

32000R2870

L 333/20

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA

2000.12.29.

**A BIZOTTSÁG 2870/2000/EK RENDELETE**  
(2000. december 19.)

**a szeszesitalok elemzésére vonatkozó közösségi referenciamódszerek megállapításáról**

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel az Ausztria, Finnország és Svédország csatlakozási okmányával módosított, a szeszesitalok meghatározására, megnevezésére és kiszerezésére vonatkozó általános szabályok megállapításáról szóló, 1989. május 29-i 1576/89/EGK tanácsi rendeletre <sup>(1)</sup> és különösen annak 4. cikkének (8) bekezdésére,

mivel:

- (1) Az 1576/89/EGK rendelet 4. cikkének (8) bekezdése rendelkezik a szeszesitalok elemzésénél alkalmazandó módszerek megállapításáról. A referenciamódszereket azért kell használni, hogy a vizsgálatok összhangban legyenek az 1576/89/EGK rendelettel, valamint a legutóbb a 2140/98/EK rendelettel <sup>(2)</sup> módosított, a szeszesitalok meghatározására, megnevezésére és kiszerezésére vonatkozó részletes végrehajtási szabályok megállapításáról szóló, 1990. április 24-i 1014/90/EGK bizottsági rendelettel <sup>(3)</sup> minden hivatalos ellenőrzés vagy vitás ügy esetén.
- (2) Amennyire lehetséges, hasznos lenne az általánosan elfogadott módszereket a közösség elemzési referenciamódszereként elfogadni és meghatározni.
- (3) A tudomány fejlődésének és a hivatalos laboratóriumok különböző felszereltségének figyelembevétele érdekében, meg kell engedni a mellékletben leírt referenciamódszerekétől eltérő mérési elveken alapuló módszerek használatát is a laboratórium vezetőjének felelősségvállalásával, ha e módszerek megfelelő garanciát jelentenek az eredmények megbízhatóságára és különösen, ha megfelelnek az emberi fogyasztásra szánt élelmiszerek ellenőrzésére szolgáló közösségi mintavételi és vizsgálati módszerek bevezetéséről szóló, 1985. december 20-i 85/591/EGK tanácsi irányelvben <sup>(4)</sup> rögzített kritériumoknak, illetve, ha kimutatható, hogy a kapott eredmények pontosságának, megismételhetőségének és megbízhatóságának különbségei nem haladják meg az e rendeletben leírt referenciamódszerekéit. Ha ez a feltétel teljesül, akkor más elemzési módszerek használata is megengedhető. Fontos azonban megjegyezni, hogy vitás ügy esetén a referenciamódszerek nem helyettesíthetők más módszerekkel.

- (4) Az e rendeletben előírt intézkedések összhangban vannak a Szeszesitalok Végrehajtási Bizottságnak a véleményével,

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

1. cikk

A szeszesitalok az 1576/89/EGK rendeletnek és az 1014/90/EGK rendeletnek megfelelő elemzéséhez használható közösségi referenciamódszerek:

- bármilyen hivatalos ellenőrzés, vagy
- vita esetén,

ezen rendelet mellékletében meghatározott módszerek.

2. cikk

Az 1. cikk első francia bekezdésétől eltérően, a laboratórium vezetőjének felelősségére más elemzési módszerek is megengedettek, feltéve, hogy e módszerek pontossága és precizitása (megismételhetősége és megbízhatósága) legalább azonos a mellékletben megadott elemzési referenciamódszerekével.

3. cikk

Ha egy adott szeszesitalban található anyagok kimutatására és mérésére nem állapítottak meg közösségi elemzési referenciamódszert, akkor a következő módszereket kell használni:

- a) nemzetközileg elismert eljárásokkal hitelesített elemzési módszerek, amelyek megfelelnek különösen a 85/591/EGK irányelv mellékletében leírt kritériumoknak;
- b) a Nemzetközi Szabványügyi Szervezet (ISO) ajánlott szabványainak megfelelő elemzési módszerek;
- c) a Nemzetközi Szőlészeti és Borászati Hivatal (OIV) közgyűlése által elfogadott és közzétett elemzési módszerek;
- d) az a), b) vagy c) pontban felsorolt módszerek hiányában a pontosság, megismételhetőség és megbízhatóság miatt az alábbiak:
  - az érintett tagállam által elismert elemzési módszer,
  - szükség esetén bármilyen egyéb megfelelő elemzési módszer.

<sup>(1)</sup> HL L 160., 1989.6.12., 1. o.

<sup>(2)</sup> HL L 270., 1998.10.7., 9. o.

<sup>(3)</sup> HL L 105., 1990.4.25., 9. o.

<sup>(4)</sup> HL L 372., 1985.12.31., 50. o.

## 4. cikk

E rendelet alkalmazásában:

- a) „ismételhetőségi határ”: az az érték, amely kisebb vagy egyenlő, mint az ismételhetőség feltételei (azonos vizsgáló, azonos eszközök, azonos laboratórium és rövid időkülönbség) mellett végzett két vizsgálat eredménye közötti abszolút különbség 95 %-os valószínűségi szint mellett várható értéke (ISO 3534-1);
- b) „reprodukálhatósági határ”: az az érték, amely kisebb vagy egyenlő, mint a reprodukálhatóság feltételei (különböző vizsgálok, különböző eszközök, különböző laboratóriumok)

mellett végzett két vizsgálat eredménye közötti abszolút különbség 95 %-os valószínűségi szint mellett várható értéke (ISO 3534-1);

- c) „pontosság”: a vizsgálati eredmény és az elfogadott referenciavérték egyezőségének közelsége (ISO 3534-1).

## 5. cikk

Ez a rendelet az *Európai Közösségek Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő hetedik napon lép hatályba.

Ezt a rendeletet 2001. január 1-jétől kell alkalmazni.

Ez a rendelet teljes egészében kötelező és közvetlenül alkalmazandó valamennyi tagállamban.

Kelt Brüsszelben, 2000. december 19-én.

a Bizottság részéről

Franz FISCHLER

a Bizottság tagja

## MELLÉKLET

## AZ ELEMZÉSI REFERENCIAMÓDSZEREK LEÍRÁSA

- I. Az alkoholtartalom meghatározása térfogatszázalékban
    - I. függelék : A desztillátum előállítása
    - II. függelék : A desztillátum sűrűségének mérése
      - A. módszer = piknometria
      - B. módszer = elektronikus sűrűségmérés
      - C. módszer = hidrosztatikai mérleggel végzett sűrűségmérés
  - II. Az összes száraz extrakt gravimetriás meghatározása
  - III. Az illóanyagok és a metanol meghatározása
    - III. 1. Általános megjegyzések
    - III. 2. Illó rokon vegyületek: aldehidek, nagyobb szénatomszámú alkoholok, etil-acetát és metanol (gázkromatográfia)
    - III. 3. Illósavak (p.m.)
  - IV. Hidrogén-cianid (p.m.)
  - V. Anetol (p.m.)
  - VI. Glycyrrhizsav (p.m.)
  - VII. Kalkonok (p.m.)
  - VIII. Összes cukortartalom (p.m.)
  - IX. Tojássárgája (p.m.)
-

## I. AZ SZESZESITALOK TÉRFOGATSZÁZALÉKBAN KIFEJEZETT ALKOHOLTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA

### Bevezetés

A referencia-módszerhez két függelék tartozik.

I. függelék: Desztillátumkészítés

II. függelék: A desztillátum sűrűségének mérése

#### 1. Alkalmazhatóság

A módszer szeszesitalok térfogatszázalékban kifejezett valódi alkoholtartalmának meghatározására alkalmas.

#### 2. Rendelkező hivatkozások

ISO 3696:1987: Víz: analitikai laboratóriumi használatra. Követelmények és vizsgálati módszerek

#### 3. Szakkifejezések és meghatározások

##### 3.1. Referencia-hőmérséklet:

Szeszesitalok térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalma, sűrűsége és fajlagos sűrűsége meghatározásának referenciahőmérséklete 20 °C.

1. megjegyzés: a „t °C-on” kifejezést akkor használjuk, amikor a meghatározás (sűrűség vagy térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom), hőmérséklete eltér a 20 °C-os referencia hőmérséklettől.

##### 3.2. Sűrűség:

A sűrűség a szeszesitalok vákuumban mért térfogategységére eső tömege, 20 °C-on. Értékét kg/m<sup>3</sup>-ben fejezik ki, és jele:  $\rho_{20\text{ °C}}$  vagy  $\rho_{20}$ .

##### 3.3. Fajlagos sűrűség:

A fajlagos sűrűség a szeszesitalok 20 °C-on mért sűrűségének és a víz ugyanazon a hőmérsékleten mért sűrűségének hányadosa. Jele  $d_{20\text{ °C}/20\text{ °C}}$  vagy  $d_{20/20}$  vagy egyszerűen  $d$ , ha nem értelemszaváró. A mért értéket a vizsgálati tanúsítványon kizárólag a fent meghatározott jelekkel kell megadni.

2. megjegyzés: a fajlagos sűrűség kiszámítható 20 °C-on mért  $\rho_{20}$  sűrűségből:

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

ahol a víz sűrűsége 20 °C-on: 998,203.

##### 3.4. Térfogatszázalékban kifejezett valódi alkoholtartalom:

A szeszesitalok térfogatszázalékban kifejezett valódi alkoholtartalma egyenlő annak a 100 liter víz-alkohol elegynek a literekben mért etil-alkohol-tartalmával, amelynek sűrűsége megegyezik az alkohol vagy szeszesital párlatának a sűrűségével. A különböző víz-alkohol elegyek 20 °C-on mért sűrűsége és a megfelelő, 20 °C-ra vonatkoztatott, térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom referenciaértékei a Nemzetközi Törvényeségi Méréstechnikai Szervezet 22. ajánlásában elfogadott nemzetközi táblázatban találhatók.

A térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom és a víz-alkohol keverék adott hőmérsékleten való sűrűségének általános egyenlete a 2676/90/EGK bizottsági rendelet mellékletének 40. oldalán, a „Térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom” című 3. fejezetben (HL L 272., 1990.10.3., 1. o.) vagy az OIV elemzési módszereket tartalmazó kézikönyvének (1994) 17. oldalán található.

3. megjegyzés: A likőrök és emulziós likőrök esetén, ahol a térfogat pontos mérése nagyon nehéz, a mintának először a tömegét kell megmérni, és az alkoholtartalmat először tömegszázalékban kell kiszámítani.

Átszámítási képlet:

$$\text{térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom (\% V/V)} = \frac{\text{ASM (tömeg \%)} \times P_{20} \text{ (minta)}}{P_{20} \text{ (alkohol)}}$$

ahol ASM = alkoholtartalom, % (m/m),

$P_{20}$  (alkohol) = 789.24 kg/m<sup>3</sup>

#### 4. A módszer elve

A desztillálást követően a párlat térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalmát piknométerrel, elektromos sűrűségmérővel vagy hidrosztatikai mérleggel végzett sűrűségméréssel határozzuk meg.

## I. FÜGGELÉK: PÁRLAT KÉSZÍTÉSE

1. **Alkalmazási terület**

A módszer szeszitalok térfogatszázalékban kifejezett valódi alkoholtartalmának meghatározásához használt párlat elkészítésére alkalmas.

2. **A módszer elve**

A szeszitalokat lepárolják az etil-alkohol és más illó vegyületek, valamint a szárazanyag (nem illó összetevők) elválasztása céljából.

3. **Vegyszerek és anyagok**

3.1. Forrást segítő granulátum (forrkő).

3.2. Tömény habzágató emulzió (emulziós likőrökhöz).

4. **Készülékek és eszközök**

A szokásos laboratóriumi eszközök és különösen a következők:

4.1. Vízfürdő, 10–15 °C hőmérsékletre szabályozható.

Vízfürdő, 20 °C-ra szabályozható ( $\pm 0,2$  °C).

4.2. „A” osztályú mérőlombikok 100 ml és 200 ml-es, amelyeknek térfogattűrése rendre 0,1 %, illetve 0,15 %.

4.3. Desztillálókészülék:

4.3.1. Általános követelmények

A desztillálókészüléknek a következő követelményeknek kell megfelelnie:

- a rendszerben a szivárgások megakadályozása céljából csak a feltétlenül szükséges számú csatlakozás legyen,
- a készülék része legyen egy olyan eszköz, amely megakadályozza, hogy a gőz folyadékcseppeket ragadjon magával és szabályozza az alkoholban dús gőzök desztillálási sebességét,
- biztosítani kell az alkoholgőzök gyors és teljes lecsapódását,
- biztosítani kell az első desztillációs frakciók gyűjtését vizes közegben.

A hóforrás megfelelő hőelosztó eszközzel rendelkezzen az oldott anyagok lesülésének megakadályozása céljából.

4.3.2. A megfelelő desztillálókészülék egyik lehetséges változata az 1. ábrán látható, és a következő részekből áll:

- 1 literes gömbloblik, normálciszolattal,
- legalább 20 cm magas rektifikáló oszlop (pl. Vigreux-oszlop),
- könyökcsatlakozás, körülbelül 10 cm hosszú (West-típusú), egyenes hűtőszakasszal,
- 40 cm hosszú függőleges spirálhűtő,
- kifolyócső, amely a párlatot egy kevés vizet tartalmazó, beosztással ellátott gyűjtőlombik alá vezet.

Megjegyzés: a fent leírt készülék esetében legalább 200 ml minta szükséges. Ennél kisebb mintamennyiség (100 ml) desztillálásakor kisebb, cseppfogóval vagy más, fröccsenésgátló eszközzel ellátott desztilláló lombikot kell használni.

5. **A vizsgálati minták tárolása**

Vizsgálatig a mintákat szobahőmérsékleten tároljuk.

6. **Eljárás**

Bevezető megjegyzés:

A desztillációt az IUPAC által közzé tett eljárás szerint is el lehet végezni (1968).

6.1. A desztilláló készülék ellenőrzése

A használt készülék alkalmas legyen a következőkre:

200 ml 50 % (V/V) körüli ismert koncentrációjú víz-alkohol elegy desztillációja esetén az alkoholvesztés legfeljebb 0,1 % (V/V) lehet.

6.2. 50 térfogatszázaléknál kisebb alkoholtartalmú szeszesitalok

Mérjük ki 200 ml szeszesitalt mérőlombikba.

Jegyezzük fel a folyadék hőmérsékletét vagy állítsuk be standard hőmérsékleten (20 °C).

Öntsük a mintát a desztillálókészülék gömblobkijába, és körülbelül 20–20 ml desztillált vízzel háromszor öblítsük ki mérőlombikot. Mind a három vizes öblítő oldatot töltsük a desztilláló gömblobkiba.

Megjegyzés: Ez a 60 ml-es hígítás olyan szeszesitalokhoz elegendő, amelyeknek 250 g/l-nél kevesebb a szárazanyag-tartalma. Más esetekben a szárazanyag pirolízisét nagyobb mennyiségű öblítővíz alkalmazásával akadályozhatjuk meg, így legalább 70 ml vizet kell használnunk 300 g/l, 85 ml-t 400 g/l és 100 ml-t 500 g/l szárazanyag tartalom (egyes gyümölcs-, illetve emulziós likőr) esetében. Eltérő mintatérfogat alkalmazásakor az öblítővíz térfogatát a fentieknek megfelelően, arányosan változtassuk.

Adjunk az oldathoz néhány forrkövet (3.1.) (és emulziós likőröknél habzágatlót).

Öntsünk 20 ml desztillált vizet ugyanabba a 200 ml-es mérőlombikba, amelyben a párlatot gyűjtjük. Ezt a lombikot hideg vizes fürdőbe kell helyezni (4.1.) (10–15 °C-os ániszítésű szeszesitaloknál).

A desztilláló lombik tartalmát időnként mozgatva desztilláljuk mindaddig, amíg a párlat szintje néhány milliméterrel a mérőlombik kalibrációs jele alatt lesz, közben ügyeljünk arra, hogy a desztilláló lombik tartalma ne süljön le, illetve ne fusson át a szedőlombikba.

Ha a párlat hőmérséklete és a folyadék kezdeti hőmérséklete közötti különbség 0,5 °C-on belül lesz, desztillált vízzel töltsük fel a lombikot, és a tartalmát alaposan keverjük össze.

Ezt a párlatot használjuk a térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom meghatározására (II. függelék).

6.3. 50 térfogatszázaléknál nagyobb alkoholtartalmú szeszesitalok

Mérjük ki 100 ml szeszesitalt egy 100 ml-es mérőlombikba és ezt öntsük a desztillálókészülék gömblobkijába.

Öblítsük ki többször a mérőlombikot desztillált vízzel, és töltsük ezeket az öblítő oldatokat a desztilláló gömblobkik tartalmához. Az öblítéshez használjunk annyi vizet, hogy a lombik tartalma körülbelül 230 ml legyen.

Töltsünk 20 ml desztillált vizet abba a 200 ml-es mérőlombikba, amelyben a párlatot majd gyűjtjük. Ezt a lombikot hideg vízfürdőbe kell helyezni (4.1.) (10–15 °C-ra ániszítésű szeszesitaloknál).

Desztilláljuk a desztilláló lombik tartalmát időnként megmozgatva addig, amíg a párlat szintje néhány milliméterrel a 200 ml-es mérőlombik kalibrációs jele alatt lesz.

Amikor a párlat hőmérséklete és a folyadék kezdeti hőmérséklete közötti különbség 0,5 °C-on belül lesz, desztillált vízzel töltsük fel a lombikot, és tartalmát alaposan keverjük össze.

Ezt a párlatot használjuk a térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom meghatározásához (II. függelék).

Megjegyzés: a szeszesital térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalma a párlat alkoholtartalmának kétszerese.

## II. FÜGGELÉK: A PÁRLAT SŰRŰSÉGÉNEK MÉRÉSE

**A. MÓDSZER: SZESZESITALOK TÉRFOGATSZÁZALÉKBAN KIFEJEZETT, VALÓDI ALKOHOLTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA – PIKNOMÉTERES MÉRÉS****A.1. A módszer elve**

A térfogatszázalékban kifejezett alkoholtartalom meghatározása a párlat sűrűségének piknométeres mérésével történik.

**A.2. Vegyszerek és anyagok**

Az vizsgálat során, hacsak nincs másképpen előírva, csak ismert analitikai minőségű vegyszereket és az ISO 3696:1987 szabvány szerinti legalább 3-as tisztasági fokozatnak megfelelő vizet használjunk.

**A.2.1. Nátrium-klorid oldat (2 w/v %)**

1 liter elkészítéséhez mérjük le 20 g nátrium-kloridot, és vízben való oldás után töltjük fel 1 literre.

**A.3. Készülékek és eszközök**

A szokásos laboratóriumi eszközök és különösen a következők:

**A.3.1. 0,1 mg hibahatárral mérő analitikai mérleg.****A.3.2. Hőmérő, csiszolatos, amely tizedfokokra van kalibrálva 10–30 °C között. Ezt a hőmérőt egy hitelesített hőmérővel hitelesíteni vagy ellenőrizni kell.****A.3.3. 100 ml-es pirezüvegből készült piknométer, eltávolítható csiszolatos hőmérővel (A.3.2.). A piknométernek 25 mm hosszú és 1 mm (maximum) belső átmérőjű oldalága van, amely kónuszos alakú, csiszolt csatlakozással végződik. Szükség esetén, az ISO 3507-ben leírt egyéb piknométerek (pl. 50 ml-es) is használhatók.****A.3.4. A piknométer külső térfogatával megegyező méretű (1 ml-nél kisebb eltéréssel) és 1,01-es sűrűségű folyadékkal (nátrium-klorid oldattal, A.2.1.) megtöltött piknométer tömegével egyező tömegű táraedény.****A.3.5. Hőszigetelő burkolat, amely pontosan illeszkedik a piknométertestre.**

1. megjegyzés: a szeszesitalok vákuumbeli sűrűségének meghatározására kétkarú mérlegre, illetve azonos külső térfogatú piknométerre és táraüvegre van szükség ahhoz, hogy levegő felhajtóereje kiküszöbölhető legyen a méréseknél. Ez az egyszerű eljárás egykarú mérleggel is alkalmazható, feltéve, hogy a táraüveget ismét megméri, és megfigyeli a levegő felhajtóerejének időbeli változását.

**A.4. Eljárás**

Előzetes megjegyzések:

A következő eljárás 100 ml-es piknométer használatát írja le az alkoholtartalom meghatározása céljából. Ezzel érhető el a legnagyobb pontosság. Mindamellet kisebb, például 50 ml-es piknométer is használható.

**A.4.1. A piknométer kalibrálása**

A piknométert a következő paraméterek meghatározásával kell kalibrálni:

- az üres piknométer táratömege,
- a piknométer térfogata 20 °C-on,
- a vízzel töltött piknométer tömege 20 °C-on.

**A.4.1.1. Kalibrálás egykarú mérleg használatával:**

Határozzuk meg:

- a tiszta, száraz piknométer tömegét (P),
- a vízzel töltött piknométer tömegét t °C-on (P1),
- a táraedény tömegét (T0).

**A.4.1.1.1. Mérjük le a tiszta, száraz piknométert (P).**

A.4.1.1.2. Gondosan töltjük meg a piknométert desztillált vízzel szobahőmérsékleten és helyezzük be a hőmérőt.

Gondosan töröljük szárazra a piknométert, és helyezzük be a hőszigetelt burkolatba. Forgatással rázzuk össze a tartályt, amíg a hőmérőn a leolvasott hőmérséklet már nem változik.

A piknométer oldalágában pontosan állítsuk be a folyadékszintet a jelhez. Olvassuk le pontosan a  $t$  °C hőmérsékletet gondosan, és ha szükséges, korrigáljuk a hőmérsékletskála pontatlanságait.

Mérjük le a vízzel megtöltött piknométert ( $P_1$ ).

A.4.1.1.3. Mérjük le a táraedény tömegét ( $T_0$ ).

A.4.1.1.4. Számítás

– az üres piknométer táratömege =  $P - m$

ahol „ $m$ ” a piknométerben lévő levegő tömege.

$$m = 0,0012 \times (P_1 - P)$$

2. megjegyzés: 0,0012 a száraz levegő sűrűsége 20 °C-on 760 Hgmm nyomáson

– a piknométer térfogata 20 °C-on:

$$V_{20\text{ °C}} = [P_1 - (P - m)] \times F_t$$

ahol  $F_t$  a  $t$  °C hőmérsékletfaktor a 2676/90/EGK rendelet melléklete 1. fejezetének (címe: Sűrűség és fajlagos sűrűség) 1. táblázatából (10. oldal) származik.

A  $V_{20\text{ °C}}$  értéket 0,001 ml-es pontossággal kell megadni.

– a piknométerben lévő víz tömege 20 °C-on:

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

ahol 0,998203 a víz sűrűsége 20 °C-on.

3. megjegyzés: Szükség esetén a levegőben mért 0,99715 sűrűségi érték is használható, és ekkor a „HM Customs and Excise” (vámstatisztikai) táblázatainak levegőben mért sűrűségi értékek figyelembevételével kell az alkoholtartalmat kiszámítani.

A.4.1.2. Kalibrálás kétkarú mérleg használatával:

A.4.1.2.1. Helyezzük a táraedényt a baloldali serpenyőre és a tiszta, száraz piknométert és a dugóját a jobboldali serpenyőbe. Egyensúlyozzuk ki a két tömeget úgy, hogy súlyokat teszünk a piknométer mellé:  $p$  gramm.

A.4.1.2.2. Gondosan töltjük meg a piknométert szobahőmérsékletű desztillált vízzel, és helyezzük bele a hőmérőt, óvatosan töröljük szárazra a piknométert és helyezzük a hőszigetelő burkolatba. Forgatással rázzuk össze a tartályt, amíg a hőmérőn a leolvasott hőmérséklet már nem változik.

A piknométer oldalágában pontosan állítsuk be a folyadékszintet a jelhez. Olvassuk le gondosan a  $t$  °C hőmérsékletet és ha szükséges, korrigáljuk a hőmérsékletskála pontatlanságait.

Mérjük le a vízzel megtöltött piknométert,  $p'$  az a grammban kifejezett tömeg, amely az egyensúlyhoz szükséges.

A.4.1.2.3. Számítás

– Az üres piknométer táratömege =  $p + m$ ,

ahol „ $m$ ” a piknométerben lévő levegő tömege.

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

– A piknométer térfogata 20 °C-on:

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

ahol  $F_t$  a  $t$  °C hőmérsékletre tartozó faktor a 2676/90/EGK rendelet mellékletének 1. fejezetében (címe: Sűrűség és fajlagos sűrűség) lévő 1. táblázatából (10. oldal) származik.

A  $V_{20\text{ °C}}$  értéket 0,001 ml-es pontossággal kell megadni.

– A piknométerben lévő víz tömege 20 °C-on:

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

ahol 0,998203 a víz sűrűsége 20 °C-on.



A.4.2. A minta alkoholtartalmának meghatározása

A.4.2.1. Egykarú mérleg használata

A.4.2.1.1. Mérjük le a táraedényt: T1 tömeg.

A.4.2.1.2. Mérjük le a piknométert az elkészített párlattal (ld. I. függelék), tömege t °C-on P2.

A.4.2.1.3. Számítás

$$- dT = T1 - T0$$

- Az üres piknométer tömege a mérés pillanatában

$$= P - m + dT$$

- folyadék tömege a piknométerben t °C-on:

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

- Sűrűség t °C-on g/ml-ben:

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

- Fejezzük ki a sűrűséget t °C hőmérsékleten kg/m<sup>3</sup>egységben megszorozva a  $\rho_{t^{\circ}\text{C}}$ -ot 1 000-rel, és ezt az értéket nevezzük  $\rho_t$ -nek.

- Korrigáljuk a  $\rho_t$ -t 20-ra, felhasználva a víz-alkohol elegyek sűrűségi táblázatát (az OIV Elemzési módszerek kézikönyve II. függelékének II. táblázata (1994), 17–29. oldal).

A táblázatban keressük meg a T hőmérsékletnek megfelelő vízszintes vonalat egész fokban közvetlenül a t °C alatt, a legkisebb sűrűséget a  $\rho_t$  felett.

Használjuk a táblázatban az adott sűrűség alatt található különbséget, hogy kiszámíthassuk a szeszesital  $\rho_t$  sűrűségét T hőmérsékleten egész fokokban.

- Felhasználva az egész hőmérsékleti sort számítsuk ki a  $\rho'$  fölötti táblázatos érték és a számított a  $\rho_t$  különbségét. Osszuk el ezt a különbséget a táblázatban megadott különbséggel, amely a  $\rho'$  sűrűség jobb oldalán található. A hányados felel meg a  $\rho'$  sűrűség oszlopának tetején található egész alkoholtartalom érték tizedes részének (Dt az alkoholtartalom).

4. megjegyzés: Eljárhatunk úgy is, ha a jelig való töltésig a piknométert 20 °C-on ( $\pm 0,2$  °C) vízfürdőben tartjuk.

A.4.2.1.4. Eredmény

A  $\rho_{20}$  sűrűség felhasználásával számítsuk ki a valódi alkoholtartalmat az alábbi táblázatokat használva:

Az alkohol-víz elegyek alkoholtartalmát (térfogatszázalék) 20 °C-on a 20 °C-on mért sűrűség függvényében megadó táblázat a Nemzetközi Törvényszéki Mérésügyi Szervezet 22. ajánlásában elfogadott nemzetközi táblázat.

A.4.2.2. A kétkarú mérleget alkalmazó módszer

A.4.2.2.1. Mérjük le a piknométert az elkészített párlattal (lásd az I. részt), p a tömege t °C-on.

A.4.2.2.2. Számítás

- A piknométerben lévő folyadék tömege t °C-on:

$$= p + m - p$$

- Sűrűség t °C-on g/ml-ben

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

- Fejezzük ki a sűrűséget t °C-on kg/m<sup>3</sup>-ben, és végezzük el a hőmérsékleti korrekciót, hogy ki tudjuk számolni az alkoholtartalmat 20 °C-on, ugyanúgy, mint azt az egykarú mérleg használatánál ismertettük.

A.5. **A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontosság)**

A.5.1. A körvizsgálat statisztikai eredményei

A következő adatokat egy olyan nemzetközi módszertani körvizsgálatból származnak, amelyet nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint végeztek [1] [2].

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	20
Minták száma:	6

Minták	A	B	C	D	E	F
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	19	20	17	19	19	17
A kiesők (laboratóriumok) száma	1	–	2	1	1	3
Elfogadott eredmények száma	38	40	34	38	38	34
Átlagérték (x) térfogatszázalékban	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51 (*)			42,93 (*)	45,73 (*)	63,03 (*)
Az ismételtetés szórása ( $S_p$ ) térfogatszázalékban	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Az ismételtetés relatív szórása (RSD <sub>p</sub> ) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Az ismételtetés határ (r) térfogatszázalékban	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
A reprodukálhatóság szórása ( $S_R$ ) térfogatszázalékban	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) térfogatszázalékban	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
A reprodukálhatósági határ (r) térfogatszázalékban	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

Mintatípusok:

- A gyümölcslikőr: osztott szintek (\*)
- B borpárlat: rejtett párhuzamosok
- C whisky: rejtett párhuzamosok
- D grappa: osztott szintek (\*)
- E aquavit: osztott szintek (\*)
- F rum: osztott szintek (\*)

## B. MÓDSZER: A SZESZESITALOK TÉRFOGATSZÁZALÉKBAN KIFEJEZETT VALÓDI ALKOHOLTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA – ELEKTRONIKUS SŰRŰSÉGMÉRŐVEL (REZGŐ CELLÁBAN LÉVŐ MINTA REZONANCIÁFREKVENCIAJÁNAK MÉRÉSE ALAPJÁN)

### B.1. A módszer elve

A folyadék sűrűségét egy rezgő U-küvetta oszcillációjának elektromos mérése alapján határozzák meg. A mérés végrehajtásához a mintát egy rezgő rendszerbe teszik, amely külön specifikus rezgési frekvenciája a hozzáadott tömeg hatására módosul.

### B.2. Vegyszerek és anyagok

Az vizsgálat során, hacsak másképp nincs előírva, csak elismert analitikai minőségű vegyszerek és az ISO 3696:1987 szabvány szerinti legalább 3-as tisztasági fokozatú víz használható.

B.2.1. Aceton (CAS 666-52-4) vagy abszolút alkohol

B.2.2. Száraz levegő.

### B.3. Készülékek és eszközök

A szokásos laboratóriumi eszközök használandók különös tekintettel a következőkre:

B.3.1. Digitális kijelzővel rendelkező sűrűségmérő

Olyan elektromos sűrűségmérő, amely alkalmas a g/ml-ben kifejezett sűrűség 5 tizedesjegy pontosságig való kijelzésre.

1. megjegyzés: a sűrűségmérőt tökéletesen stabil állványzaton kell elhelyezni, amely mindenféle rezgéstől szigetelve van.

B.3.2. A hőmérséklet szabályozása

A sűrűségmérő mérései csak akkor érvényesek, ha a mérőcella össze van kapcsolva egy olyan beépített hőmérsékletszabályozóval, amely alkalmas 0,02 °C vagy ennél jobb hőmérsékleti stabilitás biztosítására.

2. megjegyzés: Nagyon fontos a hőmérséklet pontos beállítása és ellenőrzése a mérőcellában, mivel egy 0,1 °C-os hiba 0,1 kg/m<sup>3</sup> nagyságrendű sűrűségeltérést okozhat.

B.3.3. Mintaadagoló fecskendő vagy automata mintaadagoló

**B.4. Eljárás****B.4.1. A sűrűségmérő kalibrálása**

A berendezés kalibrálását a gyártó előírásai szerint kell elvégezni az első üzembehelyezés idején. Rendszeresen újból kell kalibrálni, összehasonlítva egy tanúsított referenciaszabvánnyal vagy egy referenciaszabványon alapuló belső laboratóriumi referenciaoldattal.

**B.4.2. A minta sűrűségének meghatározása**

**B.4.2.1.** Ha szükséges, a mérés előtt tisztítsuk meg a mérőcellát, és szárítsuk ki acetonnal vagy vízmentes alkohollal és száraz levegővel. Öblítsük ki a cellát a mintával.

**B.4.2.2.** Injektáljuk a mintát a mérőcellába fecskendővel vagy automata mintaadagolóval, amíg a cella teljesen meg nem telik. A megtöltés során ügyeljünk arra, hogy ne maradjanak légbuborékok. A minta legyen homogén és nem tartalmazhat semmilyen szilárd részecskét. Az esetlegesen lebegő anyagokat a vizsgálat előtt szűrővel el kell távolítani.

**B.4.2.3.** Ha a kijelzett érték már nem változik, jegyezzük fel a sűrűségmérőn látható  $\rho_{20}$  sűrűséget vagy az alkoholtartalmat.

**B.4.3. Eredmény**

$\rho_{20}$  sűrűség esetén számítsuk ki a valódi alkoholtartalmat az alább megadott táblázatból:

Az alkohol-víz elegyek alkohol térfogatszázalékát 20 °C-on, a 20 °C-on mért sűrűség függvényében megadó táblázat a Nemzetközi Törvényszéki Mérésügyi Szervezet 22. ajánlásában elfogadott nemzetközi táblázat.

**B.5. A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontosság)****B.5.1. A körvizsgálat statisztikai eredményei**

A következő adatokat egy olyan nemzetközi módszertani körvizsgálatból származnak, amelyet nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint végeztek [1] [2].

A körvizsgálat éve: 1997

A laboratóriumok száma: 16

Minták száma: 6

Minták	A	B	C	D	E	F
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	11	13	15	16	14	13
A kiesők (laboratóriumok) száma	2	3	1	–	1	2
Elfogadott eredmények száma	22	26	30	32	28	26
Átlagérték (x) térfogatszázalékban	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
	26,52 (*)			43,10 (*)	45,91 (*)	63,31 (*)
Az ismételtetőség szórása ( $S_x$ ) térfogatszázalékban	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Az ismételtetőség relatív szórása (RSD <sub>x</sub> ) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Az ismételtetőségi határ (r) térfogatszázalékban	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
A reprodukálhatóság szórása ( $S_R$ ) térfogatszázalékban	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) térfogatszázalékban	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Reprodukálhatósági határ (r) térfogatszázalékban	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

Mintatípusok:

A gyümölcslikőr: osztott szintek (\*)

B borpárlat: rejtett párhuzamosok

C whisky: rejtett párhuzamosok

D grappa: osztott szintek (\*)

E aquavit: osztott szintek (\*)

F rum: osztott szintek (\*)

**C. MÓDSZER: A SZESZESITALOK VALÓDI, TÉRFOGATSZÁZALÉKBAN KIFEJEZETT ALKOHOLTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA, SŰRŰSÉGMÉRÉS HIDROSZTATIKAI MÉRLEGGEL****C.1. A módszer elve**

A szeszitalok alkoholtartalma mérhető hidrosztatikai mérleggel sűrűségméréssel Archimédész törvénye alapján, amely szerint a folyadékba merített testre ható felhajtóerő megfelel a kiszorított folyadék tömegének.

**C.2. Vegyszerek és anyagok**

Az elemzés során, hacsak másképp nincs előírva, csak elismert analitikai minőségű vegyszerek és az ISO 3696:1987 szabványa szerinti legalább 3-as tisztasági fokozatú víz használható.

**C.2.1. Az úszó tisztítóoldat: nátrium-hidroxid, 30 % (V/V)**

100 ml elkészítéséhez mérjünk le 30 g nátrium-hidroxidot és 96 térfogatszázalékos etanollal töltjük fel 100 ml-re.

**C.3. Készülékek és eszközök**

A szokásos laboratóriumi eszközök, különösen a következők:

**C.3.1. Egykarú, 1 mg érzékenyséű hidrosztatikai mérleg.****C.3.2. Legalább 20 ml térfogatú úszó, amely a mérleg speciális tartozéka, és legfeljebb egy 0,1 mm átmérőjű drótra van felfüggesztve.****C.3.3. Szintjelzéssel ellátott mérőhenger. Az úszó teljesen merüljön el a mérőhengerben, méghozzá a szintjelzés alatti részébe. A folyadék felszínén csak az úszót tartó drót hatol át. A mérőhenger átmérője legalább 6 mm-rel nagyobb legyen, mint az úszóé.****C.3.4. Egész- és tizedfokos osztásközökkel ellátott hőmérő (vagy hőmérséklet érzékelő), amely 10–40 °C tartományban képes mérni, 0,05 °C-ra van kalibrálva.****C.3.5. Súlyok, amelyeket egy elismert tanúsító testület kalibrált.**

1. megjegyzés: Kétkarú mérleg használata szintén lehetséges, az alapelv leírása a 2676/90/EGK rendelet mellékletének 1. fejezetében található, amelynek címe „Sűrűség és fajlagos sűrűség” (7. oldal).

**C.4. Eljárás**

Az úszót és a mérőhengert minden egyes mérés után ki kell tisztítani desztillált vízzel, és meg kell szárítani nem hullató puha papírtörlővel. Ezután ki kell öblíteni a vizsgálandó oldattal. Mihelyt a készülék nyugalmi állapotba kerül, a méréseket azonnal el kell végezni, hogy korlátozzuk a párolgással bekövetkező alkoholvesztéséget.

**C.4.1. A mérleg kalibrálása**

Bár a mérlegek általában rendelkeznek belső kalibráló rendszerrel, a hidrosztatikai mérlegnek alkalmasnak kell lennie hivatalos tanúsító testület által hitelesített súlyokkal való kalibrálásra.

**C.4.2. Az úszó kalibrálása****C.4.2.1. Töltsük meg a mérőhengert a jelig kétszer desztillált vízzel (vagy hasonló tisztaságú vízzel, pl. mikroszűrőn átengedett vízzel, amelynek vezetőképessége 18,2 MΩ/cm) 15–25 °C hőmérsékleten, de lehetőség szerint 20 °C-on.****C.4.2.2. Merítsük az úszót és a hőmérőt a folyadékba, mozgassuk meg abban, olvassuk le a folyadék sűrűségét, és szükség esetén korrigáljuk a leolvasott értéket úgy, hogy egyenlő legyen a víznek a mérési hőmérsékletéhez tartozó sűrűségértékével.****C.4.3. Ellenőrzés víz–alkohol eleggyel****C.4.3.1. Töltsük meg a mérőhengert a jelig ismert alkoholtartalmú víz–alkohol eleggyel 15–25 °C közötti hőmérsékleten, de lehetőség szerint 20 °C-on.****C.4.3.2. Merítsük be az úszót és a hőmérőt a folyadékba, mozgassuk meg abban, olvassuk le a sűrűségét (vagy az alkoholtartalmat, ha lehetséges.) Az így leolvasott alkoholtartalom-értéknek egyenlőnek kell lennie a korábban meghatározott alkoholtartalom-értékkel.**

2. megjegyzés: Ez az ismert alkoholtartalmú oldat az úszó kalibrálására is felhasználható a kétszeresen desztillált víz helyett.

- C.4.4. A párlat sűrűségének mérése (vagy alkoholtartalmának mérése, ha a berendezés ezt lehetővé teszi)
- C.4.4.1. Töltsük a vizsgálandó mintát a mérőhengerbe a felső jelzésig.
- C.4.4.2. Merítsük bele az úszót és a hőmérőt a folyadékba, mozgassuk meg abban, olvassuk le a berendezésről a folyadék sűrűségét (vagy alkoholtartalmát, ha lehetséges). Jegyezzük fel a hőmérsékletet, ha a sűrűséget t °C-on mértük ( $\rho_t$ ).
- C.4.4.3. Korrigáljuk a  $\rho_t$ -t 20 °C-ra a víz-alkohol elegyek pT sűrűség-hőmérséklet táblázata segítségével (az OIV elemzési módszereinek kézikönyve II. függelékének II. táblázata (1994), 17–29. oldal).
- C.4.5. Az úszó és a mérőhenger tisztítása
- C.4.5.1. Merítsük az úszót a mérőhengerben lévő tisztítóoldatba.
- C.4.5.2. Hagyjuk az úszót ázni egy óráig, és időnként forgassuk meg.
- C.4.5.3. Öblítsük le bőséges mennyiségű csapvízzel, majd desztillált vízzel.
- C.4.5.4. Szárítsuk meg anyagát nem hullató, puha papírtörölővel.  
Végezzük el ezt az eljárást az úszó első használatánál, majd utána szükség szerinti rendszerességgel.
- C.4.6. Eredmények

A  $\rho_{20}$  sűrűség felhasználásával számoljuk ki a valódi alkoholtartalmat az alábbi táblázat segítségével:

Az alkohol-víz elegy alkoholtartalmát (%V/V) 20 °C-on a 20 °C-on mért sűrűség függvényében magadó táblázat, a Nemzetközi Törvényszéki Mérésügyi Szervezet 22. ajánlásában elfogadott nemzetközi táblázat.

#### C.5. A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontosság)

- C.5.1. A körvizsgálatok statisztikai eredményei

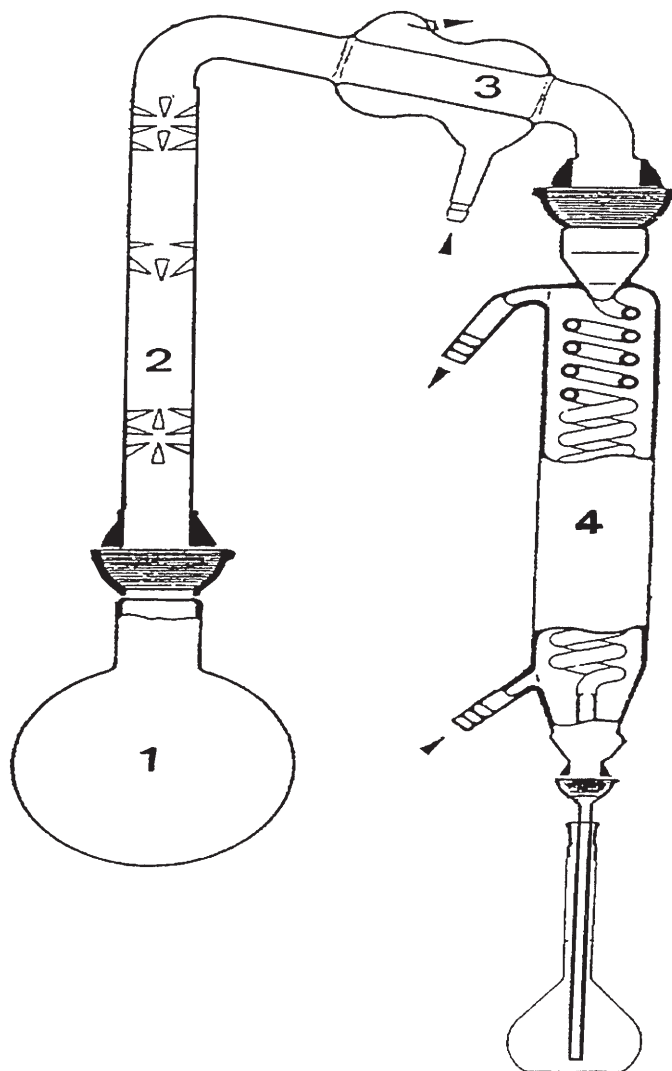
A következő adatokat egy olyan nemzetközi módszertani körvizsgálatból származnak, amelyet nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint végeztek [1] [2].

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	12
Minták száma:	6

Minták	A	B	C	D	E	F
Laboratóriumok száma kiesők nélkül	12	10	11	12	11	9
A kiesők (laboratóriumok) száma	–	2	1	–	1	2
Elfogadott eredmények száma	24	20	22	24	22	18
Átlagérték (x) térfogatszázalékban	23,80	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,51 (*)			43,09 (*)	45,89 (*)	63,44 (*)
Az ismételhetőség szórása ( $S_x$ ) térfogatszázalékban	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD <sub>x</sub> ) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Az ismételhetőségi határ (r) térfogatszázalékban	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
A reprodukálhatóság szórása ( $S_R$ ) térfogatszázalékban	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Reprodukálhatósági határ (r) térfogatszázalékban	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

Mintatípusok:

- A gyümölcslikőr: osztott szintek (\*)  
 B borpárlat: rejtett párhuzamosok  
 C whisky: rejtett párhuzamosok  
 D grappa: osztott szintek (\*)  
 E aquavit: osztott szintek (\*)  
 F rum: osztott szintek (\*)



1. ábra: Desztillálókészülék szeszesitalok valódi térfogatszázalékban kifejezett valódi alkoholtartalmának méréséhez

1. 1 literes gömblombik, normál félgömb csiszolattal.
2. 20 cm-es Vigreux-rektifikálóoszlop.
3. 10 cm-es West-hűtő.
4. 40 cm-es hűtőspirál.

**II. SZESZESITALOK ÖSSZES SZÁRAZEXTRAKT-TARTALMÁNAK GRAVIMETRIKUS MEGHATÁROZÁSA****1. Alkalmazhatóság**

Az 1576/89/EGK rendelet ezt a módszert csak olyan aquavitminta vizsgálatára írja elő, amelynek szárazextrakt-tartalma nem haladja meg a 15 g/l-t.

**2. Rendelkező hivatkozások**

ISO 3696:1987: Víz: analitikai laboratóriumi használatra. Követelmények és vizsgálati módszerek.

**3. Fogalom meghatározás**

Az összes szárazextrakton vagy összes szárazanyagon a meghatározott fizikai körülmények között nem illó összes anyagot értjük.

**4. A módszer elve**

Megmérjük a szeszestitalnak a forrásban lévő vízfürdőben történő bepárlása és a maradék szárítókamrában történő szárítása után megmaradó extraktumát.

**5. Készülékek és eszközök**

5.1. 55 mm átmérőjű, lapos fenekű, hengeres bepárlócsészé.

5.2. Forrásban lévő vízfürdő.

5.3. A. osztályú, 25 mm-es pipetta.

5.4. Szárítószekrény.

5.5. Exszikkátor.

5.6. 0,1 mg pontosságú analitikai mérleg

**6. Mintavétel és minták**

A mintákat elemzés előtt tároljuk szobahőmérsékleten.

**7. Eljárás**

7.1. Pipetázzunk egy előzőleg lemért, lapos fenekű, hengeres, 55 mm átmérőjű bepárlócsészébe 25 ml szeszestitalt, amelynek szárazanyag-tartalma legfeljebb 15 g/l. A bepárlás első órájában a párologtató csészét a forrásban lévő vízfürdő fedelére helyezzük, úgy, hogy a folyadék ne legyen forrásban, mivel a kifiröccsenés veszteséget okozhat. Hagyjuk a csészét még egy óráig közvetlenül a forrásban lévő vízfürdő gőzében.

7.2. A szárítást úgy fejezzük be, hogy a bepárlócsészét szárítószekrénybe helyezzük 105 °C ± 3 °C-on 2 órára. A bepárlócsészét egy exszikkátorban hagyjuk lehűlni, majd mérjük le annak tömegét.

**8. Számítás**

A maradék tömegét 40-nel megszorozva megkapjuk a szeszestital szárazanyag-tartalmát, és ezt g/l-ben kell megadni egy tizedes jegyre megadva.

**9. A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontosság)**

9.1. A körvizsgálatok statisztikai eredményei

A következő adatokat egy olyan nemzetközi módszertani körvizsgálatból származnak, amelyet nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint végeztek [1] [2].

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	10
A minták száma:	4

Minták	A	B	C	D
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	9	9	8	9
A kiesők (laboratóriumok) száma	1	1	2	–
Elfogadott eredmények száma	18	18	16	18
Átlagérték (x) g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Az ismételhetőség szórása (S <sub>i</sub> ) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD <sub>i</sub> ) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Az ismételhetőségi határ (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Reprodukálhatósági határ (r) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6

Mintatípusok:

A borpárlat: rejtett párhuzamosok:

B rum: osztott szintek

C grappa: osztott szintek

D aquavit: osztott szintek



### III. SZESZESITALOK ILLÓANYAG- ÉS METANOLTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA

#### III.1. ÁLTALÁNOS MEGJEGYZÉSEK

##### 1. Fogalommeghatározások

Az 1576/89/EGK rendelet meghatározza az etanol és metanol mellett előforduló illékony összetevők minimális szintjeit számos szeszisital esetében (rum, borászati eredetű szeszisitalok, gyümölcs párlat, stb.). Kizárólag e szeszisitalok tekintetében ezek az illóanyag-szintek megállapodás szerint egyenlőnek tekinthetők a következő vegyületek koncentrációinak összegével:

1. illó savak ecetsavban kifejezve;
2. aldehidek etanalban kifejezve, az etanal (acetaldehid) és az 1,1-dietoxi-etánban (acetál) lévő etanal-frakció összegeként kifejezve;
3. a következő, hosszabb szénláncú alkoholok: egyedileg meghatározott propán-1-ol, bután-1-ol, bután-2-ol, 2-metil-propán-1-ol és egyedileg vagy a kettő összegeként meghatározott 2-metil-bután-1-ol és 3-metil-bután-1-ol;
4. etil-acetát.

Az illó vegyületek mérésének hagyományos módszerei a következők:

- az illósavak meghatározása az illósav-tartalom mérésével,
- aldehidek (etanal és acetál), etil-acetát és alkoholok gázkromatográfiás (GC) mérésével.

##### 2. Az illó vegyületek gázkromatográfiás vizsgálata

A fent meghatározott anyagoktól eltérő illó vegyületek gázkromatográfiás elemzése különösen érdekesnek bizonyulhat, mert meghatározható vele a lepárláskor felhasznált nyersanyag eredete és a lepárlás tényleges körülményei.

Néhány szeszisital más illóanyagokat is tartalmazhat, pl. aromás vegyületeket, amelyek az alkohol erjesztéséhez használt alapanyagokra, a szeszisitalban használt aromájára és a szeszisital egyéb különleges tulajdonságaira jellemzőek. Ezek a vegyületek fontosak az 1576/89/EGK rendelet által meghatározott követelmények értékeléséhez.

#### III.2. AZ ILLÓ ROKONVEGYÜLETEK GÁZKROMATOGRÁFIÁS MEGHATÁROZÁSA: ALDEHIDEK, NAGYOBB SZÉNTOMSZÁMÚ ALKOHOLOK, ETIL-ACETÁT ÉS METANOL

##### 1. Alkalmazhatóság

Ez a módszer alkalmas szeszisitalokban a következő vegyületek gázkromatográfiás meghatározására: 1,1-dietoxi-etán (acetál), 2-metil-bután-1-ol (aktív amil-alkohol), 3-metil-bután-1-ol (izo-amil-alkohol), metanol (metil-alkohol), etil-etanoát (etil-acetát), bután-1-ol (n-butanol), bután-2-ol (sec-butanol), 2-metil-propán-1-ol (izo-butil-alkohol), propán-1-ol (n-propanol) és etanal (acetaldehid). A módszernél belső standardot használnak, például pentán-3-ol-t. A vizsgált vegyületek koncentrációját gramm/100 liter abszolút alkohol egységben fejezzük ki, és az elemzés előtt meg kell határozni a termék alkoholtartalmát. Ezzel a módszerrel a következő szeszisitalok elemezhetők: whisky, borpárlat, rum, borszesz, gyümölcs párlat és a törköly párlat.

##### 2. Rendelkező hivatkozások

ISO 3696/1987: Víz: analitika laboratóriumi használatra. Követelmények és vizsgálati módszerek.

##### 3. Fogalommeghatározás

A rokonvegyületek olyan illó vegyületek, amelyek szeszisitalok erjedése, lepárlása és érlelése során az etanol mellett képződnek.

##### 4. A módszer elve

A szeszisitalokban lévő rokonvegyületeket úgy határozzák meg, hogy a szeszisitalt vagy annak megfelelően hígított változatát gázkromatográfiás (GC) rendszerbe közvetlenül injektálják. Az injektálás előtt a szeszisitalhoz megfelelő belső standardot adnak. A rokonvegyületeket hőmérsékletprogram segítségével megfelelő oszlopon választják szét, és lángionizációs detektorral (FID) érzékelik. Az egyes rokonvegyületek koncentrációját a belső standardhoz képest állapítják meg választényezőkből, amelyeket a szeszisital vizsgálati körülményeivel azonos körülmények között végzett kalibrációval kapunk.

## 5. Vegyszerek és anyagok

Hacsak a módszerleírás máshogy nem rendelkezik, csak 97 %-nál nagyobb tisztaságú reagenseket lehet használni, amelyek egy ISO által minősített szállítótól származnak, minőségi bizonyítvánnyal rendelkeznek, valamint a vizsgálatnál használt hígításnál mentesek egyéb rokonvegyületektől (ezt úgy lehet ellenőrizni, hogy az egyes rokonvegyületek standardjait tesztígításban a 6.4. pontban leírtaknak megfelelően kromatográfiai körülmények között vizsgáljuk), és csak az ISO 3696 szabványa szerinti legalább 3-as tisztasági fokozatú vizet használjunk. Az acetált és az acetaldehidet sötét helyen kell tárolni 5 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten. Az összes többi reagens tárolható szobahőmérsékleten.

- 5.1. abszolút etanol (CAS 64-17-5).
- 5.2. metanol (CAS 67-56-1).
- 5.3. propán-1-ol (CAS 71-23-8).
- 5.4. 2-metil-propán-1-ol (CAS 78-33-1).
- 5.5. Elfogadható belső standardok: pentán-3-ol (CAS 584-02-1), pentán-1-ol (CAS 71-41-0), 4-metil-pentán-1-ol (CAS 626-89-1) vagy metil-nonanoát (CAS 1731-84-6).
- 5.6. 2-metil-bután-1-ol (CAS 137-32-6).
- 5.7. 3-metil-bután-1-ol (CAS 123-51-3).
- 5.8. etil-acetát (CAS 141-78-6).
- 5.9. bután-1-ol (CAS 71-36-3).
- 5.10. bután-2-ol (CAS 78-92-2).
- 5.11. acetaldehid (CAS 75-07-0).
- 5.12. acetál (CAS 105-57-7).
- 5.13. 40 térfogatszázalékos etanol-oldat

400 ml/l etanol-oldat elkészítéséhez öntsünk 400 ml etanolt (5.1.) egy 1 literes mérőlombikba, és desztillált vízzel töltsük fel a jelig, majd keverjük össze.

- 5.14. A standard oldatok elkészítése és tárolása (a hitelesített módszerhez használt eljárás)

Az összes standardoldatot 5 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten kell tárolni, és havonta frissen kell elkészíteni. A komponensek és oldatok tömegét 0,1 mg pontossággal fel kell jegyezni.

- 5.14.1. A standardoldat

Pipettázzuk a következő reagenseket egy 100 ml-es mérőlombikba, amelyben kb. 60 ml etanol-oldat (5.13.) van, hogy minimálisra csökkentsük a komponensek párolgását, majd etanol-oldattal (5.13.) töltsük fel a jelig, és alaposan keverjük össze. Jegyezzük fel a mérőlombik tömegét, valamint az egyes hozzáadott komponens tömegét és a lombik teljes tartalmának végső tömegét.

Összetevő	Mennyiség (ml)
metanol (5.2.)	3,0
propán-1-ol (5.3.)	3,0
2-metil-propán-1-ol (5.4.)	3,0
2-metil-bután-1-ol (5.6.)	3,0
3-metil-bután-1-ol (5.7.)	3,0
etil-acetát (5.8.)	3,0
bután-1-ol (5.9.)	3,0
bután-2-ol (5.10.)	3,0
acetaldehid (5.11.)	3,0
acetál (5.12.)	3,0

1. megjegyzés: Ajánlatos az acetált és az acetaldehidet adagolni utoljára, hogy minimalizáljuk a párolgási veszteséget.

- 5.14.2 B standardoldat
- Pipettával töltünk 3 ml pentán-3-ol-t vagy egyéb megfelelő belső standardot (5.5.) egy 100 ml-es mérőlombikba, amelyben kb. 80 ml etanol-oldat van (5.13.), majd etanol-oldattal (5.13.) töltjük fel a jelig, és alaposan keverjük össze.
- Jegyezzük fel a lombik tömegét, a pentán-3-ol tömegét vagy, más belső standard használata esetén, annak a tömegét és végül a lombik teljes tartalmának végső tömegét.
- 5.14.3 C standardoldat
- Pipettával töltünk 1 ml A oldatot (5.14.1.) és 1 ml B oldatot (5.14.2.) egy 100 ml-es mérőlombikba, amelyben körülbelül 80 ml etanol-oldat van (5.13.), töltjük fel a jelig etanol-oldattal (5.13.), majd alaposan keverjük össze.
- Jegyezzük fel a lombik, az egyes hozzáadott komponensek és a teljes tartalom végső tömegét.
- 5.14.4 D standardoldat
- Az analitikai folyamatosság betartása céljából készítsünk minőség-ellenőrzési standardot (ME) az előzőleg elkészített A standardból (5.14.1.). Pipettával töltünk 1 ml A oldatot (5.14.1.) egy 100 ml-es mérőlombikba, amely körülbelül 80 ml etanol-oldatot (5.13.) tartalmaz, majd töltjük fel a lombikot a jelig etanol-oldattal (5.13.), és alaposan keverjük össze.
- Jegyezzük fel a lombik, az egyes hozzáadott komponensek és a teljes tartalom végső tömegét.
- 5.14.5 E standardoldat
- Pipettával töltünk 10 ml B oldatot (5.14.2.) egy 100 ml-es mérőlombikba, amelyben körülbelül 80 ml etanol-oldat van (5.13.), és etanol-oldattal (5.13.) töltjük fel a jelig az oldatot, majd alaposan keverjük össze.
- Jegyezzük fel a lombik, az egyes hozzáadott komponensek és a teljes tartalom végső tömegét.
- 5.14.6 A lángionizációs detektor (FID) jele linearitásának ellenőrzésére szolgáló standardoldatok
- Külön 100 ml-es mérőlombikokba, amelyek körülbelül 80 ml etanolt (5.13.) tartalmaznak, pipettával töltünk az A oldatból 0; 0,1; 0,5; 1,0; 2,0 ml A oldatot (5.14.1.) és 1 ml B oldatot (5.14.2.), majd etanol-oldattal (5.13.) töltjük fel a lombikot a jelig, és alaposan keverjük össze.
- Jegyezzük fel a lombik, az egyes hozzáadott komponensek, és a teljes tartalom végső tömegét.
- 5.14.7 Minőség-ellenőrzési (ME) standardoldat
- Pipettával töltünk 9 ml D standardoldatot (5.14.4.) és 1 ml E standardoldatot (5.14.5.) egy mérőedényben, és alaposan keverjük össze.
- Jegyezzük fel a lombik, az egyes hozzáadott komponensek és a teljes tartalom végső tömegét.

## 6. Készülékek és eszközök

- 6.1. A sűrűség és az alkoholtartalom mérésére alkalmas készülék
- 6.2. Analitikai mérleg, amely négy tizedesjegy pontosságig mér.
- 6.3. Hőmérséklet-programozóval ellátott gázkromatográf, amelyhez lángionizációs detektor, integrátor vagy egyéb adatfeldolgozórendszer csatlakozik, és mellyel mérhető a csúcsterületek, illetve a csúcsmagasságok.
- 6.4. Gázkromatográfias oszlopok, amelyekkel úgy választhatók szét a vizsgált anyagok, hogy legalább 1,3 legyen a minimális felbontás az egyes komponensek között (a 2-metil-bután-1-ol és 3-metil-bután-1-ol kivételével).

2. megjegyzés: A következő oszlopok és GC körülmények megfelelő példák:

1. 1 m hosszú, 0,32 mm belső átmérőjű retenciós oszlop, amely egy CP-WAX 57 CB oszlophoz kapcsolódik, amely 50 m hosszú, 0,32 mm belső átmérőjű és 0,2 µm filmvastagságú (stabilizált polietilén-glikol), majd ezt követi egy Carbowax 400-as oszlop, amely 50 m hosszú, 0,32 belső átmérőjű és 0,2 µm filmvastagságú. (Az oszlopok speciális „press-fit” csatlakozókkal vannak összekapcsolva.)

- |                           |   |
|---------------------------|---|
| Vivőgáz és nyomás:        | hélium (135 kPa)  |
| Az oszlop hőmérséklete:   | 35 °C 17 percig, 35–70 °C 12 °C/perc fűtési sebességgel és 70 °C 25 percen keresztül. |
| Az injektor hőmérséklete: | 150 °C  |
| A detektor hőmérséklete:  | 250 °C  |
| Az injektált térfogat:    | 1 µl, 20–100:1 arányú osztás  |
2. 1 m hosszú, 0,32 mm belső átmérőjű üres retenciós oszlop, amelyhez egy 50 m hosszú, 0,32 mm belső átmérőjű és 0,2 µm filmvastagságú CP-WAX 57 CB oszlop kapcsolódik (stabilizált polietilén-glikol). (Az oszlopok speciális „press-fit” csatlakozókkal vannak összekapcsolva.)
- |                           |  |
|---------------------------|--|
| Vivőgáz és nyomás:        | hélium (65 kPa)  |
| Az oszlop hőmérséklete:   | 35 °C 10 percig, 35–110 °C 5 °C/perc fűtési sebességgel, 110–190 °C, 30 °C/perc fűtési sebességgel, 190 °C 2 percen keresztül. |
| Az injektor hőmérséklete: | 260 °C   |
| Az detektor hőmérséklete: | 300 °C   |
| Az injektált térfogat:    | 1 µl, elosztva 55:1  |
3. Töltött oszlop (5 % CW 20M, Carbopak B) 2 m hosszú, 2 mm belső átmérőjű
- |                           |   |
|---------------------------|---|
| Az oszlop hőmérséklete:   | 65 °C 4 percig, 65–140 °C 10 °C/perc fűtési sebességgel, 140 °C 5 percen keresztül, 140–150 °C 5 °C/perc fűtési sebességgel, 150 °C 3 percen keresztül. |
| Az injektor hőmérséklete: | 65 °C   |
| Az detektor hőmérséklete: | 200 °C  |
| Az injektált térfogat:    | 1 µl  |

## 7. Mintavétel és minták

### 7.1. Laboratóriumi minta

A beérkezést követően minden egyes minta alkoholtartalmát meg kell mérni (6.1.).

## 8. Eljárás (validált módszer esetében)

### 8.1. Vizsgált mintarész

8.1.1. Mérjük le egy megfelelő, légmentesen záródó mérőedényt, és jegyezzük fel a tömegét.

8.1.2. Pipettával mérjük 9 ml laboratóriumi mintát az edénybe és jegyezzük fel a tömegét ( $M_{\text{minta}}$ ).

8.1.3. Adjunk hozzá 1 ml E standardoldatot (5.14.5.) és jegyezzük fel a tömegét ( $M_{\text{is}}$ ).

8.1.4. Rázzuk össze erőteljesen a vizsgálati anyagot (legalább 20 forgatással). A mintákat 5 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten kell tárolni az illóanyag veszteségek csökkentése céljából.

### 8.2. Vakpróba

8.2.1. Négy tizedes pontosságú mérlegen (6.2.), mérjük le egy megfelelően záródó mérőedényt és jegyezzük fel a tömegét.

8.2.2. Pipettával mérjük 9 ml 400 ml/l töménységű etanol-oldatot (5.13.) a mérőedénybe és jegyezzük fel a tömegét.

8.2.3. Adjunk hozzá 1 ml E standardoldatot (5.14.5.) és jegyezzük fel a tömeget.

8.2.4. Rázzuk össze erőteljesen a vizsgálandó anyagot (legalább 20 forgatással). A mintákat 5 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten kell tárolni az illóanyag veszteségek csökkentése céljából.

### 8.3. Előzetes vizsgálat

Injektáljunk a készülékbe C standardoldatot (5.14.3.) annak ellenőrzésére, hogy az összes vizsgált anyag minimum 1,3-as felbontással szétválik (kivéve a 2-metil-bután-1-ol-t és a 3-metil bután-1-ol-t).

## 8.4. Kalibrálás

A kalibrálást a következő eljárással kell ellenőrizni. A detektorjel linearitását belső standardot (BS) tartalmazó standardoldatokból (5.14.6) három párhuzamos injektálással ellenőrizzük. Az integrátor csúcsterületekből vagy csúcsmagasságokból mindegyik injektálásra számítsuk ki mindegyik rokon vegyületre az R hányadost, és ábrázoljuk azt a rokon vegyület és a belső standard (BS) koncentrációviszonyának függvényében. Lineáris görbét kell kapnunk, amelynek korrelációs koefficiense legalább 0,99.

$$R = \frac{\text{A rokonvegyület csúcsterülete vagy -magassága}}{\text{Az BS csúcsterülete vagy -magassága}}$$

$$C = \frac{\text{A rokonvegyület koncentrációja } (\mu\text{g/g})}{\text{Az BS koncentrációja } (\mu\text{g/g})}$$

## 8.5. Meghatározás

Injektáljunk a C standardoldatból (5.14.3.) és kétszer a minőség-ellenőrzési standardoldatból (5.14.7.). Ezt követően ismeretlen mintákkal folytassuk (melyeket a 8.1. és a 8.2. pontok szerint készítenek el), és iktassunk be 1 minőség-ellenőrzési standardoldatot minden 10. minta után az analitikai stabilitás ellenőrzésére. Injektáljunk C standardoldatot (5.14.3.) minden 5. minta után.

## 9. Számítások

Automatikus adatfeldolgozó rendszer használható, feltéve, hogy az adatok az alábbi módszerben leírt alapelveket felhasználva ellenőrizhetők.

Mérjük meg a rokonvegyület és a belső standard csúcsmagasságait vagy csúcsterületeit.

## 9.1. A detektor választényezőjének számítása

A C standardoldat (5.14.3.) kromatogramjából számítsa ki a választényezőt minden egyes rokonvegyületre az (1) egyenletet használva.

$$(1) \text{ Választényező} = \frac{\text{Az BS csúcsterülete vagy csúcsmagassága}}{\text{A rokonvegyület csúcsterülete vagy csúcsmagassága}} \times \frac{\text{A rokonvegyület koncentrációja } (\mu\text{g/g})}{\text{Az BS koncentrációja } (\mu\text{g/g})}$$

ahol:

BS = belső standard

rokonvegyület koncentrációja = a rokonvegyület koncentrációja a C oldatban (5.14.3.)

BS koncentrációja = a belső standard koncentrációja a C oldatban (5.14.3.).

## 9.1.2. A minták vizsgálata

Az alább megadott (2) egyenlettel számítjuk ki a mintákban lévő egyes rokonvegyületek koncentrációját.

(2) A rokonvegyület koncentrációja ( $\mu\text{g/g}$ ) =

$$\frac{\text{A rokonvegyület csúcsterülete vagy magassága}}{\text{Az BS csúcsterülete vagy magassága}} \times \frac{M_{\text{IS}} (\text{g})}{M_{\text{MINTA}} (\text{g})} \times \text{BS konc. } (\mu\text{g/g}) \times \text{RF}$$

ahol

$M_{\text{minta}}$  = a minta tömege (8.1.2.);

$M_{\text{BS}}$  = a belső standard tömege (8.1.3.);

BS konc. = a belső standard koncentrációja az E oldatban (5.14.5.);

RF = az (1) egyenletből kiszámított választényező.

## 9.1.3. A minőség-ellenőrzési standardoldat vizsgálata

Az alábbi (3) egyenletet használva számítsuk ki minden egyes rokonvegyület százalékos visszanyerését a minőség-ellenőrzési standardokban (5.14.7)

$$(3) \text{ Az ME minta visszanyerési százaléka} = \frac{\text{Az analizátum koncentrációja a ME standard oldatban}}{\text{Az analizátum koncentrációja a D oldatban}} \times 100$$

A vizsgált anyag koncentrációja a minőség-ellenőrzési standardoldatban a fenti (1) és (2) egyenletből számítható ki.

## 9.2 A végeredmények megadása

A minták eredményei a (4) egyenlet felhasználásával  $\mu\text{g}$  egységből a  $\text{g}/100$  liter abszolút alkohol egységre számítsuk át:

(4) Concentration in g per 100 literes absolute alcohol =

$$\text{Conc (}\mu\text{g/g)} \times \rho \times 10 / (\text{strength (\% vol)} \times 1\,000)$$

ahol  $\rho$  = a sűrűség  $\text{kg}/\text{m}^3$ -ben

Az eredményeket háromértékes számjegyig és maximum egy tizedes jegyre adjuk meg, pl. 11,4  $\text{g}/100$  l abszolút alkohol.

10. **Minőségbiztosítás és minőségellenőrzés (validált módszerhez használt)**

A fent megadott (2) egyenlet felhasználásával számítsa ki az egyes rokonvegyületek koncentrációját a minőség-ellenőrzési standardoldatokban, amelyeket a 8.1.1–8.1.4. pontokban leírt eljárás alapján kell elkészíteni. A (3) egyenlettel számítsa ki a százalékos visszanyerést. Ha a gyakorlati értékek az összes rokonvegyületnél maximum  $\pm 10\%$ -kal térnek el az elméleti értékektől, a vizsgálat elfogadható. Ha az eltérés nagyobb, a pontatlanság okát ki kell deríteni és megfelelő, hibajavító intézkedést kell tenni.

11. **A módszer teljesítőképességi jellemzői (pontosság)**

A körvizsgálatok statisztikai eredményei: a következő táblázatokban az alábbi vegyületek vizsgálati értékeit adjuk meg: etanal, etil-acetát, acetál, abszolút etanal, metanol, bután-2-ol, propán-1-ol, bután-1-ol, 2-metilpropán-1-ol, 2-metilbután-1-ol, 3-metilbután-1-ol.

A következő adatokat egy olyan nemzetközi módszertani körvizsgálatból származnak, amelyet nemzetközileg egyeztetett eljárások szerint végeztek.

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag:	etanal

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	28	26	27	27	28
A kiesők (laboratóriumok) száma	2	4	3	3	2
Elfogadott eredmények száma	56	52	54	54	56
Átlagérték (x) $\mu\text{g}/\text{g}$	63,4	71,67	130,4	38,4 13,8 (*)	28,6 52,2 (*)
Az ismételhetség szórása ( $S_x$ ) $\mu\text{g}/\text{g}$	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Az ismételhetség relatív szórása ( $\text{RSD}_x$ ) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Az ismételhetségi határ ( $r$ ) $\mu\text{g}/\text{g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
A reprodukálhatóság szórása ( $S_R$ ) $\mu\text{g}/\text{g}$	12	14	22	6,8	8,9
A reprodukálhatóság relatív szórása ( $\text{RSD}_R$ ) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Reprodukálhatósági határ ( $r$ ) $\mu\text{g}/\text{g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

Minták típusa:

A borpárlat: rejtett párhuzamosok

B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok

C grappa: rejtett párhuzamosok

D whisky: osztott szintek (\*)

E rum: osztott szintek (\*)

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag:	etil-acetát

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	24	24	25	24	24
A kiesők (laboratóriumok) száma	2	2	1	2	2
Elfogadott eredmények száma	48	48	50	48	48
Átlagérték (x) µg/g	96,8	1 046	120,3	112,5	99,1
				91,8 (*)	117,0 (*)
Az ismételhetőség szórása (S <sub>r</sub> ) µg/g	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD <sub>r</sub> ) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Az ismételhetőségi határ (r) µg/g	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) µg/g	6,4	79	8,2	6,2	7,1
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok  
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok  
 C grappa: rejtett párhuzamosok  
 D whisky: osztott szintek (\*)  
 E rum: osztott szintek (\*)

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	acetál

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	20	21	22	17	21
A kiesők (laboratóriumok) száma	4	3	2	4	3
Elfogadott eredmények száma	40	42	44	34	42
Átlagérték (x) µg/g	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60 (*)	28,3 (*)
Az ismételhetőség szórása (S <sub>r</sub> ) µg/g	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Az ismételhetőségi határ (r) µg/g	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) µg/g	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok  
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok  
 C grappa: rejtett párhuzamosok  
 D whisky: osztott szintek (\*)  
 E rum: osztott szintek (\*)

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag:	összes etanal

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	23	19	22	21	22
A kiesők (laboratóriumok) száma	1	5	2	3	2
Elfogadott eredmények száma	46	38	44	42	44
Átlagérték (x) µg/g	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8 (*)	61,8 (*)
Az ismételhetőség szórása (S <sub>i</sub> ) µg/g	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD <sub>i</sub> ) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Az ismételhetőségi határ (r) µg/g	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) µg/g	13	15	24,1	7,3	9,0
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok  
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok  
 C grappa: rejtett párhuzamosok  
 D whisky: osztott szintek (\*)  
 E rum: osztott szintek (\*)

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	metanol

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	26	27	27	28	25
A kiesők (laboratóriumok) száma	4	3	3	1	4
Elfogadott eredmények száma	52	54	54	56	50
Átlagérték (x) µg/g	319,8	2245	1326	83,0	18,6
				61,5*	28,9*
Az ismételhetőség szórása (S <sub>i</sub> ) µg/g	4,4	27	22	1,5	1,3
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD <sub>i</sub> ) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Az ismételhetőségi határ (r) µg/g	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) µg/g	13	99	60	4,5	2,8
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok  
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok  
 C grappa: rejtett párhuzamosok  
 D whisky: osztott szintek \*  
 E rum: osztott szintek \*



A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	4
Vizsgált anyag:	bután-2-ol

Minták	A	B	C	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	21	27	29	22
A kiesők (laboratóriumok) száma	4	3	1	3
Elfogadott eredmények száma	42	54	58	44
Átlagérték (x) µg/g	5,88	250,2	27,57	5,83 14,12 (*)
Az ismételtetés szórása (S <sub>p</sub> ) µg/g	0,40	2,2	0,87	0,64
Az ismételtetés relatív szórása (RSD <sub>p</sub> ) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Az ismételtetés határ (r) µg/g	1,1	6,1	2,5	1,8
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) µg/g	0,89	13	3,2	0,87
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	2,5	35,5	8,9	2,4

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok  
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok  
 C grappa: rejtett párhuzamosok  
 E rum: osztott szintek (\*)

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	propán-1-ol

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	29	27	27	29	29
A kiesők (laboratóriumok) száma	2	4	3	2	2
Elfogadott eredmények száma	58	54	54	58	58
Átlagérték (x) µg/g	86,4	3541	159,1	272,1 229,3 (*)	177,1 222,1 (*)
Az ismételtetés szórása (S <sub>p</sub> ) µg/g	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Az ismételtetés relatív szórása (RSD <sub>p</sub> ) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Az ismételtetés határ (r) µg/g	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) µg/g	5,3	150	6,5	9,0	8,1
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok  
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok  
 C grappa: rejtett párhuzamosok  
 D whisky: osztott szintek (\*)  
 E rum: osztott szintek (\*)

A körvizsgálatok éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	propán-1-ol

Minták	A	B	C
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	20	22	22
A kiesők (laboratóriumok) száma	4	4	6
Elfogadott eredmények száma	40	44	44
Átlagérték (x) µg/g	3,79	5,57	7,54
Az ismételhetőség szórása (S <sub>i</sub> ) µg/g	0,43	0,20	0,43
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD <sub>i</sub> ) (%)	11,2	3,6	5,6
Az ismételhetőségi határ (r) µg/g	1,1	0,6	1,2
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) µg/g	0,59	0,55	0,82
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	15,7	9,8	10,8
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	1,7	1,5	2,3

Minták típusa:

A borpárlat: rejtett párhuzamosok

B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok

C grappa: rejtett párhuzamosok (\*)

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	2-metil-propán-1-ol

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	28	31	30	26	25
A kiesők (laboratóriumok) száma	3	0	1	5	6
Elfogadott eredmények száma	56	62	60	52	50
Átlagérték (x) µg/g	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8 (*)	133,87 (*)
Az ismételhetőség szórása (S <sub>i</sub> ) µg/g	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD <sub>i</sub> ) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Az ismételhetőségi határ (r) µg/g	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) µg/g	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

Minták típusa:

A borpárlat: rejtett párhuzamosok

B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok

C grappa: rejtett párhuzamosok

D whisky: osztott szintek (\*)

E rum: osztott szintek (\*)

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	2-metil-bután-1-ol

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	25	26	25	27	25
A kiesők (laboratóriumok) száma	3	2	3	1	2
Elfogadott eredmények száma	50	52	50	54	50
Átlagérték (x) µg/g	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2 (*)	61,5 (*)
Az ismételhetőség szórása (S <sub>v</sub> ) µg/g	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD <sub>v</sub> ) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Az ismételhetőségi határ (r) µg/g	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) µg/g	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok  
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok  
 C grappa: rejtett párhuzamosok  
 D whisky: osztott szintek (\*)  
 E rum: osztott szintek (\*)

A körvizsgálat éve:	1997
A laboratóriumok száma:	32
A minták száma:	5
Vizsgált anyag	3-metil-bután-1-ol

Minták	A	B	C	D	E
Laboratóriumok száma a kiesők nélkül	23	23	24	27	21
A kiesők (laboratóriumok) száma	5	5	4	1	6
Elfogadott eredmények száma	46	46	48	54	42
Átlagérték (x) µg/g	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4 (*)	245,6 (*)
Az ismételhetőség szórása (S <sub>v</sub> ) µg/g	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Az ismételhetőség relatív szórása (RSD <sub>v</sub> ) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Az ismételhetőségi határ (r) µg/g	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
A reprodukálhatóság szórása (S <sub>R</sub> ) µg/g	29,8	13	21	8,5	6,7
A reprodukálhatóság relatív szórása (RSD <sub>R</sub> ) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Reprodukálhatósági határ (r) µg/g	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

Minták típusa:

- A borpárlat: rejtett párhuzamosok  
 B cseresznyepálinka: rejtett párhuzamosok  
 C grappa: rejtett párhuzamosok  
 D whisky: osztott szintek (\*)  
 E rum: osztott szintek (\*)