

32000R2870

L 333/20

EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS

29.12.2000.

**KOMISIJAS REGULA (EK) Nr. 2870/2000****(2000. gada 19. decembris),****ar ko nosaka Kopienas etalonmetodes alkoholisko dzērienu analīzei**

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

IR PIEŅĒMUSI ŠO REGULU.

ņemot vērā Eiropas Kopienas dibināšanas līgumu,

ņemot vērā Padomes 1989. gada 29. maija Regulu (EEK) Nr. 1576/89 par vispārīgajiem noteikumiem alkoholisko dzērienu definīcijai, aprakstam un noformējumam<sup>(1)</sup>, kura grozīta ar Austrijas, Somijas un Zviedrijas Pievienošanās aktu, un jo īpaši tās 4. panta 8. punktu,

tā kā:

- (1) Regulas (EEK) Nr. 1576/89 4. panta 8. punktā ir paredzēts pieņemt metodes, kas izmantojamas, analizējot alkoholiskos dzērienus. Analīzes etalonmetodes vajadzētu izmantot, lai, veicot jebkādu oficiālu pārbaudi, vai gadījumā, ja radušās domstarpības, nodrošinātu atbilstību Regulai (EEK) Nr. 1576/89 un Komisijas 1990. gada 24. aprīļa Regulai (EEK) Nr. 1014/90, ar ko noteiktas sīki izstrādātas īstenošanas normas alkoholisko dzērienu definīcijai, aprakstam un noformējumam<sup>(2)</sup>, kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Regulu (EK) Nr. 2140/98<sup>(3)</sup>.
- (2) Ciktāl iespējams, būtu lietderīgi kā Kopienas analīzes etalonmetodes pieņemt un aprakstīt vispārēji atzītas metodes.
- (3) Lai ņemtu vērā jaunākās zinātnes atziņas un atšķirības oficiālo laboratoriju aprīkojumā, tādu metožu izmantošana, kas balstās uz tādiem mērījumu principiem, kas nav šā dokumenta pielikumā aprakstītās analīzes etalonmetodes, būtu jāatļauj, par to atbildot laboratorijas vadītājam, ja šādas metodes sniedz adekvātas garantijas attiecībā uz rezultātiem un jo īpaši atbilst tādiem kritērijiem, kas noteikti pielikumā Padomes 1985. gada 20. decembra Direktīvai 85/591/EEK par kopienas metožu ieviešanu attiecībā uz paraugu ņemšanu un analīzi cilvēku uzturā lietojamo pārtikas produktu kontrolei<sup>(4)</sup>, un ja var parādīt, ka iegūto rezultātu svārstības attiecībā uz to precizitāti, pašatkārtojamību un citatkārtojamību atrodas tādu rezultātu robežās, ko iegūst, izmantojot šajā regulā aprakstītās analīzes etalonmetodes. Ja ir izpildīts šis nosacījums, citu metožu izmantošana būtu jāatļauj. Tomēr ir svarīgi norādīt uz to, ka domstarpību gadījumā analīzes etalonmetodes nevar tikt aizstātas ar citām metodēm.
- (4) Šajā regulā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Alkoholisko dzērienu aprites komitejas atzinumu,

**1. pants**

Kopienas etalonmetodes alkoholisko dzērienu analīzei atbilstīgi Regulas (EEK) Nr. 1576/89 un Regulas (EEK) Nr. 1014/90 noteikumiem:

— veicot jebkādu oficiālu pārbaudi, vai

— gadījumā, ja radušās domstarpības,

ir šīs regulas pielikumā izklāstītās metodes.

**2. pants**

Atkāpjoties no 1. panta pirmajā ievilkumā noteiktajām prasībām, būtu jāatļauj, par to atbildot laboratorijas vadītājam, izmantot arī citas analīzes metodes, ar nosacījumu, ka šo metožu precizitāte un ticamība (to pašatkārtojamība un citatkārtojamība) ir vismaz ekvivalenta tādai precizitātei un ticamībai, kāda piemīt attiecīgajām analīzes etalonmetodēm, kas sniegtas šīs regulas pielikumā.

**3. pants**

Gadījumā, kad nav pieņemtas Kopienas analīzes etalonmetodes kādā konkrētā alkoholiskajā dzērienā ietilpstošo vielu atklāšanai un to daudzuma noteikšanai, izmanto šādas metodes:

- a) tādas analīzes metodes, kas ir apstiprinātas par starptautiski atzītām procedūrām un konkrēti atbilst tiem kritērijiem, kas noteikti Direktīvas 85/591/EEK pielikumā;
- b) tādas analīzes metodes, kas atbilst standartiem, ko ieteikusi Starptautiskā standartizācijas organizācija (ISO);
- c) tādas analīzes metodes, ko atzinusi Starptautiskā vīna dārzu un vīnu biroja (SVB) Ģenerālā asambleja un ko šis birojs ir publicējis;
- d) gadījumā, ja nav tādu metožu, kā norādīts a), b) vai c) punktā, tad, ievērojot apsvērumus attiecībā uz tālāk minētās konkrētās metodes precizitāti, pašatkārtojamību un citatkārtojamību, izmanto:

— kādu dalībvalsts apstiprinātu analīzes metodi,

— vajadzības gadījumā – jebkuru citu piemērotu analīzes metodi.

<sup>(1)</sup> OV L 160, 12.6.1989., 1. lpp.<sup>(2)</sup> OV L 105, 25.4.1990., 9. lpp.<sup>(3)</sup> OV L 270, 7.10.1998., 9. lpp.<sup>(4)</sup> OV L 372, 31.12.1985., 50. lpp.

## 4. pants

Šajā regulā:

- a) "pašatkārtojamības robeža": ir tāda vērtība, par kuru mazākas vai ar kuru vienādas vērtības gadījumā absolūto starpību starp diviem testa rezultātiem, kas iegūti pašatkārtojamības apstākļos (tas pats laborants, tā pati iekārta, tā pati laboratorija un īss starplaiks), var sagaidīt ar varbūtību 95 % {ISO 3534-1};
- b) "citatkārtojamības robeža": ir tāda vērtība, par kuru mazākas vai ar kuru vienādas vērtības gadījumā absolūto starpību starp diviem testa rezultātiem, kas iegūti citatkārtojamības apstākļos (dažādi laboranti, dažādas iekārtas un dažādas laboratorijas), var sagaidīt ar varbūtību 95 % {ISO 3534-1};

- c) "precizitāte": ir precizitātes pakāpe, kādā testa rezultāts saskan ar apstiprināto atsauces vērtību {ISO 3534-1}.

## 5. pants

Šī regula stājas spēkā septītajā dienā pēc tās publicēšanas *Eiropas Kopienu Oficiālajā Vēstnesī*.

To piemēro no 2001. gada 1. janvāra.

Šī regula uzliek saistības kopumā un ir tieši piemērojama visās dalībvalstīs.

Briselē, 2000. gada 19. decembrī

Komisijas vārdā —  
Komisijas loceklis  
Franz FISCHLER

## PIELIKUMS

## ANAL ZES ETALONMETOŽU APRAKSTS

- I Spirta tilpumkoncentrācijas noteikšana
    - I papildinājums Destilāta sagatavošana
    - II papildinājums Destilāta blīvuma mērīšana
      - Metode "A" = piknometrija
      - Metode "B" = elektroniskā densimetrija
      - Metode "C" = hidrostatiskā svēršana
  - II Kopējā sausā ekstrakta noteikšana ar gravimetrijas palīdzību
  - III Gaistošo vielu un metanola noteikšana
    - III.1. Vispārīgie norādījumi
    - III.2. Radniecīgas gaistošās vielas: aldehīdi, augstākie spirti, etilacetāts un metanols (gāzu hromatogrāfija)
    - III.3. Gaistošo skābju saturs (p.m.)
  - IV Zilskābe (p.m.)
  - V Anetols (p.m.)
  - VI Glicirizīnskābe (p.m.)
  - VII Halkons (p.m.)
  - VIII Kopējie cukuri (p.m.)
  - IX Olas dzeltenums (p.m.)
-

## I SPIRTA TILPUMKONCENTRĀCIJAS NOTEIKŠANA ALKOHOLISKAJOS DZĒRIENOS

### Ievads

Analīzes etalonmetode ietver sevī divus papildinājumus:

I papildinājums: Destilāta sagatavošana

II papildinājums: Destilāta blīvuma mērīšana

#### 1. Joma

Šī metode ir piemērota, lai noteiktu faktisko spirta tilpumkoncentrāciju alkoholiskajos dzērienos.

#### 2. Normatīvs atsauces

ISO 3696:1987: Ūdens laboratorijas analīzēm – Specifikācijas un testu metodes.

#### 3. Termins un definīcijas

##### 3.1. Standarta temperatūra:

Standarta temperatūra, kurā nosaka alkoholisko dzērienu spirta tilpumkoncentrāciju, blīvumu un īpatnējo masu, ir 20 °C.

1. piezīme: Formulējums “°C grādu temperatūrā” tiek rezervēts visa veida (blīvuma vai spirta tilpumkoncentrācijas) noteikšanai, kas izteikta kādā temperatūrā, kura nav standarta temperatūra 20 °C grādi.

##### 3.2. Blīvums:

Blīvums ir alkoholisko dzērienu masa uz tilpuma vienību vakuumā 20 °C temperatūrā. To izsaka kilogramos uz kubikmetru un apzīmē ar simbolu  $\rho_{20\text{ °C}}$  vai  $\rho_{20}$ .

##### 3.3. Īpatnējā masa:

Īpatnējā masa ir decimālskaitļa veidā izteikta attiecība starp alkoholisko dzērienu blīvumu 20 °C temperatūrā pret ūdens blīvumu tādā pat temperatūrā. To apzīmē ar simbolu  $d_{20\text{ °C}/20\text{ °C}}$  vai  $d_{20/20}$ , vai vienkārši  $d$ , ja tas nevar izraisīt neskaidrības. Pārbaudes sertifikātā jānorāda uz izmēritajiem raksturlielumiem, izmantojot vienīgi iepriekš definētos simbolus.

2. piezīme: Īpatnējo masu var iegūt no blīvuma  $\rho_{20}$ , kāds ir 20 °C temperatūrā:

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

kur 998,203 ir ūdens blīvums 20°C temperatūrā.

##### 3.4. Faktiskā spirta tilpumkoncentrācija:

Faktiskā spirta tilpumkoncentrācija alkoholiskajos dzērienos atbilst etilsirta litru daudzumam, kādu satur 100 l ūdens un spirta maisījuma ar tādu pat blīvumu, kāds piemīt alkoholam vai spirtam pēc destilācijas. Par standarta lielumiem, kas izsaka spirta tilpumkoncentrāciju (% tilp.) 20 °C temperatūrā dažādos ūdens un spirta maisījumos attiecībā pret to blīvumu 20 °C temperatūrā, lietojami tie lielumi, kas sniegti starptautiskajā tabulā, ko Starptautiskā reglamentētās metroloģijas organizācija ir pieņēmusi savā ieteikumā Nr. 22.

Vispārējā formula attiecībā uz ūdens un spirta maisījuma spirta tilpumkoncentrāciju un blīvumu kādā noteiktā temperatūrā ir dota 40. lappusē Komisijas Regulas (EEK) Nr. 2676/90 pielikuma 3. sadaļā “Spirta tilpumkoncentrācija” (OV L 272, 3.10.1990., 1. lpp.) vai Starptautiskā vīna dārzu un vīnu biroja analīzes metožu 1994. gada rokasgrāmatā (17. lpp.).

3. piezīme: Attiecībā uz liķieriem un krēmiem, kam ir ļoti grūti precīzi izmērīt tilpumu, paraugs jānosver, un vispirms tiek noteikta spirta masas koncentrācija.

Pārrēķina formula:

$$\text{Spirta koncentrācija (\% tilp.)} = \frac{\text{ASM (\% mass)} \times P_{20}(\text{sample})}{P_{20}(\text{alcohol})}$$

kur ASM = spirta masas koncentrācija,

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

#### 4. Princips

Pēc destilācijas pabeigšanas spirta tilpumkoncentrāciju destilātā nosaka, pielietojot piknometriju, elektronisko densimetriju vai hidrostatisko svēršanu.

## I PAPILDINĀJUMS: DESTILĀTA SAGATAVOŠANA

1. **Joma**

Šī metode ir piemērota, lai sagatavotu destilātu, kas lietojams faktiskās spirta tilpumkoncentrācijas noteikšanai alkoholiskajos dzērienos.

2. **Princips**

Spirtus destilē nolūkā atdalīt etilspirtu un citus viegli gaistošus savienojumus no nedestilējamām ekstraktvielām (vielām, kuras nepārtvaicējas).

3. **Rea enti un materi li**

3.1. Viršanas ķermenīšu granulas.

3.2. Koncentrēta emulsija putu novēršanai (krēma liķieriem).

4. **Iek rtas un apr kojums**

Parastās laboratorijas iekārtas un jo īpaši šādas:

4.1. Ūdens vanna, kurā var uzturēt temperatūru no 10 °C līdz 15 °C.

Ūdens vanna, kurā var uzturēt temperatūru 20 °C ( $\pm$  0,2 °C).

4.2. "A" klases 100 ml un 200 ml tilpuma mērkolbas, kas sertificētas attiecībā uz precizitāti līdz 0,1 % un, attiecīgi, 0,15 %.

4.3. Destilācijas iekārta:

4.3.1. Vispārīgas prasības.

Destilācijas iekārtai jāatbilst šādām prasībām:

— savienojumu skaits nedrīkst pārsniegt mazāko daudzumu, kāds obligāti vajadzīgs, lai nodrošinātu sistēmas hermētiskumu,

— iekļaujama ierīce, kas paredzēta, lai novērstu putošanos (tvaikiem uztverot verdošo šķidrumu) un neregulētu pārtvaices līmeni augsta spirta satura tvaikiem,

— strauja un pilnīga spirta tvaiku kondensācija,

— pirmo destilāta frakciju savākšana ūdens vidē. Siltuma avots jālieto ar piemērotu siltuma difuzoru, lai novērstu jebkādu aizdegšanos, kurā varētu tikt iesaistītas nedestilējamās ekstraktvielas.

4.3.2. Piemērotas destilācijas iekārtas paraugs parādīts 1. zīmējumā, un tā sastāv no šādām daļām:

— apaļkolba, 1 litra tilpuma, ar standartizētu pieslīpētu stikla savienojumu,

— rektifikācijas kolonna, vismaz 20 cm augsta (piemēram, Vigrē kolonna),

— līkuma savienotājcaurule ar apmēram 10 cm garu taisnmalu dzesētāju (Vesta dzesētājs), kas uzkārtots stateniski,

— dzesēšanas spirāle, 40 cm gara,

— stobriņš ar nosmailinātu galu, kurš aizvada destilātu uz uztvērēju mērkolbu, kurā atrodas neliels daudzums ūdens.

Piezīme: Iepriekš aprakstītā iekārta ir paredzēta vismaz 200 ml lielam paraugam. Tomēr var destilēt arī mazāka apjoma paraugu (100 ml), lietojot mazāku destilācijas kolbu, ar noteikumu, ka lieto šļakatu uzdevumu vai kādu citu ietaisi, lai novērstu satura zudumu.

5. **Analiz jamo paraugu glab šana**

Paraugus pirms analīzes veikšanai glabā istabas temperatūrā.

6. **Proced ra**

Iepriekšēja piezīme:

Destilāciju var veikt arī ar metodi, ko 1968. gadā publicējusi Starptautiskā teorētiskās un praktiskās ķīmijas apvienība.

6.1. Destilācijas iekārtas verificēšana.

Iekārtai jāatbilst šādiem kritērijiem:

Destilējot 200 ml ūdens un spirta šķīduma ar zināmu koncentrāciju tuvu 50 % tilp., nedrīkst rasties spirta zudumi, kas pārsniedz 0,1 % tilp.

- 6.2. Alkoholiskie dzērieni, kuru spirta tilpumkoncentrācija ir mazāka par 50 % tilp.
- Iemēra 200 ml alkohola mērkolbā.
- Reģistrē šā šķidruma temperatūru vai uztur to standarta temperatūrā (20 °C).
- Iepilda paraugu destilācijas iekārtas apaļkolbā un izskalo mērkolbu ar trim alikvotu porcijām, katrai no tām sastāvot no apmēram 20 ml destilēta ūdens. Pievieno visas skalojamā ūdens alikvotu porcijas destilācijas kolbas saturam.
- Piezīme: Šis 60 ml atšķaidījums ir pietiekams alkoholam, kas satur mazāk nekā 250 g sausā ekstrakta uz litru. Pārējos gadījumos, lai novērstu pirolīzi, skalojamā ūdens tilpumam jābūt vismaz 70 ml, ja sausā ekstrakta koncentrācija ir 300 g/l, 85 ml – attiecībā uz 400 g/l sausā ekstrakta un 100 ml – attiecībā uz 500 g/l sausā ekstrakta (dažiem augļu liķieriem vai krēmiem). Koriģē šos tilpumus proporcionāli atšķirīgo paraugu tilpumiem.
- Pievieno dažas viršanas ķermenīšu granulas (3.1. punkts) (un krēma liķieriem - emulsiju putu novēršanai).
- Iepilda 20 ml destilēta ūdens oriģinālā 200 ml tilpuma mērkolbā, kurā atradīsies destilāts. Pēc tam šī kolba jāievieto auksta ūdens vannā (4.1. punkts) (10 līdz 15 °C temperatūrā – alkoholiskajiem dzērieniem, kas aromatizēti ar anīsu).
- Destilēšanu, izvairoties no šķidruma uztveršanas ar tvaikiem un pārdedzināšanas, ik pa laikam sakratot kolbas saturu, veic tik ilgi, līdz destilāta līmenis atrodas dažus milimetrus zemāk par mērkolbas kalibra atzīmi.
- Pēc tam, kad šā destilāta temperatūra ir tikusi pazemināta līdz šķidruma sākotnējai temperatūrai 0,5 °C ietvaros, to papildina līdz atzīmei ar destilētu ūdeni un kārtīgi samaisa.
- Šo destilātu lieto spirta tilpumkoncentrācijas noteikšanai (II papildinājums).
- 6.3. Alkoholiskie dzērieni, kuru spirta tilpumkoncentrācija pārsniedz 50 % tilp.
- Iemēra 100 ml alkoholiskā dzēriena 100 ml tilpuma mērkolbā un iepilda destilācijas iekārtas apaļkolbā.
- Izskalo mērkolbu vairākas reizes ar destilētu ūdeni un saskalas pievieno destilācijas apaļkolbas saturam. Lieto tik daudz ūdens, lai kolbas saturs sasniegtu apmēram 230 ml.
- Iepilda 20 ml destilēta ūdens 200 ml tilpuma mērkolbā, kurā atradīsies destilāts. Pēc tam šī kolba jāievieto auksta ūdens vannā (4.1. punkts) (10 līdz 15 °C temperatūrā – alkoholiskajiem dzērieniem, kas aromatizēti ar anīsu).
- Destilēšanu, ik pa laikam sakratot kolbas saturu, veic tik ilgi, līdz destilāta līmenis atrodas dažus milimetrus zemāk par 200 ml tilpuma mērkolbas kalibra atzīmi.
- Pēc tam, kad šā destilāta temperatūra ir tikusi pazemināta līdz šķidruma sākotnējai temperatūrai 0,5 °C ietvaros, to papildina līdz atzīmei ar destilētu ūdeni un kārtīgi samaisa.
- Šo destilātu lieto spirta tilpumkoncentrācijas noteikšanai (II papildinājums).
- Piezīme: Alkoholiskā dzēriena spirta tilpumkoncentrācija ir divreiz lielāka par destilāta spirta tilpumkoncentrāciju.

## II PAPILDINĀJUMS: DESTILĀTA BLĪVUMA MĒRĪŠANA

**A METODE: FAKTISK S SPIRTA TILPUMKONCENTR CIJAS NOTEIKŠANA ALKOHOLISKAJOS  
DZ RIENOS – PIKNOMETRIJAS M R JUMI****A.1. Princips**

Spirta tilpumkoncentrāciju iegūst no destilāta blīvuma, kas noteikts, pielietojot piknometriju.

**A.2. Rea enti un materi li**

Veicot analīzi, ja vien nav noteikts citādi, pielieto vienīgi atzītas analītiskas kvalitātes reaģentus un ūdeni, kam piemīt vismaz 3. tīrības pakāpe, kā noteikts ISO 3696:1987.

**A.2.1. Nātrija hlorīda šķīdums (2 % m/V).**

Lai sagatavotu 1 litru, iesver 20 g nātrija hlorīda un izšķīdina līdz 1 litram, izmantojot ūdeni.

**A.3. Iek rtas un apr kojums**

Parastās laboratorijas iekārtas un jo īpaši šādas:

**A.3.1. Analītiskie svāri, ar kuriem iespējams veikt nolasījumu 0,1 mg.****A.3.2. Termometrs ar pieslīpēta stikla savienojumu, kalibrēts grāda desmitdaļās no 10 līdz 30 °C. Šim termometram jābūt sertificētam vai pārbaudītam, salīdzinot ar sertificētu termometru.****A.3.3. Pyrex stikla piknometrs ar apmēram 100 ml ietilpību, kas aprīkots ar noņemamu pieslīpēta stikla termometru (A.3.2.). Piknometram ir nozarojuma caurule ar garumu 25 mm un iekšējo diametru 1 mm (maksimāli), kas beidzas ar konisku pieslīpēta stikla savienojumu. Attiecīgā gadījumā var lietot arī cita veida piknometrus, kas aprakstīti ISO 3507, piem., 50 ml tilpuma piknometrus.****A.3.4. Taras pudele ar tādu pat ārējo apjomu (līdz 1 ml) kā piknometram un ar tādu masu, kāda piemīt piknometram, kas pildīts ar šķidrumu, kura blīvums ir 1,01 (nātrija hlorīda šķīdums A.2.1.).****A.3.5. Termiski izolēts apvalks, kurš precīzi piekļaujas piknometra korpusam.**

1. piezīme: Lietojot metodi alkoholisko dzērienu blīvuma noteikšanai vakuumā, jāizmanto divkausu svāri, piknometrs un taras pudele ar tādu pat ārējo apjomu, lai jebkurā brīdī novērstu sekas, kādas izraisa gaisa pūslīšu peldspēja. Šo vienkāršo metodi var lietot, izmantojot vienkausa svarus, ar noteikumu, ka atkārtoti tiek nosvērta taras pudele, lai procesa gaitā kontrolētu gaisa pūslīšu peldspējas izmaiņas.

**A.4. Proced ra**

Iepriekšējās piezīmes:

Šajā procedūrā ir aprakstīta 100 ml tilpuma piknometra lietošana spirta koncentrācijas noteikšanai; tai piemīt vislielākā precizitāte. Tomēr ir iespējams lietot arī kādu mazāku piknometru, piemēram, 50 ml piknometru.

**A.4.1. Piknometra kalibrēšana.**

Piknometrs tiek kalibrēts, nosakot šādus parametrus:

- tukša piknometra tara,
- piknometra tilpums 20 °C temperatūrā,
- ar ūdeni uzpildīta piknometra masa 20 °C temperatūrā.

**A.4.1.1. Kalibrēšana, izmantojot vienkausa svarus.**

Tiek noteikta:

- tīra, sausa piknometra masa (P),
- ar ūdeni uzpildīta piknometra masa t°C temperatūrā (P1),
- taras pudeles masa (T0).

**A.4.1.1.1. Nosver tīru, sausu piknometru (P).**

A.4.1.1.2. Rūpīgi uzpilda piknometru ar destilētu ūdeni istabas temperatūrā un iestāda termometru.

Rūpīgi nosusina piknometru, to noslaukot, un ievieto termiski izolētajā apvalkā. Sakrata trauku, apgriežot to otrādi, līdz termometra temperatūras rādītāju nolasījumi kļuvuši konstanti.

Iestāda piknometru vienā līmenī ar nozarojuma caurules augšējo malu. Rūpīgi nolasa temperatūru  $t\text{ }^{\circ}\text{C}$  un vajadzības gadījumā koriģē visas neprecizitātes temperatūras skalā.

Nosver ar ūdeni uzpildīto piknometru (P1).

A.4.1.1.3. Nosver taras pudeli (T0).

A.4.1.1.4. Aprēķināšana.

— Tukšā piknometra tara = P - m

kur m ir gaisa masa piknometrā.

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

2. piezīme: 0,0012 ir sausa gaisa blīvums  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  temperatūrā 760 mm Hg spiedienā

— Piknometra tilpums  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  temperatūrā:

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

kur  $F_t$  ir temperatūras  $t\text{ }^{\circ}\text{C}$  koeficients, ko sniedz I tabula Komisijas Regulas (EEK) Nr. 2676/90 pielikuma 1. sadaļā "Blīvums un īpatnējā masa" (10. lpp.).

$V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}}$  jābūt zināmam ar precizitāti līdz 0,001 ml.

— Ūdens masa piknometrā  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  temperatūrā:

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

kur 0,998203 ir ūdens blīvums  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  temperatūrā.

3. piezīme: Vajadzības gadījumā var lietot lielumu 0,99715, ar ko izteikts blīvums gaisā, un aprēķināt spirta koncentrāciju, atsaucoties uz atbilstīgiem datiem, kurus sniedz "HM Muitas un akcīzes tabulas blīvumam gaisā".

A.4.1.2. Kalibrēšana, izmantojot divkausu svarus.

A.4.1.2.1. Novieto taras pudeli svaru kreisajā kausā un tīro, sauso piknometru ar tā uztvērēju aizbāzni – labajā kausā. Līdzsvaro tos, liekot atsvarus piknometra pusē: p grami.

A.4.1.2.2. Rūpīgi uzpilda piknometru ar destilētu ūdeni istabas temperatūrā un iestāda termometru; rūpīgi nosusina piknometru, to noslaukot, un ievieto termiski izolētajā apvalkā; sakrata trauku, apgriežot to otrādi, līdz termometra temperatūras rādītāju nolasījumi kļuvuši konstanti.

Precīzi pielāgo līmeni līdz ar nozarojuma caurules augšējo malu. Notīra nozarojuma cauruli, iestāda uztvērēju aizbāzni; rūpīgi nolasa temperatūru  $t\text{ }^{\circ}\text{C}$  un vajadzības gadījumā koriģē visas neprecizitātes temperatūras skalā.

Nosver ar ūdeni uzpildīto piknometru, pie kam p' masa gramos veido līdzsvaru.

A.4.1.2.3. Aprēķināšana.

— Tukšā piknometra tara = p + m

kur m ir gaisa masa piknometrā.

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

— Piknometra tilpums  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  temperatūrā:

$$V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = (p + m - p') \times F_t, 1$$

kur  $F_t$  ir temperatūras  $t\text{ }^{\circ}\text{C}$  koeficients, ko sniedz I tabula Regulas (EEK) Nr. 2676/90 pielikuma 1. sadaļā "Blīvums un īpatnējā masa" (10. lpp.).

$V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}}$  jābūt zināmam ar precizitāti līdz 0,001 ml.

— Ūdens masa piknometrā  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  temperatūrā:

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

kur 0,998203 ir ūdens blīvums  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  temperatūrā.



- A.4.2. Spirta koncentrācijas noteikšana analīzes paraugā.
- A.4.2.1. Izmantojot vienkausa svarus.
- A.4.2.1.1. Nosver taras pudeli, svars T1.
- A.4.2.1.2. Nosver piknometru ar sagatavoto destilātu (skat. I papildinājumu), P2 ir tā svars t °C temperatūrā.
- A.4.2.1.3. Aprēķināšana.
- $dT = T1 - T0$
  - Tukša piknometra masa mērišanas brīdī  
=  $P - m + dT$
  - Šķidrums masa piknometrā t °C temperatūrā  
=  $P2 - (P - m + dT)$
  - Blīvums t °C temperatūrā izteikts g/ml
  - $\rho_{t^{\circ}\text{C}} = [P2 - (P - m + dT)] / V_{20^{\circ}\text{C}}$
  - Izsaka blīvumu t °C temperatūrā kilogramos uz m<sup>3</sup>, reizinot  $\rho_{t^{\circ}\text{C}}$  ar 1 000 un šo lielumu apzīmējot ar  $\rho_t$ .
  - Koriģē  $q_t$  līdz 20, izmantojot blīvuma  $\rho_T$  tabulu ūdens un spirta maisījumiem (II tabula II papildinājumā Starptautiskā vīna dārzu un vīnu biroja analīzes metožu 1994. gada rokasgrāmatai, 17. - 29. lpp.).  
Tabulā atrod līmenisko rindu, kas atbilst temperatūrai T veselos grādos uzreiz zem t °C temperatūras, mazāko blīvumu, kas pārsniedz  $\rho_t$ .  
Izmanto tabulas starpību, kas atrasta zem šā blīvuma, lai aprēķinātu alkohola blīvumu  $\rho_t$  šajā temperatūrā T veselos grādos.
  - Izmantojot visu temperatūras rindu, aprēķina starpību starp blīvumu  $\rho'$  tabulā tieši virs  $\rho_t$  un aprēķināto blīvumu  $\rho_t$ . Izdala šo starpību ar tabulas starpību, kas atrodama pa labi no blīvuma  $\rho'$ . Dalījumā iegūst spirta koncentrācijas decimālo daļu, savukārt spirta koncentrācijas veselais skaitlis atrodams tās slejas augšējā ailē, kurā atrasts blīvums  $\rho'$  (Dt, spirta koncentrācija).
4. piezīme: Alternatīvā kārtā tur piknometru ūdens vannā, kurā tiek uzturēta 20 °C temperatūra ( $\pm 0,2$  °C), kamēr tiek sasniegta atzīme.
- A.4.2.1.4. Rezultāts.
- Izmantojot blīvumu  $\rho_{20}$ , aprēķina faktisko spirta saturu ar to spirta satura tabulu palīdzību, kas norādītas turpmāk:
- Tabula, kurā sniegta spirta tilpumkoncentrācijas (% tilp.) vērtība 20 °C temperatūrā kā ūdens un spirta maisījumu blīvuma funkcija 20 °C temperatūrā, ir tā starptautiskā tabula, ko Starptautiskā reglamentētās metroloģijas organizācija ir pieņēmusi savā ieteikumā Nr. 22.
- A.4.2.2. Metode, izmantojot vienkausa svarus.
- A.4.2.2.1. Nosver piknometru ar sagatavotu destilātu (skat. I daļu), p' ir masa t °C temperatūrā.
- A.4.2.2.2. Aprēķināšana.
- Šķidrums masa piknometrā t °C temperatūrā  
=  $p + m - p'$
  - Blīvums t °C temperatūrā izteikts g/ml
  - $\rho_{t^{\circ}\text{C}} = (p + m - p') / V_{20^{\circ}\text{C}}$
  - Izsaka blīvumu t °C temperatūrā kilogramos uz m<sup>3</sup> un veic temperatūras korekcijas, lai aprēķinātu spirta koncentrāciju 20 °C temperatūrā, kā norādīts iepriekš attiecībā uz vienkausa svaru izmantošanu.

## A.5. **Metodes darbības rādītāji (precizitāte)**

### A.5.1. Starplaboratoriju pārbaudes statistikas rezultāti.

Šādi dati tika iegūti starptautiskā metodes darbības pētījumā, kas veikts attiecībā uz starptautiski pieņemtām procedūrām [1] [2].

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	20
Paraugu skaits	6

Paraugi	A	B	C	D	E	F
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	19	20	17	19	19	17
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	1	—	2	1	1	3
Apstiprināto rezultātu skaits	38	40	34	38	38	34
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) % tilp.	23,77	40,40	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51(*)			42,93(*)	45,73(*)	63,03(*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_r$ ) % tilp.	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Pašatkārtojamības robeža (r) % tilp.	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) % tilp.	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Citatkārtojamības robeža (R) % tilp.	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

## Paraugu veidi

A Augļu likieris: sašķelšanās līmenis (\*).

B Brendijs: aizklātas dublēšanās.

C Viskijs: aizklātas dublēšanās.

D Grapa: sašķelšanās līmenis (\*).

E Aromatizēts degvīns: sašķelšanās līmenis (\*).

F Rums: sašķelšanās līmenis (\*).

**B metode: Faktisk s spirta tilpumkoncentr cijas noteikšana alkoholiskajos dz rienos – Elektronisk s densimetrijas m r jumi (balstoties uz parauga rezon jošo sv rst bu frekvenci oscil cijas element )**

B.1. **Princips**

Šķidrums blīvumu nosaka, elektroniski izmērot vibrējošas U veida caurules svārstības. Lai veiktu šo mērījumu, paraugu pievieno oscilācijas sistēmai, kuras īpatnējo svārstību frekvenci tādējādi maina pievienotā masa.

B.2. **Rea enti un materi li**

Veicot analīzi, ja vien nav noteikts citādi, pielieto vienīgi atzītas analītiskas kvalitātes reaģentus un ūdeni, kam piemīt vismaz 3. tīrības pakāpe, kā noteikts ISO 3696:1987.

B.2.1. Acetons (CAS 666-52-4) vai tīrs spirts.

B.2.2. Sauss gaiss.

B.3. **Iek rtas un apr kojums**

Parastās laboratorijas iekārtas un jo īpaši šādas:

B.3.1. Blīvummērs ar digitālu displeju.

Elektroniskajam blīvummēram šādu mērījumu veikšanai jānodrošina blīvuma noteikšana g/ml līdz 5 zīmēm aiz komata.

1. piezīme: Blīvummērs būtu jānovieto uz absolūti stabila statīva, kurš ir izolēts no jebkāda veida vibrācijām.

B.3.2. Temperatūras regulēšana.

Blīvummēra rādījums ir derīgs vienīgi tad, ja mērkivete ir savienota ar iebūvētu temperatūras regulatoru, ar ko var panākt tādu pat temperatūras stabilitāti  $\pm 0,02$  °C vai lielāku.

2. piezīme: Temperatūras precīza uzstādīšana un kontrole mērkivetē ir ļoti svarīga, jo kļūda par 0,1 °C temperatūras var izraisīt novirzes blīvuma noteikšanā par kārtu 0,1 kg/m<sup>3</sup>.

B.3.3. Šļirces parauga injicēšanai vai automātiskās paraugu ņemšanas ierīces.

B.4. **Procedūra**

## B.4.1. Blīvummēra kalibrēšana

Iekārta jākalibrē saskaņā ar ierīces ražotāja instrukcijām, pirmo reizi uzsākot ekspluatāciju. Tā atkārtoti jākalibrē un jāpārbauda pret sertificētu etalona standartu vai pret pašas laboratorijas standarta šķīdumu, kas balstās uz sertificētu etalona standartu.

## B.4.2. Parauga blīvuma noteikšana.

## B.4.2.1. Nepieciešamības gadījumā pirms mērījuma notīra un nosusina kivetu ar acetonu vai tīru spirtu un sausu gaisu. Izskalo kivetu ar paraugu.

## B.4.2.2. Iešpricē paraugu kivetē (izmantojot šļirci vai automātisko paraugu ņemšanas ierīci), tā lai kivete būtu pilnīgi piepildīta. Pildīšanas laikā pārļiecinās par to, lai visi gaisa burbuļi būtu pilnībā izzuduši. Paraugam jābūt homogēnam un tajā nedrīkst būt nekādu cieto daļiņu. Pirms analīzes veikšanas jebkādas suspendētās vielas jāatdala ar filtrēšanas palīdzību.

B.4.2.3. Tiklīdz nolasījums ir stabilizējies, reģistrē blīvumu  $\rho_{20}$  vai spirta koncentrāciju, kas uzrādīta blīvummērā.

## B.4.3. Rezultāts.

Izmantojot blīvumu  $\rho_{20}$ , aprēķina faktisko spirta saturu ar to spirta satura tabulu palīdzību, kas šeit tālāk norādītas:

Tabula, kurā sniegta spirta tilpumkoncentrācijas (% tilp.) vērtība 20 °C temperatūrā kā ūdens un spirta maisījumu blīvuma funkcija 20 °C temperatūrā, ir tā starptautiskā tabula, ko Starptautiskā reglamentētās metroloģijas organizācija ir pieņēmusi savā ieteikumā Nr. 22.

B.5. **Metodes darbības rādītāji (precizitāte)**

## B.5.1. Starplaboratoriju pārbaudes statistikas rezultāti.

Šādi dati tika iegūti starptautiskā metodes darbības pētījumā, kas veikts attiecībā uz starptautiski pieņemtām procedūrām [1] [2].

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1 997
Laboratoriju skaits	16
Paraugu skaits	6

Paraugi	A	B	C	D	E	F
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	11	13	15	16	14	13
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	2	3	1	—	1	2
Apstiprināto rezultātu skaits	22	26	30	32	28	26
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) % tilp	23,81	40,12	40,35	39,27	43,39	56,99
	26,52(*)			43,10 (*)	45,91 (*)	63,31 (*)
Pašatkārtotamības standarts ( $S_p$ ) % tilp.	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Pašatkārtotamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>p</sub> ) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Pašatkārtotamības robeža (r) % tilp.	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Citatkārtotamības standarta novirze ( $S_R$ ) % tilp.	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
(RSD <sub>R</sub> ) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Citatkārtotamības robeža (R) % tilp.	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

## Paraugu veidi

A Augļu likieris: sašķelšanās līmenis (\*).

B Brendijs: aizklātas dublēšanās.

C Viskijs: aizklātas dublēšanās.

D Grapa: sašķelšanās līmenis (\*).

E Aromatizēts degvīns: sašķelšanās līmenis (\*).

F Rums: sašķelšanās līmenis (\*).

**C metode: Faktisk s spirta tilpumkoncentr cijas noteikšana alkoholiskajos dz rienos – M r jumi izmantojot hidrostatisko sv ršanu****C.1. Princips**

Spirta koncentrāciju alkoholā var izmērīt, lietojot hidrostatisko svēršanu, kas balstīta uz Arhimēda likumu, saskaņā ar kuru uz šķidrumā iegremdētu ķermeni iedarbojas šķidruma vertikāli vērstis cēlējspēks, kas vienāds ar izspiestā šķidruma svaru.

**C.2. Rea enti un materi li**

Veicot analīzi, ja vien nav noteikts citādi, pielieto vienīgi atzītas analītiskas kvalitātes reaģentus un ūdeni, kam piemīt vismaz 3. tīrības pakāpe, kā noteikts ISO 3696:1987.

**C.2.1. Šķīdums pludiņa tīrīšanai (nātrija hidroksīds, 30 % m/v)**

Lai sagatavotu 100 ml, nosver 30 g nātrija hidroksīda un papildina līdz uzdotajam tilpumam, izmantojot 96 % tilpuma etanola.

**C.3. Iek rtas un apr kojums**

Parastās laboratorijas iekārtas un jo īpaši šādas:

**C.3.1. Vienkausa hidrostatiskie svāri ar jutību 1 mg.****C.3.2. Pludiņš ar vismaz 20 ml tilpumu, īpaši pielāgots svāriem, iekārts pavedienā, kura diametrs nepārsniedz 0,1 mm.****C.3.3. Mērcilindrs ar līmeņa atzīmi. Pludiņam jābūt pilnībā ievietojamam cilindra apjomā, kas atrodas zemāk par atzīmi; šķidruma virsmu var šķērsot vienīgi noturošais pavediens. Mērcilindram jābūt ar tādu iekšējo diametru, kas vismaz par 6 mm pārsniedz pludiņa diametru.****C.3.4. Termometrs (vai temperatūras mērīšanas zonde), graduēta grādos un grāda desmitdaļās no 10 līdz 40 °C, kalibrēta 0,05 °C.****C.3.5. Atsvāri, ko kalibrējusi atzīta sertificēšanas iestāde.**

1. piezīme: Iespējams izmantot arī divkausu svārus; princips ir aprakstīts Regulas (EEK) Nr. 2676/90 pielikuma 1. sadaļā "Blīvums un īpatnējā masa" (7. lpp.).

**C.4. Proced ra**

Pludiņu un mērcilindru starplaikā starp katru mērījumu ir jātīra ar destilētu ūdeni, jānosusina ar mīkstu laboratorijas papīru, kurš neizdala šķiedras, un jāskalo ar šķīdumu, kura blīvums ir jānosaka. Mērījumi jāveic, tiklīdz iekārtas ir nonākušas līdzsvarā, tā lai nepieļautu spirta zudumus, ko rada iztvaikošana.

**C.4.1. Svāru kalibrēšana.**

Lai gan svāriem parasti pastāv starptautiska kalibrēšanas sistēma, hidrostatiskajiem svāriem jānodrošina kalibrēšana ar atsvāriem, ko pārbaudījusi oficiāla sertificēšanas iestāde.

**C.4.2. Pludiņa kalibrēšana.****C.4.2.1. Mērcilindru uzpilda līdz atzīmei ar bidestilātu (vai līdzvērtīgas tīrības pakāpes ūdeni, piem., mikrofiltrētu ūdeni, kura vadītspēja ir 18,2 MΩ/cm) temperatūrā no 15 līdz 25 °C, bet vēlams 20 °C temperatūrā.****C.4.2.2. Iegremdē pludiņu un termometru, apmaisa, aparātā nolasa šķidruma blīvumu un vajadzības gadījumā koriģē nolasījumu, tā lai tas būtu vienāds ar ūdens nolasījumu mērījuma temperatūrā.****C.4.3. Kontrole, izmantojot ūdens un spirta šķīdumu.****C.4.3.1. Mērcilindru uzpilda līdz atzīmei ar ūdens un spirta maisījumu ar zināmu spirta koncentrāciju temperatūrā no 15 līdz 25 °C, bet vēlams 20 °C temperatūrā.****C.4.3.2. Iegremdē pludiņu un termometru, apmaisa, aparātā nolasa šķidruma blīvumu (vai spirta koncentrāciju, ja tas iespējams). Spirta koncentrācijai, kas šādi noteikta, būtu jābūt vienādai ar iepriekš noteikto spirta koncentrāciju.**

2. piezīme: Šo šķīdumu ar zināmu spirta koncentrāciju var izmantot arī bidestilāta vietā pludiņa kalibrēšanai.

- C.4.4. Destilāta blīvuma (vai tā spirta satura, ja to pieļauj iekārtas) mērīšana.
- C.4.4.1. Iepilda analizējamo paraugu mērcilindrā līdz gradācijas atzīmei.
- C.4.4.2. Iegremdē pludiņu un termometru, apmais, aparātā nolasa šķidrums blīvumu (vai spirta koncentrāciju, ja tas iespējams). Atzīmē temperatūru, ja blīvumu izmēra t °C temperatūrā q<sub>l</sub>).
- C.4.4.3. Koriģē q<sub>l</sub> līdz 20, izmantojot blīvuma ρ<sub>T</sub> tabulu ūdens un spirta maisījumiem (II tabula II papildinājumā Starptautiskā vīna dārzu un vīnu biroja analīzes metožu 1994. gada rokasgrāmatai, 17. – 29. lpp.).
- C.4.5. Pludiņa un mērcilindra tīrīšana.
- C.4.5.1. Pludiņu iegremdē pludiņa tīrīšanas šķīdumā mērcilindrā.
- C.4.5.2. Ļauj iegremdēties vienu stundu, periodiski savērpjot pludiņu.
- C.4.5.3. Skalo ar bagātīgu krāna ūdens daudzumu, pēc tam – ar destilētu ūdeni.
- C.4.5.4. Nosusina ar mīkstu laboratorijas papīru, kurš neizdala šķiedras.
- Veic šo procedūru, izmantojot pludiņu pirmo reizi, un pēc tam to veic regulāri atbilstoši vajadzībai.
- C.4.6. Rezultāts.
- Izmantojot blīvumu ρ<sub>20</sub>, aprēķina faktisko spirta saturu ar to spirta satura tabulu palīdzību, kas šeit tālāk norādītas.

Tabula, kurā sniegta spirta tilpumkoncentrācijas (% tilp.) vērtība 20 °C temperatūrā kā ūdens un spirta maisījumu blīvuma funkcija 20 °C temperatūrā, ir tā starptautiskā tabula, ko Starptautiskā reglamentētās metroloģijas organizācija ir pieņēmusi savā ieteikumā Nr. 22.

#### C.5. Metodes darbības rādītāji (precizitāte)

##### C.5.1. Starplaboratoriju pārbaudes statistikas rezultāti.

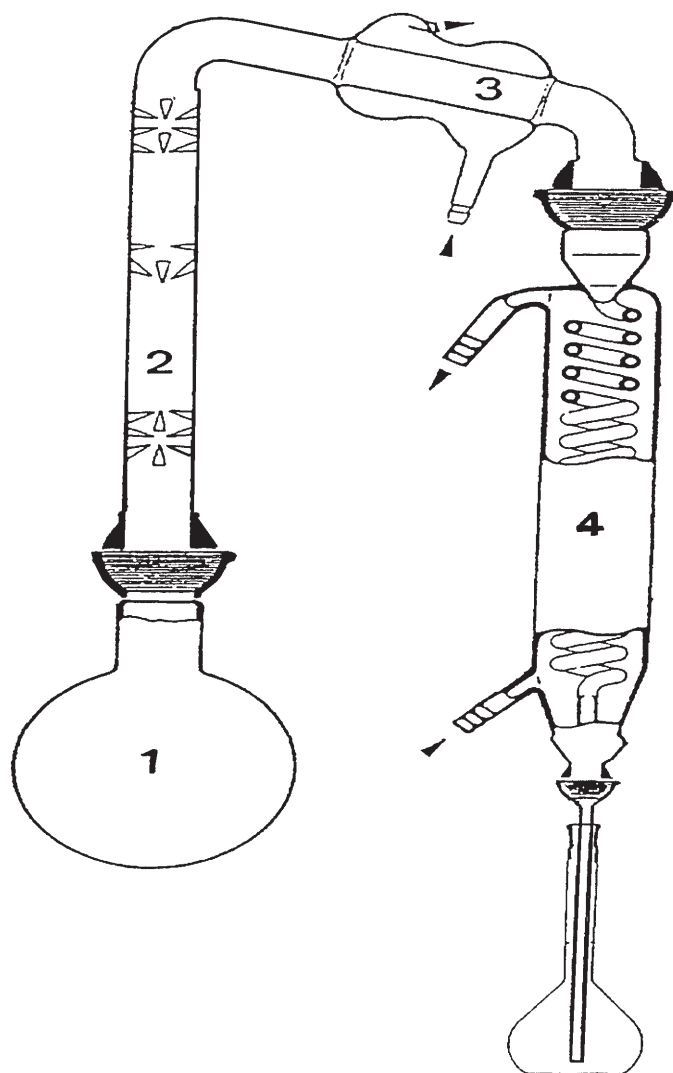
Šādi dati tika iegūti starptautiskā metodes darbības pētījumā, kas veikts attiecībā uz starptautiski pieņemtām procedūrām [1] [2].

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	12
Paraugu skaits	6

Paraugi	A	B	C	D	E	F
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	12	10	11	12	11	9
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	—	2	1	—	1	2
Apstiprināto rezultātu skaits	24	20	22	24	22	18
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) % tilp.	23,80	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,51 (*)			43,09 (*)	45,89 (*)	63,44 (*)
Pašatkārtojamības standarts (S <sub>r</sub> ) % tilp.	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Pašatkārtojamības robeža (r) % tilp.	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Citatkārtojamības standarta novirze (S <sub>R</sub> ) % tilp.	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Citatkārtojamības robeža (R) % tilp.	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

##### Paraugu veidi

- A Augļu liķieris: sašķelšanās līmenis (\*).
- B Brendijs: aizklātas dublēšanās.
- C Viskijs: aizklātas dublēšanās.
- D Grapa: sašķelšanās līmenis (\*).
- E Aromatizēts degvīns: sašķelšanās līmenis (\*).
- F Rums: sašķelšanās līmenis (\*).



1. attels. Destilācijas iekārta faktiskās spirta tilpumkoncentrācijas izmērīšanai alkoholiskajos dzērienos

- 1 Apaļkolba, 1 litra tilpuma, ar standartizētu sfērisku pieslēpēta stikla savienojumu.
- 2 Vigre rektifikācijas kolonna, 20 cm augsta.
- 3 Taisnmalu Vesta dzesētājs, 10 cm garš.
- 4 Dzesēšanas spirāle, 40 cm gara.

**II KOPĀ SAUSĒ EKSTRAKTA NOTEIKŠANA AR GRAVIMETRIJAS PALĪDZĪBU****1. Joma**

Regulā (EEK) Nr. 1576/89 šī metode ir paredzēta vienīgi attiecībā uz aromatizētu degvīnu, kuram sausais ekstrakts ir ierobežots līdz 15 g/l.

**2. Normatīvs atsauce**

ISO 3696:1987: Ūdens laboratorijas analīzēm – Specifikācijas un testu metodes.

**3. Definīcija**

Kopējā sausajā ekstraktā vai kopējā sausrē ietilpst visas noteiktajos fiziskajos apstākļos negaistošās vielas.

**4. Princips**

Nosver alkoholiskā dzēriena neiztvaikojušo atlikumu uz verdoša ūdens vannas un izžāvē žāvēšanas skapī.

**5. Iekārtas un aprīkojums**

5.1. Plakandibena cilindriskā ietvaicēšanas bļoda ar 55 mm diametrā.

5.2. Verdoša ūdens vanna.

5.3. 25 ml pipete, A klase.

5.4. Žāvēšanas skapis.

5.5. Eksikators.

5.6. Analītiskie svāri ar precizitāti līdz 0,1 mg.

**6. Paraugu ņemšana un paraugi**

Paraugus pirms analīzes veikšanai glabā istabas temperatūrā.

**7. Procedūra**

7.1. Iepilina 25 ml alkohola, kurš satur mazāk nekā 15 g/l sausā atlikuma, iepriekš nosvērtā plakandibena cilindriskā ietvaicēšanas bļodā ar 55 mm diametrā. Ietvaicēšanas pirmajā stundā ietvaicēšanas bļoda atrodas uz verdošas ūdens vannas vāka, tā lai šķidrums nevārtos, jo tas varētu izraisīt zudumus izšķīstīšanās rezultātā. Nākamā stundu to atstāj tiešā saskarē ar verdošas ūdens vannas tvaikiem.

7.2. Pabeidz žāvēšanu, ievietojot ietvaicēšanas bļodu uz divām stundām žāvēšanas skapī 105 °C temperatūrā ± 3 °C. Ļauj ietvaicēšanas bļodai atdzist eksikatorā un nosver ietvaicēšanas bļodu un tās saturu.

**8. Aprēķini**

Atlikuma masa reizināta ar 40 ir vienāda ar sauso ekstraktu alkoholiskajā dzērienā un tā ir izsakāmā g/l ar precizitāti līdz vienai zīmei aiz komata.

**9. Metodes darbības rezultāti (precizitāte)**

9.1. Starplaboratoriju pārbaudes statistikas rezultāti.

Šādi dati tika iegūti starptautiskā metodes darbības pētījumā, kas veikts attiecībā uz starptautiski pieņemtām procedūrām [1] [2].

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	10
Paraugu skaits	4

Paraugi	A	B	C	D
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	9	9	8	9
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	1	1	2	—
Apstiprināto rezultātu skaits	18	18	16	18
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) g/l.	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Pašatkārtojamības standarts ( $S_i$ ) g/l.	0,075	0,441	0,028	0,123
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>i</sub> ) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Pašatkārtojamības robeža (r) g/l.	0,2	1,2	0,1	0,3
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) g/l.	0,148	0,451	0,058	0,210
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Citatkārtojamības robeža (R) g/l.	0,4	1,3	0,2	0,6

## Paraugu veidi

A Brendijs: aizklātas dublēšanās.

B Rums: sašķelšanās līmenis.

C Grapa: sašķelšanās līmenis.

D Aromatizēts degvīns: sašķelšanās līmenis.



### III Gaistošo vielu un metanola noteikšana alkoholiskajos dzērienos

#### III.1. Vispārīgie norādījumi

##### 1. Definīcijas

Regulā (EEK) Nr. 1576/89 tiek noteikti minimālie gaistošo savienojumu, kas nav etanols un metanols, daudzumi virknei alkoholisko dzērienu (rums, vīnkopības izcelsmes alkoholiskie dzērieni, augļu alkohols utt.). Vienīgi attiecībā uz šo dzērienu virkni šos daudzumus parasti uzskata par vienādiem ar šādu koncentrāciju summu:

1. Gaistošas skābes, kas izteiktas kā etiķskābe;
2. Aldehīdi, kas izteikti kā etanāls summas veidā, ko veido etanāls (acetaldehīds) un etanāla frakcija 1,1-dietoksietānā (acetālā);
3. Šādi augstākie spirti: 1-propanols, 1-butanols, 2-butanols, 2-metil-1-propanols, ko izvērtē kā atsevišķus spirtus, un 2-metil-1-butanols un 3-metil-1-butanols, ko izvērtē kā atsevišķus spirtus vai kā abu summu;
4. Etilacetāts.

Standarta metodes gaistošo savienojumu mērīšanai ir šādas:

- gaistošās skābes – ar gaistošā skābuma palīdzību,
- aldehīdus (etanālu un acetālu), etilacetātu un spirtus - ar gāzu hromatogrāfijas (GPC) palīdzību.

##### 2. Gaistošo savienojumu gāzu hromatogrāfijas analīze

Gaistošo savienojumu, kas nav iepriekš noteiktie, izvērtēšana ar gāzu hromatogrāfijas palīdzību var būt jo īpaši interesanta kā līdzeklis, lai noteiktu gan destilācijā izmantotās izejvielas izcelsmi, gan faktiskos destilācijas apstākļus.

Daži alkoholiskie dzērieni satur citas gaistošas sastāvdaļas, tādas kā aromātiskie savienojumi, kas raksturīgi alkohola iegūšanā izmantotajām izejvielām, alkoholisko dzērienu aromātiem un citām specifiskām alkoholisko dzērienu sagatavošanas iezīmēm. Šie savienojumi ir nozīmīgi, lai izvērtētu prasības, kas izklāstītas Regulā (EEK) Nr. 1576/89.

#### III.2. Gāzu hromatogrāfijas metode, nosakot radniecīgas gaistošas vielas: aldehīdus, augstākos spirtus, etilacetātu un metanolu

##### 1. Joma

Šī metode ir piemērota, lai noteiktu 1,1-dietoksietānu (acetālu), 2-metil-1-butanolu (aktīvo amilspirtu), 3-metil-1-butanolu (izoamilspirtu), metanolu (metilspirtu), etiletanoātu (etilacetātu), 1-butanolu (n-butanolu), 2-butanolu (sauto butanolu), 2-metil-1-propanolu (izobutilspirtu), 1-propanolu (n-propanolu) un etanālu (acetaldehīdu) alkoholiskajos dzērienos, izmantojot gāzu hromatogrāfiju. Metodē izmanto iekšējo standartu, piemēram, 3-pentanolu. Nosakāmo vielu koncentrāciju izsaka gramos uz 100 litriem tīra spirta; pirms analīzes veikšanas jānosaka spirta koncentrācija produktā. Izmantojot šo metodi, var analizēt alkoholiskos dzērienus, to skaitā viskiju, brendiju, rumu, vīna spirtu, augļu alkoholu un vīnogu čagu spirtu.

##### 2. Normatīvs atsauces

ISO 3696:1987: Ūdens laboratorijas analīzēm – Specifikācijas un testu metodes.

##### 3. Definīcija

Radniecīgās vielas ir gaistošas vielas, kas kopā ar etanolu veidojas alkoholisko dzērienu ražošanas, destilācijas un nobriešanas gaitā.

##### 4. Princips

Radniecīgās vielas alkoholiskajos dzērienos nosaka ar alkoholiskā dzēriena vai pienācīgi atšķaidīta alkoholiskā dzēriena tiešu injicēšanu gāzu hromatogrāfijas (GH) sistēmā. Pirms injicēšanas alkoholiskajam dzērienam pievieno piemērotu iekšējo standartu. Radniecīgās vielas ar ieprogrammētas temperatūras palīdzību atdala piemērotā kolonnā un tās nosaka, izmantojot liesmas jonizācijas detektoru (LJD). Katras radniecīgās vielas koncentrāciju nosaka attiecībā uz iekšējo standartu atbilstības faktoriem, kas iegūti kalibrēšanas laikā tādos pat hromatogrāfijas apstākļos, kādos notiek alkoholisko dzērienu analīze.

5. **Rea enti un materi li**

Ja vien nav ticis noteikts citādi, lieto vienīgi tādus reaģentus, kuru tīrības pakāpe pārsniedz 97 % un kuri ir iegādāti pie ISO akreditēta piegādātāja ar tīrības sertifikātu, ir brīvi no citām radniecīgām vielām kontroles atšķaidījumā (to var apstiprināt, injicējot atsevišķus radniecīgo vielu standartus kontroles atšķaidījumā, izmantojot GH nosacījumus saskaņā ar 6.4. punktu), un vienīgi tādu ūdeni, kuram piemīt vismaz 3. pakāpe saskaņā ar ISO 3696. Acetāls un acetaldehīds jāuzglabā tumšā vietā temperatūrā < 5 °C, visus pārējos reaģentus var uzglabāt istabas temperatūrā.

- 5.1. Absolūtais etanols (CAS 64-17-5).
- 5.2. Metanols (CAS 67-56-1).
- 5.3. 1-propanols (CAS 71-23-8).
- 5.4. 2-metil-1-propanols (CAS 78-33-1).
- 5.5. Pieņemami iekšējie standarti: 3-pentanols (CAS 584-02-1), 1-pentanols (CAS 71-41-0), 4-metil-1-pentanols (CAS 626-89-1) vai metilnonanoāts (CAS 1731-84-6).
- 5.6. 2-metil-1-butanols (CAS 137-32-6).
- 5.7. 3-metil-1-butanols (CAS 123-51-3).
- 5.8. Etilacetāts (CAS 141-78-6).
- 5.9. 1-butanols (CAS 71-36-3).
- 5.10. 2-butanols (CAS 78-92-2).
- 5.11. Acetaldehīds (CAS 75-07-0).
- 5.12. Acetāls (CAS 105-57-7).
- 5.13. Etanola šķīdums, 40 % v/v.

Lai pagatavotu 400 ml/l etanola šķīduma, ielej 400 ml etanola (5.1.) mērkolbā ar tilpumu 1 litrs, uzpilda līdz uzdotajam tilpumam ar destilētu ūdeni un samaisa.

- 5.14. Standarta šķīdumu sagatavošana un uzglabāšana (procedūra, ko izmanto apstiprinātajai metodei).

Visi standarta šķīdumi jāglabā temperatūrā < 5 °C un tiem jābūt svaigi pagatavotiem katru mēnesi. Sastāvdaļu un šķīdumu masa jāreģistrē ar precizitāti līdz 0,1 mg.

- 5.14.1. Standarta šķīdums – A.

Iepilina šādus reaģentus 100 ml tilpuma mērkolbā, kurā ir apmēram 60 ml etanola šķīduma (5.13.), lai samazinātu sastāvdaļas iztvaikošanu, uzpilda līdz uzdotajam tilpumam ar etanola šķīdumu (5.13.) un kārtīgi samaisa. Reģistrē kolbas, katras pievienotās sastāvdaļas svaru un kopīgo galīgo satura svaru.

Sastāvdaļa	Apjoms (ml)
Metanols (5.2.)	3,0
1-propanols (5.3.)	3,0
2-metil-1-propanols (5.4.)	3,0
2-metil-1-butanols (5.6.)	3,0
3-metil-1-butanols (5.7.)	3,0
Etilacetāts (5.8.)	3,0
1-butanols (5.9.)	3,0
2-butanols (5.10.)	3,0
Acetaldehīds (5.11.)	3,0
Acetāls (5.12.)	3,0

1. piezīme: Vēlams pievienot acetālu un acetaldehīdu kā pēdējos, lai samazinātu līdz minimumam zaudējumus, ko rada iztvaikošana.

- 5.14.2. Standarta šķīdums – B.
- Iepilina 3 ml 3-pentanola, vai cita piemērota iekšējā standarta (5.5.), mērkolbā ar tilpumu 100 ml, kurā ir apmēram 80 ml etanola šķīduma (5.13.), papildina līdz uzdotajam tilpumam ar etanola šķīdumu (5.13.) un kārtīgi samaisa.
- Reģistrē kolbas svaru, 3-pentanola vai cita pievienotā iekšējā standarta svaru un kopīgo galīgo satura svaru.
- 5.14.3. Standarta šķīdums – C.
- Iepilina 1 ml A šķīduma (5.14.1.) un 1 ml B šķīduma (5.14.2.) mērkolbā ar tilpumu 100 ml, kurā ir apmēram 80 ml etanola šķīduma (5.13.), papildina līdz uzdotajam tilpumam ar etanola šķīdumu (5.13.) un kārtīgi samaisa.
- Reģistrē kolbas, katras pievienotās sastāvdaļas svaru un kopīgo galīgo satura svaru.
- 5.14.4. Standarta šķīdums – D.
- Lai saglabātu analītisko nepārtrauktību, sagatavo kvalitātes kontroles standartu, izmantojot iepriekš sagatavoto standartu A (5.14.1.). Iepilina 1 ml A šķīduma (5.14.1.) mērkolbā ar tilpumu 100 ml, kurā ir apmēram 80 ml etanola šķīduma (5.13.), papildina līdz uzdotajam tilpumam ar etanola šķīdumu (5.13.) un kārtīgi samaisa.
- Reģistrē kolbas, katras pievienotās sastāvdaļas svaru un kopīgo galīgo satura svaru.
- 5.14.5. Standarta šķīdums – E.
- Iepilina 10 ml B šķīduma (5.14.2.) mērkolbā ar tilpumu 100 ml, kurā ir apmēram 80 ml etanola šķīduma (5.13.), papildina līdz uzdotajam tilpumam ar etanola šķīdumu (5.13.) un kārtīgi samaisa.
- Reģistrē kolbas, katras pievienotās sastāvdaļas svaru un kopīgo galīgo satura svaru.
- 5.14.6. Standarta šķīdumi, ko izmanto, lai pārbaudītu *FID* atbildes linearitāti.
- Atsevišķā mērkolbā ar tilpumu 100 ml, kurā ir apmēram 80 ml etanola (5.13.), iepilina 0, 0,1, 0,5, 1,0, 2,0 ml A šķīduma (5.14.1.) un 1 ml B šķīduma (5.14.2.), papildina līdz uzdotajam tilpumam ar etanola šķīdumu (5.13.) un kārtīgi samaisa.
- Reģistrē kolbas, katras pievienotās sastāvdaļas svaru un kopīgo galīgo satura svaru.
- 5.14.7. Kvalitātes kontroles standarta šķīdums.
- Iepilina 9 ml D standarta šķīduma (5.14.4.) un 1 ml E standarta šķīduma (5.14.5.) svēršanas traukā un kārtīgi samaisa.
- Reģistrē kolbas, katras pievienotās sastāvdaļas svaru un kopīgo galīgo satura svaru.

## 6. Iekārtas un aprīkojums

- 6.1. Iekārtas, ar kurām var izmērīt blīvumu un spirta koncentrāciju.
- 6.2. Analītiskie svāri, ar kuriem iespējams veikt mērījumus ar četrām zīmēm aiz komata.
- 6.3. Programmējamas temperatūras gāzu hromatogrāfs, kas aprīkots ar liesmu jonizācijas detektoru un integratoru vai cita veida datu apstrādes sistēmu, ar kuru var izmērīt maksimuma laukumus vai pīķu augstumu.
- 6.4. Gāzu hromatogrāfijas kolonna(-s), ar ko var atdalīt nosakāmās vielas, tā lai mazākā izšķirtspēja starp atsevišķajām sastāvdaļām (kas nav 2-metil-1-butanols un 3-metil-1-butanols,) būtu vismaz 1.3.

2. piezīme: Šādas kolonnas un GH nosacījumi ir atbilstīgi piemēri:

1. Fiksācijas atstarpe 1 m x 0,32 mm i.d. pievienota CP-WAX 57 CB kolonnai 50 m x 0,32 mm i.d. ar slāņa biezumu 0,2µm (stabilizēts polietilēnglikols), kam seko Carbowax 400 kolonna 50 m x 0,32 mm i.d. ar slāņa biezumu 0,2µm. (Kolonnas ir savienotas ar nospiežamajiem savienojumiem.)

Nesējgāze un spiediens:	Hēlijs (135 kPa)
Kolonnas temperatūra:	35 °C uz 17 min., 35 līdz 70 °C pie 12 °C/min, notur 70 °C temperatūrā 25 min.
Inžektora temperatūra:	150 °C
Detektora temperatūra:	250 °C
Iesmidzināmais tilpums:	1 µl sadalīts 20 līdz 100: 1

2. Fiksācijas atstarpe 1 m x 0,32 mm i.d. pievienota CP-WAX 57 CB kolonnai 50 m x 0,32 mm i.d. ar slāņa biezumu 0,2µm (stabilizēts polietilēnglikols). (Fiksācijas atstarpe ir pievienota ar nospiežamo savienojumu.)

Nesējgāze un spiediens:	Hēlijs (65 kPa)
Kolonnas temperatūra:	35 °C uz 10 min., 35 līdz 110 °C pie 5 °C/min, 110 līdz 190 °C pie 30 °C/min., notur 190 °C temperatūrā 2 min.
Inžektora temperatūra:	260 °C
Detektora temperatūra:	300 °C
Iesmidzināmais tilpums:	1 µl sadalīts 55: 1

3. Pildīta kolonna (5 % CW 20M, Carbowpak B), 2 m x 2 mm i.d.

Kolonnas temperatūra:	65 °C uz 4 min., 65 līdz 140 °C pie 10 °C/min, notur 140 °C temperatūrā 5 min., 140 līdz 150 °C pie 5 °C/min., notur 150 °C temperatūrā 3 min.
Inžektora temperatūra:	65 °C
Detektora temperatūra:	200 °C
Iesmidzināmais tilpums:	1 µl

## 7. **Paraugu emšana un paraugi**

### 7.1. Laboratorijas paraugs.

Saņemot tiek izmērīta spirta koncentrācija katrā paraugā (6.1.).

## 8. **Procedūra (izmantota apstiprin tajai metodei)**

### 8.1. Analīzes paraugs.

8.1.1. Nosver piemērotu hermētiski noslēgtu svēršanas trauku un reģistrē tā svaru.

8.1.2. Iepilina 9 ml laboratorijas parauga traukā un reģistrē tā svaru ( $M_{\text{PARAUGS}}$ ).

8.1.3. Pievieno 1 ml standarta šķīduma E (5.14.5.) un reģistrē tā svaru ( $M_{\text{IS}}$ ).

8.1.4. Spēcīgi sakrata analīzes materiālu (apgriežot vismaz 20 reizes). Paraugiem pirms analīzes jābūt uzglabātiem temperatūrā, kas zemāka par 5 °C, lai samazinātu līdz minimumam jebkādu gaistošo vielu zaudējumus.

### 8.2. Tukšā parauga analīze.

8.2.1. Izmantojot svarus ar precizitāti līdz ceturtajai zīmei aiz komata (6.2.), nosver piemērotu hermētiski noslēgtu svēršanas trauku un reģistrē tā svaru.

8.2.2. Iepilina 9 ml 400 ml/l etanola šķīduma (5.13.) traukā un reģistrē tā svaru.

8.2.3. Pievieno 1 ml standarta šķīduma E (5.14.5.) un reģistrē tā svaru.

8.2.4. Spēcīgi sakrata analīzes materiālu (apgriežot vismaz 20 reizes). Paraugiem pirms analīzes jābūt uzglabātiem temperatūrā, kas zemāka par 5 °C, lai samazinātu līdz minimumam jebkādu gaistošo vielu zaudējumus.

### 8.3. Iepriekšējs tests.

Injicē standarta šķīdumu C (5.14.3.), lai nodrošinātu, ka visas nosakāmās vielas ir atdalītas ar mazāko izšķīrjspēju 1.3. (izņemot 2-metil-1-butanolu un 3-metil-1-butanolu).

## 8.4. Kalibrēšana.

Kalibrāciju vajadzētu pārbaudīt, lietojot šādu procedūru. Nodrošina, lai atbilstība būtu lineāra, secīgi analizējot trīs reizes katru linearitātes standarta šķīdumu (5.14.6.), kurš satur iekšējo standartu (IS). No integratora maksimuma laukumiem vai pīķu augstumiem katrai injekcijai aprēķina koeficientu R katrai radniecīgajai vielai un izveido R grafika līkni pret radniecīgās vielas koncentrācijas attiecības koeficientu pret iekšējo standartu (IS), C. Rezultātā būtu jāiegūst lineāra līkne, kuras korelācijas koeficients ir vismaz 0,99.

$$R = \frac{\text{Radniec. vielas pīķa lauk. vai augstums}}{\text{IS pīķa lauk. vai augst.}}$$

$$C = \frac{\text{Radniecīgās vielas koncentrācija } (\mu\text{g/g})}{\text{IS koncentrācija } (\mu\text{g/g})}$$

## 8.5. Noteikšana.

Injicē standarta šķīdumu C (5.14.3.) un 2 kvalitātes kontroles standarta šķīdumus (5.14.7.). Procedūru turpina ar nepazīstamiem paraugiem (kas sagatavoti saskaņā ar 8.1. punktu un 8.2. punktu), ievietojot vienu kvalitātes kontroles standartu ik 10 paraugiem, lai nodrošinātu analītisko stabilitāti. Injicē vienu standarta šķīdumu C (5.14.3.) ik pēc katrām 5 paraugiem.

## 9. Aprīns

Var lietot automatizētu datu apstrādes sistēmu, ar noteikumu, ka datus var pārbaudīt, lietojot principus, kas aprakstīti šeit tālāk sniegtajā metodē.

Izmēra vai nu radniecīgās vielas maksimuma laukumus vai pīķu augstumus un iekšējā standarta pīķus.

## 9.1. Atbilstības koeficienta aprēķināšana.

No iekšējā standarta šķīduma C (5.14.3.) injekcijas hromatogrammas aprēķina atbilstības koeficientus katrai radniecīgajai vielai, izmantojot vienādojumu (1).

$$\text{Atbilstības koeficients} = \frac{\text{IS pīķa laukums vai augstums}}{\text{Radniec. vielas pīķa lauk. vai augst.}} \times \frac{\text{Konc. radniec. } (\mu\text{g/g})}{\text{Konc. IS } (\mu\text{g/g})}$$

kur

IS = iekšējais standarts

Konc. radn. v. = radniecīgās vielas koncentrācija šķīdumā C (5.14.3.)

Konc. IS = iekšējā standarta koncentrācija šķīdumā C (5.14.3.).

## 9.1.2. Parauga analīze.

Izmantojot turpmāk sniegto vienādojumu (2), aprēķina katras radniecīgās vielas koncentrāciju paraugos.

2) Radniecīgās vielas koncentrācija

$$(\mu\text{g/g}) = \frac{\text{Radniec. vielas pīķa lauk. vai augst.}}{\text{IS pīķa lauk. vai augst.}} \times \frac{M_{\text{IS}} (\text{g})}{M_{\text{PARAUGA}} (\text{g})} \times \text{Konc. IS } (\mu\text{g/g}) \times \text{RF}$$

kur

$M_{\text{PARAUGS}}$  = parauga masa (8.1.2.);

$M_{\text{IS}}$  = iekšējā standarta masa (8.1.3.);

Konc. IS = iekšējā standarta koncentrācija šķīdumā E (5.14.5.);

RF = atbilstības koeficients, aprēķināts ar 1. vienādojuma palīdzību.

## 9.1.3. Kvalitātes kontroles standarta šķīduma analīze.

Izmantojot turpmāk sniegto vienādojumu (3), aprēķina atlases vērtības neizmantotos procentus attiecībā uz katru radniecīgo vielu kvalitātes kontroles standartos (5.14.7.):

$$(3) \text{ Kvalitātes kontroles QC parauga neizmantotie \%} = \frac{\text{Nosakamās vielas konc. QC standartā}}{\text{Nosakamās vielas konc. skiduma D}} \times 100$$

Nosakāmās vielas koncentrāciju kvalitātes kontroles QC standartā aprēķina, izmantojot iepriekš sniegto 1. un 2. vienādojumu.

## 9.2. Rezultātu galīgā noformēšana.

Paraugu rezultātus no  $\mu\text{g}$  pārrēķina g uz 100 litriem tīra spirta, izmantojot 4. vienādojumu:

(4) Koncentrācija g uz 100 litriem tīra spirta =

Konc. 10/(koncentrāc. (% tilp.) x 1 000)

kur  $\rho$  = blīvums izteikts  $\text{kg}/\text{m}^3$ .

Rezultātus uzdod līdz 3 nozīmīgiem cipariem un ar lielāko pieļaujamo daudzumu viena zīme aiz komata, - piem., 11,4 g uz 100 l tīra spirta.

10. **Kvalitātes nodrošināšana un kontrole (izmantoja apstiprinātajai metodei)**

Izmantojot iepriekš sniegto vienādojumu (2), aprēķina katras radniecīgās vielas koncentrāciju kvalitātes kontroles standarta šķīdumos, kas sagatavoti, izpildot 8.1.1. līdz 8.1.4. punktā noteikto procedūru. Izmantojot vienādojumu (3), aprēķina atļaušanas vērtības neizmantotos procentus. Ja analizētie rezultāti atrodas teoretisko vērtību robežās  $\pm 10\%$  attiecībā uz katru radniecīgo vielu, tad analīze var notikt. Pretējā gadījumā būtu jāveic izmeklēšana, lai atklātu neprecizitātes cēloni, un jāveic pienācīgas korektīvās darbības.

11. **Metodes darbības rādītāji (precizitāte)**

Starplaboratoriju pārbaudes statistikas rezultāti: tālāk dotajās tabulās ir sniegtas vērtības attiecībā uz šādām sastāvdaļām: etanāls, etilacetāts, acetāls, kopējais etanāls, metanols, 2-butanols, 1-propanols, 1-butanols, 2-metil-1-propanols, 2-metil-1-butanols, 3-metil-1-butanols.

Šādi dati tika iegūti starptautiskā metodes darbības pētījumā, kas veikts attiecībā uz starptautiski pieņemtām procedūrām.

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	5
Nosakāmā komponente	etanāls

Paraugi	A	B	C	D	E
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	28	26	27	27	28
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	2	4	3	3	2
Apstiprināto rezultātu skaits	56	52	54	54	56
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g}/\text{g}$ .	63,4	71,67	130,4	38,4	28,6
				13,8 (*)	52,2 (*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_r$ ) $\mu\text{g}/\text{g}$ .	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Pašatkārtojamības robeža ( $r$ ) $\mu\text{g}/\text{g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g}/\text{g}$	12	14	22	6,8	8,9
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g}/\text{g}$ .	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

Paraugu veidi

- A Brendijs: aizklātas dublēšanās.
- B Ķiršu likieris: aizklātas dublēšanās.
- C Grapa: aizklātas dublēšanās.
- D Viskijs: sašķelšanās līmenis (\*).
- E Rums: sašķelšanās līmenis (\*).

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	5
Nosakāmā komponente	etilacetāts

Paraugi	A	B	C	D	E
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	24	24	25	24	24
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	2	2	1	2	2
Apstiprināto rezultātu skaits	48	48	50	48	48
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$ .	96,8	1 046	120,3	112,5	99,1
				91,8 (*)	117,0 (*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_r$ ) $\mu\text{g/g}$ .	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Pašatkārtojamības robeža ( $r$ ) $\mu\text{g/g}$	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g/g}$	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0

## Paraugu veidi

- A Brendijs: aizklātas dublēšanās.  
 B Ķiršu liķieris: aizklātas dublēšanās.  
 C Grapa: aizklātas dublēšanās.  
 D Viskijs: sašķelšanās līmenis (\*).  
 E Rums: sašķelšanās līmenis (\*).

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	5
Nosakāmā komponente	acetāls

Paraugi	A	B	C	D	E
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	20	21	22	17	21
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	4	3	2	4	3
Apstiprināto rezultātu skaits	40	42	44	34	42
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$ .	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60 (*)	28,3 (*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_r$ ) $\mu\text{g/g}$ .	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Pašatkārtojamības robeža ( $r$ ) $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g/g}$ .	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

## Paraugu veidi

- A Brendijs: aizklātas dublēšanās.  
 B Ķiršu liķieris: aizklātas dublēšanās.  
 C Grapa: aizklātas dublēšanās.  
 D Viskijs: sašķelšanās līmenis (\*).  
 E Rums: sašķelšanās līmenis (\*).

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1 997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	5
Nosakāmā komponente	kopā etanāls

Paraugi	A	B	C	D	E
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	23	19	22	21	22
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	1	5	2	3	2
Apstiprināto rezultātu skaits	46	38	44	42	44
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$ .	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8 (*)	61,8 (*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_p$ ) $\mu\text{g/g}$ .	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>p</sub> ) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Pašatkārtojamības robeža (r) $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	13	15	24,1	7,3	9,0
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g/g}$ .	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

## Paraugu veidi

- A Brendijs: aizklātas dublēšanās.  
 B Ķiršu liķieris: aizklātas dublēšanās.  
 C Grapa: aizklātas dublēšanās.  
 D Viskijs: sašķelšanās līmenis (\*).  
 E Rums: sašķelšanās līmenis (\*).

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	5
Nosakāmā komponente	metanols

Paraugi	A	B	C	D	E
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	26	27	27	28	25
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	4	3	3	1	4
Apstiprināto rezultātu skaits	52	54	54	56	50
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$ .	319,8	2 245	1 326	83,0	18,6
				61,5 (*)	28,9 (*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_p$ ) $\mu\text{g/g}$	4,4	27	22	1,5	1,3
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>p</sub> ) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Pašatkārtojamības robeža (r) $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

## Paraugu veidi

- A Brendijs: aizklātas dublēšanās.  
 B Ķiršu liķieris: aizklātas dublēšanās.  
 C Grapa: aizklātas dublēšanās.  
 D Viskijs: sašķelšanās līmenis (\*).  
 E Rums: sašķelšanās līmenis (\*).



Starplaboratoriju pārbaudes gads	1 997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	4
Nosakāmā komponente	2-butanols

Paraugi	A	B	C	E
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	21	27	29	22
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	4	3	1	3
Apstiprināto rezultātu skaits	42	54	58	44
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83
				14,12 (*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_r$ ) $\mu\text{g/g}$	0,40	2,2	0,87	0,64
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Pašatkārtojamības robeža (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4

## Paraugu veidi

A Brendijs: aizklātas dublēšanās.

B Ķiršu likieris: aizklātas dublēšanās.

C Grapa: aizklātas dublēšanās.

E Rums: sašķelšanās līmenis (\*).

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	5
Nosakāmā komponente	1-propanols

Paraugi	A	B	C	D	E
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	29	27	27	29	29
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	2	4	3	2	2
Apstiprināto rezultātu skaits	58	54	54	58	58
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$ .	86,4	3 541	159,1	272,1	177,1
				229,3 (*)	222,1 (*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_r$ ) $\mu\text{g/g}$ .	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Pašatkārtojamības robeža (r) $\mu\text{g/g}$	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g/g}$ .	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

## Paraugu veidi

A Brendijs: aizklātas dublēšanās.

B Ķiršu likieris: aizklātas dublēšanās.

C Grapa: aizklātas dublēšanās.

D Viskijs: sašķelšanās līmenis (\*).

E Rums: sašķelšanās līmenis (\*).

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	5
Nosakāmā komponente	1-propanols

Paraugi	A	B	C
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	20	22	22
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	4	4	6
Apstiprināto rezultātu skaits	40	44	44
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$ .	3,79	5,57	7,54
Pašatkārtojamības standarts ( $S_r$ ) $\mu\text{g/g}$ .	0,43	0,20	0,43
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	11,2	3,6	5,6
Pašatkārtojamības robeža ( $r$ ) $\mu\text{g/g}$	1,1	0,6	1,2
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	0,59	0,55	0,82
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	15,7	9,8	10,8
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g/g}$ .	1,7	1,5	2,3

Paraugu veidi

A Brendijs: aizklātas dublēšanās.

B Ķiršu liķieris: aizklātas dublēšanās.

C Grapa: aizklātas dublēšanās (\*).

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1 997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	5
Nosakāmā komponente	2-metil- 1-propanols

Paraugi	A	B	C	D	E
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	28	31	30	26	25
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	3	0	1	5	6
Apstiprināto rezultātu skaits	56	62	60	52	50
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$ .	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8 (*)	133,87 (*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_r$ ) $\mu\text{g/g}$ .	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Pašatkārtojamības robeža ( $r$ ) $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g/g}$ .	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

Paraugu veidi

A Brendijs: aizklātas dublēšanās.

B Ķiršu liķieris: aizklātas dublēšanās.

C Grapa: aizklātas dublēšanās.

D Viskijs: sašķelšanās līmenis (\*).

E Rums: sašķelšanās līmenis (\*).

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	5
Nosakāmā komponente	1-metil-1-butanols

Paraugi	A	B	C	D	E
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	25	26	25	27	25
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	3	2	3	1	2
Apstiprināto rezultātu skaits	50	52	50	54	50
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$ .	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2 (*)	61,5 (*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_r$ ) $\mu\text{g/g}$ .	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Pašatkārtojamības robeža ( $r$ ) $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g/g}$ .	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

## Paraugu veidi

- A Brendijs: aizklātas dublēšanās.  
 B Ķiršu likieris: aizklātas dublēšanās.  
 C Grapa: aizklātas dublēšanās.  
 D Viskijs: sašķelšanās līmenis (\*).  
 E Rums: sašķelšanās līmenis (\*).

Starplaboratoriju pārbaudes gads	1997
Laboratoriju skaits	32
Paraugu skaits	5
Nosakāmā komponente	3-metil-1-butanols

Paraugi	A	B	C	D	E
Laboratoriju skaits, kas atlicis pēc novēroto galējo noviržu likvidēšanas	23	23	24	27	21
Novēroto galējo noviržu skaits (laboratorijas)	5	5	4	1	6
Apstiprināto rezultātu skaits	46	46	48	54	42
Vidējā vērtība ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$ .	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4 (*)	245,6 (*)
Pašatkārtojamības standarts ( $S_r$ ) $\mu\text{g/g}$ .	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Pašatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Pašatkārtojamības robeža ( $r$ ) $\mu\text{g/g}$	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Citatkārtojamības standarta novirze ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	29,8	13	21	8,5	6,7
Citatkārtojamības relatīvā standarta novirze (RSD <sub>R</sub> ) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Citatkārtojamības robeža (R) $\mu\text{g/g}$ .	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

## Paraugu veidi

- A Brendijs: aizklātas dublēšanās.  
 B Ķiršu likieris: aizklātas dublēšanās.  
 C Grapa: aizklātas dublēšanās.  
 D Viskijs: sašķelšanās līmenis (\*).  
 E Rums: sašķelšanās līmenis (\*).