj z oznako ravni. Plovec mora biti potopljen v del valja, ki je pod oznako; površino tekočine lahko predira le nosilna žica. Notranji premer merilnega valja mora biti za vsaj 6 mm večji od premera plovca.****C.3.4 Termometer (ali sonda za merjenje temperature) z označenimi stopinjami, razdeljenimi na desetine, od 10 do 40 °C, in umerjen na 0,05 °C.****C.3.5 Uteži, ki jih je umeril priznan organ za certificiranje.**

Opomba 1: Možna je tudi uporaba dvoročne tehtnice; princip je opisan v poglavju 1 „Gostota in relativna gostota“ Priloge k Uredbi (EGS) št. 2676/90 (str. 7).

C.4 Postopek

Plovec in merilni valj je treba pred vsakim merjenjem sprati z destilirano vodo, osušiti z mehkim laboratorijskim papirjem, ki ne pušča vlaken, in splakniti z raztopino, kateri se določa gostota. Merjenja je treba opraviti takoj, ko aparatura doseže stabilnost, da se tako omeji izguba alkohola zaradi izparevanja.

C.4.1 Umerjanje tehtnice

Čeprav imajo tehtnice navadno notranji sistem umerjanja, mora imeti hidrostatska tehtnica možnost umerjanja z utežmi, ki jih je preveril uradni organ za certificiranje.

C.4.2 Umerjanje plovca**C.4.2.1 Napolnimo merilni valj do oznake z dvakrat destilirano vodo (ali vodo enakovredne čistoče, npr. mikrofiltrirano vodo s prevodnostjo 18,2 MΩ/cm) pri temperaturi med 15 °C in 25 °C, toda najbolje pri 20 °C.****C.4.2.2 Potopimo plovec in termometer v vodo, premešamo, z aparata odčitamo gostoto tekočine, in če je treba, popravimo izmerjeno gostoto tako, da je enaka gostoti vode pri temperaturi merjenja.****C.4.3 Preverjanje z vodno-alkoholno raztopino****C.4.3.1 Merilni valj napolnimo do oznake z vodno-alkoholno raztopino z znano volumsko vsebnostjo alkohola, pri temperaturi med 15 °C in 20 °C, toda najbolje pri 20 °C.****C.4.3.2 Plovec in termometer potopimo v tekočino, premešamo, z aparature odčitamo gostoto tekočine (ali volumsko vsebnost alkohola, če aparatura to omogoča). Tako ugotovljena volumska vsebnost alkohola mora biti enaka poprej določeni.**

Opomba 2: Ta raztopina z znano volumsko vsebnostjo alkohola se lahko uporabi namesto dvakrat destilirane vode za umerjanje plovca.

- C.4.4 Merjenje gostote destilata (ali volumske vsebnosti alkohola, če aparatura to omogoča)
- C.4.4.1 Preskusni vzorec nalijemo v merilni valj do oznake.
- C.4.4.2 Vanj potopimo plovec in termometer, premešamo, z aparature odčitamo gostoto tekočine (ali volumsko vsebnost alkohola, če aparatura to omogoča). Če se gostota meri pri t °C (ρ₁), si zapišemo temperaturo.
- C.4.4.3 Popravimo ρ₁ pri 20 z uporabo tabele gostot ρ_T za vodno-alkoholne zmesi (tabela II Priloge II k Priročniku analiznih metod OIV (1994), str. 17–29).

C.4.5 Spiranje plovca in merilnega valja

- C.4.5.1 Potopimo plovec v raztopino za čiščenje plovca v merilnem valju.
- C.4.5.2 Pustimo, da se namaka eno uro, in plovec občasno zavrtimo.
- C.4.5.3 Dobro splaknemo pod pipo in nazadnje še z destilirano vodo.
- C.4.5.4 Osušimo z mehkim laboratorijskim papirjem, ki ne pušča vlaken.
- Ta postopek opravimo ob prvi uporabi plovca in potem redno glede na uporabo.

C.4.6 Rezultat

Iz gostote ρ₂₀ izračunamo dejansko volumsko vsebnost alkohola po spodaj navedenih tabelah za volumsko vsebnost alkohola.

Tabela, ki daje vrednost volumske vsebnosti alkohola (vol %) pri 20 °C kot funkcijo gostote pri 20 °C vodno-alkoholnih zmesi, je mednarodna tabela, ki jo je sprejela Mednarodna organizacija za zakonsko mero-slovje v Priporočilu št. 22.

C.5 **Učinkovitost metode (natančnost)**

C.5.1 Statistični rezultati medlaboratorijskega preskusa

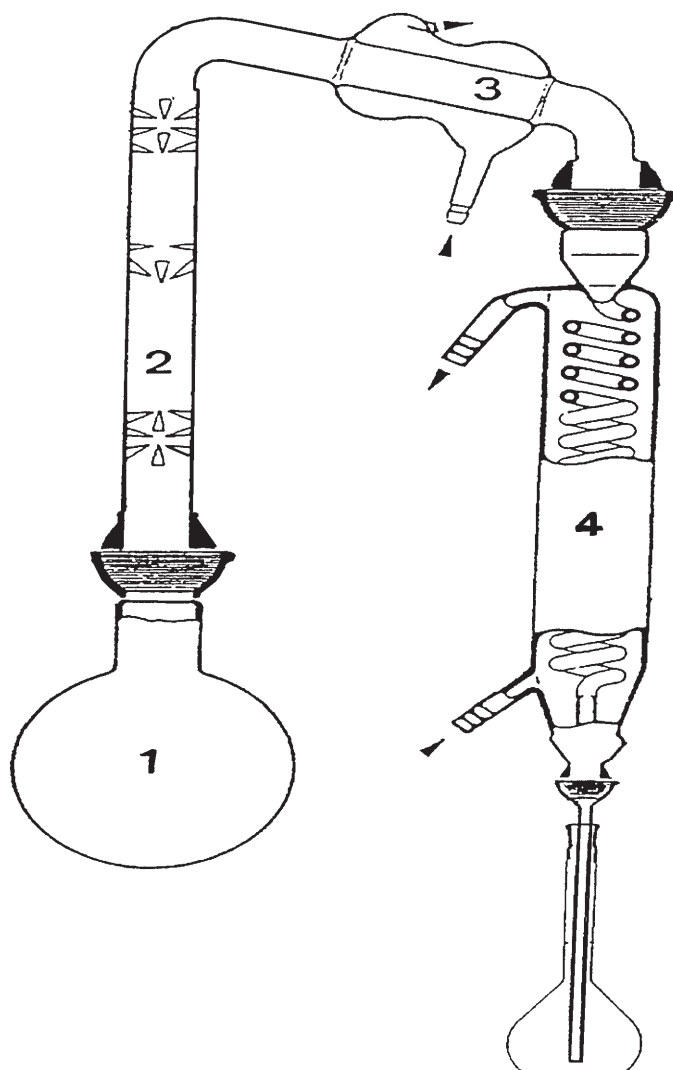
Naslednji podatki izvirajo iz mednarodne študije o učinkovitosti metode, ki je opravljena po mednarodno priznanih postopkih [1] [2].

Leto medlaboratorijskega preskusa	1997
Število laboratorijev	12
Število vzorcev	6

Vzorci	A	B	C	D	E	F
Število laboratorijev po izločitvi	12	10	11	12	11	9
Število izločenih (laboratorijev)	–	2	1	–	1	2
Število sprejetih rezultatov	24	20	22	24	22	18
Srednja vrednost($\bar{x}$) v vol %	23,80	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,51(*)			43,09(*)	45,89(*)	63,44(*)
Standard. odmik ponovljivosti (Sr) v vol %	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Relativni standardni odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Meja ponovljivosti (r) v vol %	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v vol %	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
Relativni standardni odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Meja obnovljivosti (R) v vol %	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

Vrste vzorcev

- A Sadni liker; dvojna raven*.
- B Vinjak; slepi vzorci.
- C Viski; slepi vzorci.
- D Grappa; dvojna raven*.
- E Aquavit; dvojna raven*.
- F Rum; dvojna raven*.



Slika 1. Destilacijska aparatura za merjenje dejanske volumnske vsebnosti alkohola v žganih pijačah

1. 1-litrska bučka z okroglim dnom in standardiziranim sferičnim obrusom.
2. Vigreuxova destilacijska (rektifikacijska) kolona (20 cm).
3. Ravni Westov hladilnik (10 cm).
4. Vijačna hladilna cev (40 cm).

II. DOLOČANJE SKUPNEGA EKSTRAKTA ŽGANIH PIJAČ Z GRAVIMETRIJO

1. Področje uporabe

Uredba (EGS) št. 1576/89 predvideva to metodo samo za aquavit, pri katerem suhi ekstrakt ne presega 15 g/l.

2. Normativne reference

ISO 3696:1987: Voda za laboratorijske analize – specifikacije in preskusne metode.

3. Opredelitev

Skupni suhi ekstrakt ali skupna suha snov obsega vso snov, ki v določenih fizikalnih pogojih ni hlapna.

4. Princip

Tehtanje ostanka po izparevanju alkohola nad vrelo vodno kopeljo in po sušenju v sušilniku.

5. Aparatura in oprema

5.1 Valjasta izparilna posoda z ravnim dnom in premerom 55 mm.

5.2 Vrela vodna kopel.

5.3 25-mililitrska pipeta, razreda A.

5.4 Sušilnik.

5.5 Eksikator.

5.6 Analitska tehtnica s točnostjo 0,1 mg.

6. Vzorčenje in vzorci

Vzorci se pred analizo hranijo pri sobni temperaturi.

7. Postopek

7.1 Odpipetiramo 25 ml žganja z manj kakor 15 g/l suhe snovi v poprej stehano valjasto izparilno posodo z ravnim dnom in premerom 55 mm. Prvo uro izparevanja je izparilna posoda na pokrovu vrele vodne kopeli, tako da tekočina ne vre, saj bi to lahko povzročilo izgube zaradi škropljenja. Posodo pustimo še eno uro v neposrednem stiku s paro vrele vodne kopeli.

7.2 Sušenje končamo tako, da postavimo izparilno posodo za dve uri v sušilnik, segret na $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pustimo posodo v eksikatorju, da se ohladi, potem pa jo skupaj z vsebino stehamo.

8. Izračun

Masa ostanka, pomnožena s 40, je enaka suhemu ekstraktu, vsebovanemu v žganju, izražena pa mora biti v g/l na eno decimalno mesto natančno.

9. Učinkovitost metode (natančnost)

9.1 Statistični rezultati medlaboratorijskega preskusa

Naslednji podatki izvirajo iz mednarodne študije o učinkovitosti metode, ki je opravljena po mednarodno priznanih postopkih [1] [2].

Leto medlaboratorijskega preskusa	1997
Število laboratorijev	10
Število vzorcev	4

Vzorci	A	B	C	D
Število laboratorijev po izločitvi	9	9	8	9
Število izločenih (laboratorijev)	1	1	2	–
Število sprejetih rezultatov	18	18	16	18
Srednja vrednost($\bar{x}$) v g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Standardni odmik ponovljivosti (Sr) v g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Relativni standardni odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Meja ponovljivosti (r) v g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Stand. odmik primerljivosti (SR) v g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
Rel. stand. odmik primerljivosti (RSDR) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Meja obnovljivosti (R) v g/l	0,4	1,3	0,2	0,6

Vrste vzorcev

A Vinjak; slepi vzorci.

B Rum; dvojna raven.

C Grappa; dvojna raven.

D Aquavit; dvojna raven.

III. DOLOČANJE Hlapnih snovi in metanola v žganih pijačah

III.1 SPLOŠNE OPOMBE

1. Opredelitve

Uredba (EGS) št. 1576/89 predpisuje minimalne vsebnosti hlapnih sestavin, razen etanola in metanola, za vrsto žganih pijač (rum, žganja iz grozdja, sadna žganja itd.) Po dogovoru se le za vsebnosti v teh pijačah upošteva, da so enake vsoti koncentracij:

1. hlapnih kislin, izraženih kot očetna kislina;
2. aldehydov, izraženih kot etanal z vsoto etanala (acetaldehida) in frakcije etanala v 1,1-dietoksietanu (acetal);
3. poslednjih višjih alkoholov: propan-1-ola, butan-1-ola, butan-2-ola, 2-metilpropan-1-ola, določenih kot posamezni alkoholi, ter 2-metilbutan-1-ola in 3-metilbutan-1-ola, določenih posamezno ali kot vsota obeh;
4. etilacetata.

Naslednje metode so standardne za merjenje hlapnih spojin:

- hlapne kisline z določanjem hlapne kislosti,
- aldehydi (etanal in acetal), etilacetat in alkoholi s plinsko kromatografijo (GPC).

2. Analiza hlapnih spojin s plinsko kromatografijo

Analiziranje hlapnih spojin, razen zgoraj navedenih, s plinsko kromatografijo se lahko izkaže za posebej zanimivo kot sredstvo ugotavljanja izvora surovine, uporabljene pri destilaciji, pa tudi dejanskih pogojev destilacije.

Nekatera žganja vsebujejo še druge hlapne sestavine, na primer aromatične spojine, značilne za surovine, iz katerih se pridobiva alkohol, za armo žganih pijač in za posebnosti priprave žganja. Te spojine so pomembne za ocenjevanje zahtev, določenih v Uredbi (EGS) št. 1576/89.

III.2 DOLOČANJE Hlapnih snovi s plinsko kromatografijo: ALDEHIDOV, VIŠJIH ALKOHOLOV, ETILACETATA IN METANOLA

1. Področje uporabe

Ta metoda je primerna za določanje 1,1 dietoksietana (acetal), 2-metilbutan-1-ola (aktivni amilni alkohol) 3-metilbutan-1-ola (izoamilni alkohol), metanola (metilni alkohol), etiletanoata (etilacetat), butan-1-ola (n-butanol), butan-2-ola (sekundarni butanol), 2-metilpropan-1-ola (izobutilni alkohol), propan -1-ola (n-propanol) in etanala (acetaldehid) v žganih pijačah z uporabo plinske kromatografije. Metoda uporablja interni standard, na primer pentan-3-ol. Koncentracije analiziranih snovi so izražene v gramih na 100 litrov absolutnega alkohola; vsebnost alkohola v izdelku pa je treba določiti pred analizo. Žgane pijače, ki jih je mogoče analizirati s to metodo, so viski, vinjak, rum, vinsko žganje, sadno žganje in žganje iz grozdnih tropin.

2. Normativne reference

ISO 3696:1987: Voda za uporabo pri laboratorijskih analizah – specifikacije in preskusne metode.

3. Opredelitev

Hlapne snovi nastajajo skupaj z etanolom med vrenjem, destiliranjem in zorenjem žganih pijač.

4. Princip

Hlapne snovi v žganih pijačah se določajo z neposrednim injiciranjem žgane pijače ali primerno razredčene žgane pijače v sistem plinske kromatografije (GC). Pred injiciranjem se žgani pijači doda primeren interni standard. Hlapne snovi se ločujejo s programiranjem temperature na primerni koloni, odkrivajo pa se z detektorjem FID. Koncentracija vsake hlapne snovi se določa glede na interni standard iz faktorjev odziva, ki jih dobimo med umerjanjem pri istih kromatografskih nastavitvah kakor za analizo žgane pijače.

5. Reagenti in materiali

Če ni drugače navedeno, uporabljamo samo reagente s čistočo nad 97 %, nabavljene pri dobaviteljih s certifikatom ISO, s certifikatom o čistoči, brez drugih hlapnih snovi pri testnem redčenju (to se lahko potrdi z injiciranjem posameznih standardov pri testnem redčenju in nastavitvah plinske kromatografije kakor pri točki 6.4), in le vodo najmanj kakovostne stopnje 3, kakor je to opredeljeno v ISO 3696. Acetal in acetaldehid morata biti shranjena v temi pri < 5 °C, vsi drugi reagenti pa se lahko hranijo pri sobni temperaturi.

5.1 Absolutni etanol (CAS 64-17-5).

5.2 Metanol (CAS 67-56-1).

5.3 Propan-1-ol (CAS 71-23-8).

5.4 2-metilpropan-1-ol (CAS 78-33-1).

5.5 Sprejemljivi interni standardi: pentan-3-ol (CAS 584-02-1), pentan-1-ol (CAS 71-41-0), 4-metilpentan-1-ol (CAS 626-89-1) ali metilnonanoat (CAS 1731-84-6).

5.6 2-metilbutan-1-ol (CAS 137-32-6).

5.7 3-metilbutan-1-ol (CAS 123-51-3).

5.8 Etilacetat (CAS 141-78-6).

5.9 Butan-1-ol (CAS 71-36-3).

5.10 Butan-2-ol (CAS 78-92-2).

5.11 Acetaldehid (CAS 75-07-0).

5.12 Acetal (CAS 105-57-7).

5.13 Raztopina etanola 40 % v/v

Za pripravo 400 ml/l raztopine etanola nalijemo 400 ml etanola (5.1) v 1-litrsko merilno bučko, dopolnimo do oznake z destilirano vodo in premešamo.

5.14 Priprava in hranjenje standardnih raztopin (postopek, ki se uporablja za validirano metodo).

Vse standardne raztopine moramo hraniti pri < 5 °C in vsak mesec sveže pripraviti. Mase sestavin in raztopin zapišemo na 0,1 mg natančno.

5.14.1 Standardna raztopina – A

V 100-mililitrsko merilno bučko, ki zaradi hlapnosti reagentov že vsebuje približno 60 ml raztopine etanola (5.13), odpipetiramo spodaj našteje reagente, dopolnimo do oznake z raztopino etanola (5.13) in dobro premešamo. Zapišemo maso bučke, vsake dodane sestavine in skupno končno maso vsebine.

Sestavina	Prostornina (ml)
Metanol (5.2)	3,0
Propan-1-ol (5.3)	3,0
2-metilpropan-1-ol (5.4)	3,0
2-metilbutan-1-ol (5.6)	3,0
3-metilbutan-1-ol (5.7)	3,0
Etilacetat (5.8)	3,0
Butan-1-ol (5.9)	3,0
Butan-2-ol (5.10)	3,0
Acetaldehid (5.11)	3,0
Acetal (5.12)	3,0

Opomba 1: Acetal in acetaldehid je bolje dodati nazadnje, da so izgube zaradi izhlapevanja čim manjše.

5.14.2 Standardna raztopina – B

Odpipetiramo 3 ml pentan-3-ola ali drugega primernege internega standarda (5.5) v 100-mililitrsko merilno bučko, v kateri je približno 80 ml raztopine etanola (5.13), dopolnimo do oznake z raztopino etanola (5.13) in dobro premešamo.

Zapišemo maso bučke, maso pentan-3-ola ali drugega dodanega internega standarda, potem pa še skupno končno maso.

5.14.3 Standardna raztopina – C

Odpipetiramo 1 ml raztopine A (5.14.1) in 1 ml raztopine B (5.14.2) v 100-mililitrsko merilno bučko, v kateri je približno 80 ml raztopine etanola (5.13), dopolnimo do oznake z raztopino etanola (5.13) in dobro premešamo.

Zapišemo maso bučke, vsake dodane sestavine, potem pa še skupno končno maso.

5.14.4 Standardna raztopina – D

Da bi ohranili ponovljivost analiz, pripravimo standard za kontrolo kakovosti in zanj uporabimo že pripravljeni standard A (5.14.1). 1 ml raztopine A (5.14.1) odpipetiramo v 100-mililitrsko merilno bučko, v kateri je približno 80 ml raztopine etanola (5.13), dopolnimo do oznake z raztopino etanola (5.13) in dobro premešamo.

Zapišemo maso bučke, vsake dodane sestavine, potem pa še skupno končno maso.

5.14.5 Standardna raztopina – E

Odpipetiramo 10 ml raztopine B (5.14.2) v 100-mililitrsko merilno bučko, v kateri je približno 80 ml raztopine etanola (5.13), dopolnimo do oznake z raztopino etanola (5.13) in dobro premešamo.

Zapišemo maso bučke, vsake dodane sestavine, potem pa še skupno končno maso.

5.14.6 Standardne raztopine, s katerimi se preverja linearnost odziva detektorja FID

V ločene 100-mililitrske merilne bučke, v katerih je približno 80 ml raztopine etanola (5.13), odpipetiramo 0, 0,1, 0,5, 1,0 in 2,0 ml raztopine A (5.14.1) in 1 ml raztopine B (5.14.2), dopolnimo do oznake z raztopino etanola (5.13) in dobro premešamo.

Zapišemo maso bučke, vsake dodane sestavine, potem pa še skupno končno maso.

5.14.7 Standardna raztopina QC

Odpipetiramo 9 ml standardne raztopine D (5.14.4) in 1 ml standardne raztopine E (5.14.5) v posodo za tehtanje in dobro premešamo.

Zapišemo maso bučke, vse dodane sestavine, potem pa še skupno končno maso.

6. Aparatura in oprema

6.1 Aparatura, s katero je mogoče meriti gostoto in vsebnost alkohola.

6.2 Analitska tehnika, s katero je mogoče meriti na štiri decimalna mesta natančno.

6.3 Plinski kromatograf z nastavljivo temperaturo, opremljen z detektorjem FID in integratorjem ali drugim sistemom za obdelavo podatkov, ki lahko meri območje ali višino vrha.

6.4 Kolona(-e) plinskega kromatografa, ki lahko loči(-jo) analizirane snovi, tako da je najmanjša ločljivost med posameznimi sestavinami (razen 2-metilbutan-1-ola in 3-metilbutan-1-ola) vsaj 1,3.

Opomba 2: Ustrezni primeri so naslednje kolone in nastavitve plinske kromatografije:

1. Predkolona 1m 0,32 mm i.d., povezana s kolono CP-VAX 57 CB 50 m 0,32 mm i.d. z debelino nanosa 0,2 µm (stabilizirani polietilenglikol), ki ji sledi kolona Carbowax 400 50 m 0,32 mm i.d. z debelino nanosa 0,2 µm. (Koloni sta povezani s spojko na stik.)

- | | |
|-------------------------|--|
| Nosilni plin in tlak: | Helij (135 kPa) |
| Temperatura kolone: | 17 minut 35 °C, od 35 do 70 °C po 12 °C na minuto, 25 minut zadržimo pri 70 °C |
| Temperatura injektorja: | 150 °C |
| Temperatura detektorja: | 250 °C |
| Injicirana prostornina: | 1 µl, v razmerju 20 do 100:1 |
2. Predkolona 1 m 0,32 mm i.d., povezana s kolono CP-VAX 57 CB 50 m 0,32 mm i.d. z debelino nanosa 0,2 µm (stabilizirani polietilenglikol). (Koloni sta povezani s spojko na stik.)
- | | |
|-------------------------|--|
| Nosilni plin in tlak: | Helij (65 kPa) |
| Temperatura kolone: | 10 minut 35 °C, od 35 do 110 °C po 5 °C na minuto, od 110 do 190 °C po 30 °C na minuto, 2 minuti zadržimo pri 190 °C |
| Temperatura injektorja: | 260 °C |
| Temperatura detektorja: | 300 °C |
| Injicirana prostornina: | 1 µl, v razmerju 55:1 |
3. Polnjena kolona (5 % CW 20 M, Carbowpak B), 2 m 2 mm i.d.
- | | |
|-------------------------|---|
| Temperatura kolone: | 4 minute 65 °C, od 65 do 140 °C po 10 °C na minuto, 5 minut zadržimo pri 140 °C, od 140 do 150 °C po 5 °C na minuto, 3 minute zadržimo pri 150 °C |
| Temperatura injektorja: | 65 °C |
| Temperatura detektorja: | 200 °C |
| Injicirana prostornina: | 1 µl |

7. Vzorčenje in vzorci

7.1 Laboratorijski vzorec

Ob sprejetju se vsakemu vzorcu izmeri vsebnost alkohola (6.1).

8. Postopek (ki se uporablja za validirano metodo)

8.1 Odmerek vzorca

8.1.1 Stehtamo primerno zaprto posodo za tehtanje in maso zapišemo.

8.1.2 Odpipetiramo 9 ml laboratorijskega vzorca v posodo in zapišemo maso (M_{VZOREC}).

8.1.3 Dodamo 1 ml standardne raztopine E (5.14.5) in zapišemo maso (M_{IS}).

8.1.4 Preskusno snov temeljito pretresemo (vsaj 20 zasukov). Vzorce je treba pred analizo hraniti pri manj kakor 5 °C, da zmanjšamo izgube zaradi hlapnosti komponent.

8.2 Slepi preskus

8.2.1 S tehtnico z natančnostjo štirih decimalnih mest (6.2) stehtamo ustrezno zaprto posodo za tehtanje in maso zapišemo.

8.2.2 Odpipetiramo 9 ml raztopine etanola 400 ml/l (5.13) v posodo in zapišemo maso.

8.2.3 Dodamo 1 ml standardne raztopine E (5.14.5) in zapišemo maso.

8.2.4 Temeljito premešamo preskusni material (vsaj 20 zasukov). Vzorce je treba pred analizo hraniti pri manj kakor 5 °C, da zmanjšamo izgube zaradi hlapnosti komponent.

8.3 Poprejšnji preskus

Injiciramo standardno raztopino C (5.14.3), da preverimo, ali imajo vse analizirane snovi ločljivost vsaj 1,3 (razen 2-metilbutan-1-ola in 3-metilbutan-1-ola).

8.4 Umerjanje

Umerjanje se izvede po naslednjem postopku. Linearnost odziva zagotovimo tako, da zaporedoma opravimo trojno analizo vsake od standardnih raztopin za preverjanje linearnosti (5.14.6), ki vsebujejo interni standard (IS). Iz območij ali višin vrha v integratorju je treba za vsako injiciranje izračunati razmerje R vsake hlapne snovi in grafično predstaviti R glede na razmerje koncentracij hlapnih snovi in internega standarda (IS). Rezultat naj bi bil grafični prikaz s korelacijskim koeficientom najmanj 0,99.

$$R = \frac{\text{območje ali višina hlapne snovi}}{\text{območje ali vrha IS}}$$

$$C = \frac{\text{koncentracija hlapne snovi } (\mu\text{g/g})}{\text{koncentracija IS } (\mu\text{g/g})}$$

8.5 Določanje

Injiciramo standardno raztopino C (5.14.3) in 2 odmerka standardne raztopine QC za kontrolo kakovosti (5.14.7). Nadaljujemo z neznanimi vzorci (pripravljenimi v skladu z 8.1 in 8.2) in vključimo po en QC standard na vsakih 10 vzorcev, da zagotovimo ponovljivost analiz. Injiciramo odmerek standardne raztopine C (5.14.3) na vsakih 5 vzorcev.

9. Izračun

Uporabimo lahko avtomatizirani sistem obdelave podatkov, če je podatke mogoče preveriti po načelih, opisanih v spodnji metodi.

Izmerimo območje ali višino vrhov za hlapno snov in vrhove internega standarda.

9.1 Izračun faktorja odziva.

Faktorje odziva za vsako hlapno snov izračunamo iz kromatograma injicirane standardne raztopine C (5.14.3) z uporabo enačbe (1).

$$(1) \text{ faktor odziva} = \frac{\text{območje ali vrha IS}}{\text{območje ali vrha hlapne snovi}} \times \frac{\text{konc. hlapne snovi } (\mu\text{g/g})}{\text{konc. IS } (\mu\text{g/g})}$$

pri čemer je:

IS = interni standard

konc. hlapne snovi = koncentracija hlapne snovi v raztopini C (5.14.3)

konc. IS = koncentracija internega standarda v raztopini C (5.14.3).

9.1.2 Analiza vzorca

Z uporabo spodnje enačbe (2) izračunamo koncentracijo vsake od hlapnih snovi v vzorcih.

(2) koncentracije hlapnih snovi ($\mu\text{g/g}$) =

$$(2) \text{ koncentracije hlapnih snovi } (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{območje ali vrha hlapne snovi}}{\text{območje ali vrha IS}} \times \frac{M_{\text{IS}} (\text{g})}{MV_{\text{ZOREC}} (\text{g})} \times \text{konc. IS } (\mu\text{g/g}) \times \text{RF}$$

pri čemer je:

M_{VZOREC} = masa vzorca (8.1.2);

M_{IS} = masa internega standarda (8.1.3);

konc. IS = koncentracija notranjega standarda v raztopini E (5.14.5);

RF = faktor odziva, izračunan z enačbo 1.

9.1.3 Analiza standardne raztopine za kontrolo kakovosti

Za vsako hlapno snov v standardih kontrole kakovosti (5.14.7) s spodnjo enačbo izračunamo doseženi delež ciljne koncentracije:

$$(3) \% \text{ doseženega QC vzorca} = \frac{\text{koncentracija analizirane snovi v QC standardu}}{\text{koncentracija analizirane snovi v raztopini D}} \times 100$$

Koncentracija analizirane snovi v QC standardu se izračuna z enačbama (1) in (2) zgoraj.

9.2 Končna predstavitev rezultatov

Rezultati vzorcev se pretvorijo iz μg v g na 100 litrov absolutnega alkohola z enačbo (4):

(4) koncentracija v g na 100 l absolutnega alkohola =

$\text{konc. } (\mu\text{g/g}) \rho \cdot 10 / (\text{volumska vsebnost (vol \%)} \times 1\,000)$

pri čemer je ρ = gostota v kg/m^3 .

Rezultati se dajejo s trimestnimi števili in največ enim decimalnim mestom, npr. 11,4 g na 100 litrov čistega alkohola.

10. Zagotavljanje kakovosti in kontrola (za validirano metodo)

Z gornjo enačbo (2) izračunamo koncentracijo vsake hlapne snovi v standardnih raztopinah za kontrolo kakovosti, pripravljenih po postopku, opisanem od 8.1.1 do 8.1.4. Z enačbo (3) izračunamo doseženi delež ciljne koncentracije. Če so analizni rezultati za vsako hlapno snov znotraj $\pm 10\%$ svojih teoretičnih vrednosti, lahko nadaljujemo analizo. Če to niso, je treba poiskati vzrok netočnosti in narediti ustrezne popravke.

11. Učinkovitost metode (natančnost)

Statistični rezultati medlaboratorijskih preskusov: naslednje tabele dajejo vrednosti za naslednje spojine: etanal, etilacetat, acetal, skupni etanal, metanol, butan-2-ol, propan-1-ol, butan-1-ol, 2-metil-propan-1-ol, 2-metil-butan-1-ol, 3-metil-butan-1-ol.

Naslednji podatki so pridobljeni iz mednarodne študije o učinkovitosti metode, ki je opravljena po mednarodno priznanih postopkih.

Leto medlaboratorijskega preskusa	1997
Število laboratorijev	32
Število vzorcev	5
Analizirana snov	Etanal

Vzorci	A	B	C	D	E
Število laboratorijev po izločitvi	28	26	27	27	28
Število izločenih (laboratorijev)	2	4	3	3	2
Število sprejetih rezultatov	56	52	54	54	56
Srednja vrednost ($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	63,4	71,67	130,4	38,4	28,6
				13,8(*)	52,2(*)
Standardni odmik ponovljivosti (S_r) v $\mu\text{g/g}$	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
Stand. odmik obnovljivosti (S_R) v $\mu\text{g/g}$	12	14	22	6,8	8,9
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

Vrste vzorcev

- A Vinjak; slepi vzorci.
- B Kirsch; slepi vzorci.
- C Grappa; slepi vzorci.
- D Viski; dvojna raven*.
- E Rum; dvojna raven*.

Leto medlaboratorijskega preskusa	1997
Število laboratorijev	32
Število vzorcev	5
Analizirana snov	Etilacetat

Vzorci	A	B	C	D	E
Število laboratorijev po izločitvi	24	24	25	24	24
Število izločenih (laboratorijev)	2	2	1	2	2
Število sprejetih rezultatov	48	48	50	48	48
Srednja vrednost($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	96,8	1 046	120,3	112,5 91,8(*)	99,1 117,0(*)
Standardni odmik ponovljivosti (Sr) v $\mu\text{g/g}$	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v $\mu\text{g/g}$	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0

Vrste vzorcev

A Vinjak; slepi vzorci.

B Kirsch; slepi vzorci.

C Grappa; slepi vzorci.

D Viski; dvojna reven*.

E Rum; dvojna raven*.

Leto medlaboratorijskega preskusa	1997
Število laboratorijev	32
Število vzorcev	5
Analizirana snov	Acetal

Vzorci	A	B	C	D	E
Število laboratorijev po izločitvi	20	21	22	17	21
Število izločenih (laboratorijev)	4	3	2	4	3
Število sprejetih rezultatov	40	42	44	34	42
Srednja vrednost($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	35,04	36,46	68,5	20,36 6,60(*)	15,1 28,3(*)
Standardni odmik ponovljivosti (Sr) v $\mu\text{g/g}$	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

Vrste vzorcev

A Vinjak; slepi vzorci.

B Kirsch; slepi vzorci.

C Grappa; slepi vzorci.

D Viski; dvojna reven*.

E Rum; dvojna raven*.

Leto medlaboratorijskega preskusa 1997
 Število laboratorijev 32
 Število vzorcev 5
 Analizirana snov Skupni etanal

Vzorci	A	B	C	D	E
Število laboratorijev po izločitvi	23	19	22	21	22
Število izločenih (laboratorijev)	1	5	2	3	2
Število sprejetih rezultatov	46	38	44	42	44
Srednja vrednost($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8(*)	61,8(*)
Standardni odmik ponovljivosti (Sr) v $\mu\text{g/g}$	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v $\mu\text{g/g}$	13	15	24,1	7,3	9,0
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

Vrste vzorcev

- A Vinjak; slepi vzorci.
 B Kirsch; slepi vzorci.
 C Grappa; slepi vzorci.
 D Viski; dvojna reven*.
 E Rum; dvojna raven*.

Leto medlaboratorijskega preskusa 1997
 Število laboratorijev 32
 Število vzorcev 5
 Analizirana snov Metanol

Vzorci	A	B	C	D	E
Število laboratorijev po izločitvi	26	27	27	28	25
Število izločenih (laboratorijev)	4	3	3	1	4
Število sprejetih rezultatov	52	54	54	56	50
Srednja vrednost($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	319,8	2 245	1 326	83,0	18,6
				61,5(*)	28,9(*)
Standardni odmik ponovljivosti (Sr) v $\mu\text{g/g}$	4,4	27	22	1,5	1,3
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

Vrste vzorcev

- A Vinjak; slepi vzorci.
 B Kirsch; slepi vzorci.
 C Grappa; slepi vzorci.
 D Viski; dvojna reven*.
 E Rum; dvojna raven*.

Leto medlaboratorijskega preskusa	1997
Število laboratorijev	32
Število vzorcev	5
Analizirana snov	Metanol

Vzorci	A	B	C	E
Število laboratorijev po izločitvi	21	27	29	22
Število izločenih (laboratorijev)	4	3	1	3
Število sprejetih rezultatov	42	54	58	44
Srednja vrednost($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83 14,12(*)
Standardni odmik ponovljivosti (Sr) v $\mu\text{g/g}$	0,40	2,2	0,87	0,64
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4

Vrste vzorcev

A Vinjak; slepi vzorci.

B Kirsch; slepi vzorci.

C Grappa; slepi vzorci.

E Rum; dvojna raven*.

Leto medlaboratorijskega preskusa	1997
Število laboratorijev	32
Število vzorcev	5
Analizirana snov	Propan-1-ol

Vzorci	A	B	C	D	E
Število laboratorijev po izločitvi	29	27	27	29	29
Število izločenih (laboratorijev)	2	4	3	2	2
Število sprejetih rezultatov	58	54	54	58	58
Srednja vrednost($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	86,4	3 541	159,1	272,1 229,3(*)	177,1 222,1(*)
Standardni odmik ponovljivosti (Sr) v $\mu\text{g/g}$	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v $\mu\text{g/g}$	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

Vrste vzorcev

A Vinjak; slepi vzorci.

B Kirsch; slepi vzorci.

C Grappa; slepi vzorci.

D Viski; dvojna reven*.

E Rum; dvojna raven*.

Leto medlaboratorijskega preskusa 1997
 Število laboratorijev 32
 Število vzorcev 5
 Analizirana snov Propan – 1-ol

Vzorci	A	B	C
Število laboratorijev po izločitvi	20	22	22
Število izločenih (laboratorijev)	4	4	6
Število sprejetih rezultatov	40	44	44
Srednja vrednost($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	3,79	5,57	7,54
Standardni odmik ponovljivosti (Sr) v $\mu\text{g/g}$	0,43	0,20	0,43
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	11,2	3,6	5,6
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	1,1	0,6	1,2
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v $\mu\text{g/g}$	0,59	0,55	0,82
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	15,7	9,8	10,8
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3

Vrste vzorcev

A Vinjak; slepi vzorci.

B Kirsch; slepi vzorci.

C Grappa; slepi vzorci.

Leto medlaboratorijskega preskusa 1997
 Število laboratorijev 32
 Število vzorcev 5
 Analizirana snov 2-metilpropan-1-ol

Vzorci	A	B	C	D	E
Število laboratorijev po izločitvi	28	31	30	26	25
Število izločenih (laboratorijev)	3	0	1	5	6
Število sprejetih rezultatov	56	62	60	52	50
Srednja vrednost($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8(*)	133,87(*)
Standardni odmik ponovljivosti (Sr) v $\mu\text{g/g}$	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Stand. odmik obnovljivosti (SR) v $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

Vrste vzorcev

A Vinjak; slepi vzorci.

B Kirsch; slepi vzorci.

C Grappa; slepi vzorci.

D Viski; dvojna reven*.

E Rum; dvojna raven*.

Leto medlaboratorijskega preskusa	1997
Število laboratorijev	32
Število vzorcev	5
Analizirana snov	2-metil-butan-1-ol

Vzorci	A	B	C	D	E
Število laboratorijev po izločitvi	25	26	25	27	25
Število izločenih (laboratorijev)	3	2	3	1	2
Število sprejetih rezultatov	50	52	50	54	50
Srednja vrednost($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2(*)	61,5(*)
Standardni odmik ponovljivosti (S_r) v $\mu\text{g/g}$	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Stand. odmik obnovljivosti (S_R) v $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

Vrste vzorcev

- A Vinjak; slepi vzorci.
 B Kirsch; slepi vzorci.
 C Grappa; slepi vzorci.
 D Viski; dvojna reven*.
 E Rum; dvojna raven*.

Leto medlaboratorijskega preskusa	1997
Število laboratorijev	32
Število vzorcev	5
Analizirana snov	3-metil-butan-1-ol

Vzorci	A	B	C	D	E
Število laboratorijev po izločitvi	23	23	24	27	21
Število izločenih (laboratorijev)	5	5	4	1	6
Število sprejetih rezultatov	46	46	48	54	42
Srednja vrednost($\bar{x}$) v $\mu\text{g/g}$	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4(*)	245,6(*)
Standardni odmik ponovljivosti (S_r) v $\mu\text{g/g}$	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Rel. stand. odmik ponovljivosti (RSDr) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Meja ponovljivosti (r) v $\mu\text{g/g}$	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Stand. odmik obnovljivosti (S_R) v $\mu\text{g/g}$	29,8	13	21	8,5	6,7
Rel. stand. odmik obnovljivosti (RSDR) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Meja obnovljivosti (R) v $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

Vrste vzorcev

- A Vinjak; slepi vzorci.
 B Kirsch; slepi vzorci.
 C Grappa; slepi vzorci.
 D Viski; dvojna reven*.
 E Rum; dvojna raven*.