

REGLUGERÐ FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR (EBE) nr. 1238/92**frá 8. maí 1992****um greiningaraðferðir bandalagsins á bragðlausu alkóhóli í víngeiranum**

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Efnahagsbandalags Evrópu,

með hliðsjón af reglugerð ráðsins (EBE) nr. 822/87 frá 16. mars 1987 um sameiginlega skipulagningu vínmarkaðarins ⁽¹⁾, eins og henni var síðast breytt með reglugerð (EBE) nr. 1734/91 ⁽²⁾, einkum 8. mgr. 35. gr., 6. mgr. 36. gr., 5. mgr. 38. gr., 9. mgr. 39. gr., 10. mgr. 41. gr. og 6. mgr. 42. gr.,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

Samkvæmt reglugerð ráðsins (EBE) nr. 2046/89 frá 19. júní 1989 um almennar reglur varðandi eimingu víns og aukaafurða vínframleiðslunnar ⁽³⁾, skal bragðlaust alkóhól sem fæst með eimingu í víngeiranum vera í samræmi við skilgreiningu sem er að finna í viðauka við þá reglugerð er grundvallast á viðmiðunum varðandi samsetningu þess. Nota skal greiningaraðferðir bandalagsins til að athuga hvort farið sé eftir þessum viðmiðunum.

Nota verður þessar aðferðir í öllum verslunarviðskiptum og eftirlitsaðgerðum. Í ljósi þess að fá viðskiptatækifæri gefast með þessa vöru ætti einungis að styðjast við fáar almennar aðferðir sem greina fljótt nægilega nákvæmlega þá þætti í bragðlausu alkóhóli sem máli skipta.

Greiningaraðferðir bandalagsins ættu að vera almennt viðurkenndar til að tryggja sé að þeim sé beitt með samræmdum hætti.

Fjallað er um greiningaraðferðir bandalagsins sem eru í gildi varðandi greiningu bragðlauss alkóhóls í víngeiranum í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EBE) nr. 3590/83 ⁽⁴⁾. Vísindalegar framfarir krefjast þess að í stað eldri aðferða komi heppilegri aðferðir, aðferðum sé breytt og að nýjar aðferðir séu teknar upp. Í ljósi þess að um miklar og flóknar breytingar er að ræða ætti að fjalla um allar greiningaraðferðir í nýrri tilskipun og fellur þá reglugerð (EBE) nr. 3590/83 úr gildi.

Skilgreina ætti hugtök sem eru notuð um endurtekningarhæfni og samanburðarhæfni þeirra niðurstaðna sem fást með þessum aðferðum til að unnt sé að bera saman niðurstöður greiningaraðferðanna sem eru skráðar í 74. gr. reglugerðar (EBE) nr. 822/87.

⁽¹⁾ Stjtið. EB nr. L 84, 27. 3. 1987, bls. 1.

⁽²⁾ Stjtið. EB nr. L 163, 26. 6. 1991, bls. 6.

⁽³⁾ Stjtið. EB nr. L 202, 14. 7. 1989, bls. 14.

⁽⁴⁾ Stjtið. EB nr. L 363, 24. 12. 1983, bls. 1.

Ráðstafanir sem kveðið er á um í þessari reglugerð eru í samræmi við álit stjórnarnefndar um vín.

SAMÞYKKT REGLUGERÐ ÞESSA:

1. gr.

1. Greiningaraðferðir bandalagsins fyrir bragðlaust alkóhól skilgreint samkvæmt viðauka við reglugerð (EBE) nr. 2046/89 skulu vera samkvæmt viðauka við þessa reglugerð.

2. Greiningaraðferðir tilgreindar í 1. mgr. skulu gilda um bragðlaust alkóhól sem fæst með eimingu eins og kveðið er á um í reglugerð (EBE) nr. 822/87.

2. gr.

Að því er beitingu þessarar reglugerðar varðar:

- a) er endurtekningarhæfni gildið sem er hærra en líklegur tilgreindur tölulegur mismunur tveggja stakra prófniðurstaðna sem fengnar eru við sömu skilyrði (sami starfsmaður, sami tækjábúnaður, sama rannsóknastofa og með skömmu millibili);
- b) er samanburðarhæfni gildið sem er hærra en líklegur tilgreindur tölulegur mismunur tveggja stakra prófniðurstaðna sem fengnar eru við mismunandi skilyrði (mismunandi starfsmenn, mismunandi tækjábúnaður og/eða rannsóknastofa og/eða mismunandi tími).

Með „niðurstaða úr einni prófun“ er átt við gildið sem fæst þegar staðlaðri prófaðferð er beitt að fullu einu sinni á eitt sýnishorn. Líkurnar skulu vera 95% nema annað sé tekið fram.

3. gr.

Reglugerð (EBE) nr. 3590/83 fellur hér með úr gildi.

4. gr.

Reglugerð þessi öðlast gildi á þriðja degi eftir að hún birtist í *Stjórnartíðindum Evrópubandalagsins*.

Reglugerð þessi er bindandi í heild sinni og gildir í öllum aðildarríkjunum án frekari lögfestingar.

Gjört í Brussel 8. maí 1992.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Ray MAC SHARRY

framkvæmdastjóri.

VIÐAUKI

GREININGARAÐFERÐIR BANDALAGSINS Á BRAGÐLAUSU ALKÓHÓLI Í VÍNGEIRANUM**Inngangur**

1. UNDIRBÚNINGUR SÝNIS FYRIR GREININGU
 - 1.1. Almennt

Rúmmál sýnis sem á að greina skal að öðru jöfnu vera 1,5 l nema krafist sé meira rúmmáls vegna sérstakra prófana.
 - 1.2. Undirbúningur sýnis

Sýnið skal gert einsleitt fyrir greiningu.
 - 1.3. Geymsla

Sýni sem búið er að undirbúa skal ætíð geymt í loftþéttu og rakafríu fláti og til að komið verði í veg fyrir spillingu þess; einkum ættu lok úr korki, gúmmí og plasti ekki að komast í beina snertingu við alkóhólið og bannað er að nota vax til innsíglunar.
2. HVARFEFNI
 - 2.1. Vatn
 - 2.1.1. Nota skal eimað vatn, afjónað vatn eða steinefnalaust vatn, sem er að minnsta kosti jafnhreint, til að leysa upp með, þynna eða skola.
 - 2.1.2. Með „lausn“ eða „þynningu“, án þess að hvarfefnið sé tilgreint nánar, er átt við „lausn í vatni“ eða „þynningu með vatni“.
 - 2.2. Efnafraeðileg efni

Nema mælt sé fyrir um annað skulu öll efnafraeðileg efni sem notuð eru vera viðurkennd gæðagreiningarhvarfefni.
3. BÚNAÐUR
 - 3.1. Skrá yfir búnað

Í skrá yfir búnað eru aðeins taldir upp hlutir til sérstakra nota og hlutir sem eru notaðir vegna tiltekinna tækniforskrifta.
 - 3.2. Fínvog

Með „fínvog“ er átt við vog sem getur mælt með a.m.k. 0,1 mg nákvæmni.
4. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA
 - 4.1. Niðurstöður

Niðurstöðurnar í greiningarskýrslunum eru meðaltal a.m.k. tveggja prófana sem fullnægja ákveðnum viðmiðunum um endurtekningarhæfni (r).
 - 4.2. Útreikningur niðurstaðna

Ef ekki er kveðið á um annað skulu niðurstöður reiknaðar út sem hundradshluti gramma (g) á hektólítra (hl) 100% etanóls miðað við rúmmál.
 - 4.3. Fjöldi marktækra talna

Niðurstöðurnar skulu ekki sýna fleiri marktækar tölur en unnt er að réttlæta á grundvelli nákvæmni greiningaraðferðarinnar.

Aðferð 1: Alkóhólinnihald ákvarðað

Ákvarða skal alkóhólstyrk alkóhóls miðað við rúmmál í samræmi við gildandi landslög eða, ef ágreiningur verður, með alkóhólmælum eða flotmælum samkvæmt skilgreiningu tilskipunar ráðsins 76/765/EBE frá 27. júlí 1976 um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi alkóhólmæla og alkóhól-flotmæla ⁽¹⁾.

Hann skal gefinn upp sem hundradshluti miðað við rúmmál eins og mælt er fyrir um í tilskipun ráðsins 76/766/EBE frá 27. júlí 1976 um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi alkóhól-tölur ⁽²⁾.

⁽¹⁾ OJ nr. L 262, 27. 9. 1976, bls. 143.

⁽²⁾ OJ nr. L 262, 27. 9. 1976, bls. 149.

Aðferð 2: Litur og/eða tærleiki ákvarðaður

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ
Með aðferðinni er unnt að ákvarða lit og/eða tærleika bragðlauss alkóhóls.
2. SKILGREINING
Litur og/eða tærleiki: litur og/eða tærleiki fenginn með þeirri aðferð sem hér er lýst.
3. MEGINREGLA
Lit og tærleika skal ákvarða sjónrænt með samanburði við vatn við hvítan og svartan bakgrunn, hvern af öðrum.
4. BÚNAÐUR
 - 4.1. Litlausir glerhólkur, a.m.k. 40 cm háir.
5. VINNUAÐFERÐ
Setja skal tvo glerhólka (4) við hvítan eða svartan bakgrunn og setja sýnið í annan hólkin upp að 40 cm markinu og vatn í hinn upp að sama marki. Horfa skal á sýnið ofan frá, þ.e. niður eftir hólknum og bera saman við samanburðarhólkin.
6. TÚLKUN
Ákvarða skal lit og/eða tærleika sýnisins þegar skoðað er samkvæmt 5. lið.

Aðferð 3: Aflitunartími permanganats ákvarðaður

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ
Með aðferðinni er unnt að ákvarða aflitunartíma permanganats í bragðlausu alkóhóli.
2. SKILGREINING
Samkvæmt þeirri aðferð sem hér er lýst er aflitunartími permanganats sá fjöldi mínútna sem það tekur lit sýnisins að ná stöðluðum lit eftir að 1 ml af 1 mmól/l af kalíumpermanganatlausn hefur verið bætt í 10 ml af sýninu.
3. MEGINREGLA
Aflitunartími permanganats er ákvarðaður og skilgreindur sem sá tími sem það tekur lit sýnisins að ná stöðluðum lit eftir að kalíumpermanganati hefur verið bætt í.
4. HVARFEFNI
 - 4.1. Kalíumpermanganatlausn, 1 mmól/l. Blandað rétt fyrir notkun.
 - 4.2. Litalausn A (rauð)
 - Nákvæmlega 59,50 g af $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ er vegið.
 - 25 ml af saltsýru ($P^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) og 975 ml af vatni er blandað saman.
 - Kóbaltklóríðinu er bætt út í hluta af saltsýru/vatnsblöndunni í 1 000 ml mælikolbu og því næst er fyllt upp að merkinu með blöndunni við 20 °C.
 - 4.3. Litalausn B (gul)
 - Nákvæmlega 45,00 g af $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ er vegið.
 - 25 ml af saltsýru ($P^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) og 975 ml af vatni er blandað saman og því næst er sama aðferð notuð og stuðst er við í litalausn A með járnklóríði.
 - 4.4. Stöðluð litalausn
13 ml af litalausn A og 5,5 ml af litalausn B eru teknir með rennipípu (pípettu), settir í 100 ml mælikolbu og hún því næst fyllt upp að merkinu með vatni við 20 °C.
Athugasemd:
Litalausnir A og B má geyma í myrkri við 4 °C hita í nokkra mánuði. Blanda ætti nýja staðlaða litalöndu af og til.

5. BÚNAÐUR
 - 5.1. 100 ml Nessler-glös úr litlausu, gagnsæju gleri, kvörðuð upp að 50 ml, með slípuðum glertappa, eða tilraunaglös, litlaus, u.þ.b. 20 mm í þvermál.
 - 5.2. Rennipípur sem taka 1, 2, 5, 10 og 50 ml.
 - 5.3. Hitamælir sem nær upp í 50 °C með nákvæmni upp á 0,1 eða 0,2 °C.
 - 5.4. Fínvog.
 - 5.5. Vatnsbað hitastýrðu við 20 ± 0,5 °C.
 - 5.6. Mælikolbur, 100 og 1 000 ml, með slípuðum glertöppum.
6. VINNUAÐFERÐ
 - 6.1.
 - 10 ml af sýninu eru teknir með rennipípu og settir í tilraunaglas eða 50 ml í Nessler-glas
 - Sett í vatnsbað við 20 °C.
 - 1 ml eða 5 ml, háð stærð sýnisins, af 1 mmól/l KMnO₄ lausn er bætt í, blandað saman og látið standa í vatnsbaði við 20 °C.
 - Tíminn skráður.
 - 10 ml af staðlaðri litalausn eru teknir með rennipípu og settir í tilraunaglas með sama þvermáli eða 50 ml af litalausn eru settir í Nessler-glas.
 - Fylgst með litabreytingum á sýninu og borið af og til saman við stöðluðu litalausnina með hvítt í bakgrunni.
 - Skráð hvenær litur sýnisins verður sá sami og í stöðluðu litalausninni.

Athugasemd: Varast ber að láta sólina skína beint á sýnið á meðan á prófun stendur.
 7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA
 - 7.1. Aflitunartími telst vera sá tími sem það tekur sýnið að ná sama lit og í stöðluðu litalausninni. Þessi tími skal vera a.m.k. 18 mínútur við 20 °C hita ef um er að ræða bragðlaust alkóhól.
 - 7.2. Endurtekningarrhæfni

Ekki má vera meiri en tveggja mínútna munur á próftíma tveggja prófana sem sami starfsmaður gerir við sömu skilyrði á sama sýni, annað hvort samtímis eða hverja á fætur annarri.
 8. SKÝRINGAR
 - 8.1. Efnaleifar mangandíoxíðs hafa hvetjandi áhrif á efnahvörfin. Því ber að tryggja að rennipípur og tilraunaglös sem eru notuð séu þvegin vandlega og eingöngu notuð í þessu skyni. Þvoíð þau með saltsýru og hreinsíð vel með vatni; ekki mega sjást brúnar litalleifar á glerinu.
 - 8.2. Hafa skal gott eftirlit með gæðum vatns sem er notað til að þynna permanganatlausn (4.1); það má ekki taka í sig neitt af permanganatínu. Ef ekki er unnt að ná fram þeim gæðum sem krafist er skal sjóða eimað vatn og bæta smáum skammti af permanganati út í þar til fölbleikum lit er náð. Þessa blöndu skal síðan kæla og nota til þynningar.
 - 8.3. Í sumum sýnum getur aflitunin átt sér stað án þess að farinn sé nákvæmlega sami litaskali og í viðmiðunarlausninni.
 - 8.4. Niðurstöður úr permanganatprófuninni geta skekkst ef alkóhólsýni sem er notað í greininguna hefur ekki verið geymt í fullkomlega hreinni glerflösku, lokaðri annaðhvort með slípuðum glertappa sem hefur verið hreinsaður með alkóhóli eða annars konar tappa, hjúpuðum tini eða áli.

Aðferð 4: Aldehyðmagn ákvarðað

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með aðferðinni er unnt að ákvarða aldehyðmagn, tilgreint sem asetaldehýð, í bragðlausu alkóhóli.
2. SKILGREINING

Aldehyðmagn: aldehyðmagn, tilgreint sem asetaldehýð, ákvarðað með þeirri aðferð sem hér er lýst.
3. MEGINREGLA

Liturinn sem fæst eftir efnahvörf sýnisins við Schiffs-hvarflausn er borinn saman við staðlaða lausn með þekktu asetaldehýðmagni.

4. HVARFEFNI

p-rósanilín vetnisklórið (basískt fúksín)

natríumsúlfít eða vatnsfrítt natríummetabísúlfít

saltsýra, eðlismassi

$p^{20} = 1,19$ g/ml

virg kol í duftformi

sterkjulausn, blönduð úr 1 g af uppleysanlegri sterkju og 5 mg HgI₂ (rotvarnarefni) sem er sett í sviflausn í smávegis af köldu vatni, blönduð með 500 ml af sjóðandi vatni, soðin í 5 mínútur og síuð þegar hún hefur kólnað.

joðlausn, 0,05 mól/l

1-amínó-etanól CH₃.CH(NH₂)OH (MW 61.08)

Schiffs-hvarflausn

- 5,0 g af p-rósanilíni vetnisklóriði í duftformi er leyst upp með u.þ.b. 1 000 ml af heitu vatni í 2 000 ml mælikolbu.
- Blandan er látin standa í vatnsbaðinu þar til hún er að fullu uppleyst, ef nauðsyn krefur.
- 30 g af vatnsfríu natríumsúlfíti (eða jafngildi þess af natríummetabísúlfíti) eru leyst upp í u.þ.b. 200 ml af vatni og því bætt út í kælda p-rósanilínlausnina.
- Látið standa í u.þ.b. 10 mínútur.
- 60 ml af saltsýru ($p^{20} = 1,19$ g/ml) bætt út í.
- Þegar lausnin hefur aflitast — horfa má framhjá örlitum brúnum lit — skal fyllt upp að merkinu með vatni.
- Síað, ef nauðsyn krefur, í gegnum samanbrotna síu með svolitlu af virkum kolum til þess að aflita lausnina að fullu.

Athugasemdir:

- 1) Schiffs-hvarflausnina skal útbúa a.m.k. 14 dögum fyrir notkun.
- 2) Magn óbundins SO₂ í hvarflausn ætti að vera á milli 2,8 og 6,0 mmól/100 ml, pH-gildi verður að vera 1.

Óbundið SO₂ ákvarðað

- 10 ml af Schiffs-hvarflausn eru teknir með rennipípu og settir á 250 ml keilulaga kolbu (Erlenmeyer kolbu).
- 200 ml af vatni bætt út í.
- 5 ml af sterkjulausn bætt út í.
- Títtrað með 0,05 mól/l af joðlausn þar til lausnin skiptir um lit.
- Ef magn óbundins SO₂ er utan tilskilinna marka ætti annaðhvort að:
 - auka það með tilteknu magni af natríummetabísúlfíti (0,126 g Na₂SO₃/100 ml hvarfefni fyrir hvert mmól SO₂ sem á vantar), eða
 - draga úr því með því hleypa lofti í gegnum hvarfefnið.

Útreikningur á óbundnu SO₂:

mmól óbundins SO₂/100 ml hvarfefnis

$$= \frac{\text{notaðir ml af joðlausn (0,05mmól/l)} \times 3,2 \times 100}{64 \times 10}$$

$$= \frac{\text{notaðir ml af joðlausn (0,05mmól/l)}}{2}$$

Áriðandi:

Ef aðrar aðferðir eru notaðar til að útbúa Schiffs-hvarflausn skal kanna næmi hvarfefnisins þannig að í prófuninni:

- taki það ekki lit af viðmiðunaralkóhóli sem er án aldehyðs,
 - verði bleikur litur merkjanlegur frá 0,1 g asetalddehyðs á hl 100% alkóhóls miðað við rúmmál.
- 3) Hreinsun á 1-amínóetanóli sem er á boðstólum
 - 5 g af 1-amínóetanóli eru leyst algerlega upp í u.þ.b. 15 ml af hreinu etanóli.
 - U.þ.b. 50 ml af þurrum díetýleter bætt út í (útfelling af 1-amínóetanóli)
 - Látið standa í kælskápi í nokkrar klukkustundir.
 - Kristallar síaðir burt og skolað með þurrum díetýleter.
 - Þurrkað yfir brennisteinssýru í þrjár til fjórar klukkustundir í þurrskál við lofttæmingu að hluta.

Athugasemd:

Hreinsaða 1-amínóetanólið verður að vera hvítt; ef ekki, skal endurkristöllunina.

5. BÚNAÐUR

5.1. Litmæliglös, hvert og eitt með slípuðum glertappa, sem taka 20 ml.

5.2. Rennipípur sem taka 1, 2, 3, 4, 5 og 10 ml.

5.3. Vatnsbað hitastýrðu við $20 \pm 0,5$ °C.

5.4. Litrófsmælir með 50 mm kúvettum.

6. VINNUAÐFERÐ

6.1. Almenn athugasemd

Þegar þessi aðferð er notuð til að ákvarða aldehyðmagn skal tryggja að alkóhólmagn sýnisins sé a.m.k. 90,0% miðað við rúmmál. Ef það nær ekki því marki verður að auka það með því að bæta út í samsvarandi magni af aldehyðfríu etanóli.

6.2. Kvörðunarferill

Nákvæmlega 1,3860 g af hreinsuðu og þurrkuðu 1-amínóetanóli er vegið á fínvoginni.

Sett í 1 000 ml mælikolbu og aldehyðfríu etanóli bætt út í, fyllt upp að merkinu við 20°C hita. Lausnin inniheldur 1 g/l af asetalddehyði.

Þynningin skal gerð í tveimur þrepum og blandaðar 10 viðmiðunarlausnir með 0,1 til 1,0 mg asetalddehyði í 100 ml.

Gleypnigildi fyrir þessar viðmiðunarlausnir ákvarðað samkvæmt lið 6.3 og línurit búið til.

6.3. Aldehyðmagn ákvarðað

5 ml af sýninu eru teknir með rennipípu og settir í litmæliglas.

5 ml af vatni er bætt við, blandað saman og haldið við jafnan 20 °C hita.

Samtímis er útbúið núllpróf með því að nota 5 ml af aldehyðfríu 96% etanóli miðað við rúmmál, 5 ml af vatni bætt við og haldið við 20 °C hita.

Því næst er 5 ml af Schiffs-hvarflausn bætt í hvert glas, lokað með slípuðum glertappa og hrist vel.

Sett í vatnsbað í 20 mínútur við 20 °C hita.

Innihaldi hellt í kúvettur.

Gleypni ákvörðuð við 546 nm.

Athugasemdir:

1) Til að ákvarða aldehyðmagn er nauðsynlegt að athuga áreiðanleika kvörðunarferilsins með samanburði við próflausnir; ef það reynist ekki áreiðanlegt skal gera nýjan kvörðunarferil.

2) Núllprófið skal alltaf vera litlaust.

7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA

7.1. Formúla og reikniaðferð

Gera skal línurit yfir ljóspéttni miðað við magn asetaldhýðs og styrk í sýninu ákvarðaður með tilliti til þess.

Magn aldehyðs, tilgreint sem asetaldhýð, í g/hl 100% etanóls miðað við rúmmál er:

$$\frac{100A}{T}$$

þar sem:

A er magn aldehyðs í sýninu mælt í g á hl miðað við staðlaðan feril,

T er alkóhólstyrkleiki sýnisins (miðað við rúmmál) ákvarðaður samkvæmt aðferð 1.

7.2. Endurtekningarhæfni

Munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á sama sýni, samtímis eða hver á eftir annarri, af sama greinanda og við sams konar skilyrði, má ekki vera meiri en 0,1 g aldehyðs í hverjum hl 100% etanóls miðað við rúmmál.

Aðferð 5: Magn hærra alkóhóls ákvarðað

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með aðferðinni er unnt að ákvarða magn hærra alkóhóls, tilgreint sem 2-metýlprópan-1-ól, í bragðlausu alkóhóli.

2. SKILGREINING

Magn hærra alkóhóls: magn hærra alkóhóls, tilgreint sem 2-metýlprópan-1-ól, ákvarðað með þeirri aðferð sem hér lýst.

3. MEGINREGLA

Gleypni litaðra efna sem fást við efnahvörf hærra alkóhóls og arómatíks aldehyðs í heitri, þynntri brennisteinssýru (Komarowsky-efnahvarf) ákvarðast við 560 nm, leiðréttist ef aldehyð finnst í sýninu og hún því næst borin saman við gleypni 2-metýlprópan-1-óls sem hvarfast við sömu skilyrði.

4. HVARFEFNI

4.1. 1% salísýlaldehyðlausn, miðað við massa. Blönduð með því að bæta 1 g af salísýlaldehyði við 99 g af 96% etanóli miðað við rúmmál (sem er án fýsils).

4.2. Brennisteinssýra, óblönduð, eðlismassi 1,84 g/m².

4.3. 2-metýlprópan-1-ól.

4.4. Staðlaðar 2-metýlprópan-1-ól-lausnir.

2-metýlprópan-1-ól (4.3) þynnt með 96% etanól vatnsupplausn (miðað við rúmmál) og skal útbúa viðmiðunarlausnir sem innihalda 0,1 0,2 0,4 0,6 og 1,0 g af 2-metýlprópan-1-ól á hverjum hl.

4.5. Staðlaðar asetalddehyðlausnir.

Útbúa skal staðlaðar asetalddehyðlausnir eins og lýst er í lið 6.2 í aðferð 4.

4.6. 96% etanól (miðað við rúmmál) án hærra alkóhóls og aldehyðs.

5. BÚNAÐUR

5.1. UV-VIS litrófsmælir sem leyfir ákvörðun á gleypni lausna við 560 nm.

5.2. 10, 20 og 50 mm kúvettur.

5.3. Vatnsbað hitastýrt við 20 ± 0,5 °C.

5.4. Litmæliglös úr þykku Pyrex-gleri með slípuðum glertöppum sem taka u.þ.b. 50 ml.

6. VINNUAÐFERÐ

6.1. Magn aldehyðs

Aðferð 4 er notuð við að ákvarða aldehyðmagn, tilgreint sem asetalddehyð.

6.2. Kvörðunarferill: 2-metýlprópan-1-ól

10 ml af sérhverri staðallausn (4.4.) af 2-metýlprópan-1-óli teknir með með rennipípu og settir í 50 ml glerhólka með slípuðum glertöppum. 1 ml af salísýlaldehyðlausn (4.1) tekinn með með rennipípu og setjið í glösin og því næst 20 ml af brennisteinssýru (4.2). Innihaldinu er blandað vandlega saman með því að halla hólkunum varlega til endanna nokkrum sinnum (opna þarf glösin við og við). Látið standa við herbergishita í 10 mínútur og setjið því næst í vatnsbað (5.3) við 20 ± 0,5 °C. Innihaldinu hellt í litrófsmæliskúvettur eftir 20 mínútur.

Nákvæmlega 30 mínútum eftir að brennisteinssýrunni var bætt við skal ákvarða gleypni lausnanna við 560 nm, nota skal vatn í viðmiðunarkúvettu litrófsmælisisins.

Útbúa skal kvörðunarferil fyrir gleypni sem fall af styrk 2-metýlprópan-1-óls.

- 6.3. Kvörðunarferill — aldehyð
- Ferlið í 6.2. endurtekið en 10 ml af sérhverri staðallausnanna með asetaldehýði settir í stað staðallausnanna með 2-metýlprópan-1-óli.
- Útbúa skal kvörðunarferil fyrir gleypni við 560 nm sem fall af styrk asetaldehýðs.
- 6.4. Sýnið ákvarðað
- Ferlið í 6.2. er endurtekið en 10 ml af sýninu settir í stað staðallausnanna með 2-metýlprópan-1-óli.
- Gleypni sýnisins ákvörðuð.
7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA
- 7.1. Formúla og reikniaðferð
- 7.1.1. Gleypni sýnisins leiðrétt með því að draga frá gleypnigildi sem samsvarar styrk aldehýðs í sýninu (sétt á kvörðunarferlinu sem gert er samkvæmt 6.3.).
- 7.1.2. Magn hærra alkóhóls, tilgreint sem 2-metýlprópan-1-ól, ákvarðað í sýninu út frá kvörðunarferlinu sem er gert samkvæmt 6.2. en nota skal rétta gleypni (7.1.1.).
- 7.1.3. Magn hærra alkóhóls, tilgreint sem 2-metýlprópan-1-ól í g á hl 100% etanóls (miðað við rúmmál), er gefið upp sem:

$$\frac{A \times 100}{T}$$

þar sem:

A er magn hærra alkóhóls í sýninu samkvæmt reikniaðferð í 7.1.2.

T er alkóhólstyrkleiki sýnisins (miðað við rúmmál) ákvarðaður samkvæmt aðferð 1.

- 7.2. Endurtekningarræfni
- Munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á sama sýni, samtímis eða án þess að hlé verði á milli, af sama greinanda og við sams konar skilyrði, má ekki vera meiri en 0,2 g í hverjum hl 100% etanóls miðað við rúmmál.

Aðferð 6: Heildarmagn sýru ákvarðað

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ
- Með aðferðinni er unnt að ákvarða heildarmagn sýru, tilgreint sem ediksýra, í bragðlausu alkóhóli.
2. SKILGREINING
- Heildarmagn sýru, tilgreint sem ediksýra: heildarmagn sýru, tilgreint sem ediksýra, ákvarðað með þeirri aðferð sem hér er lýst.
3. MEGINREGLA
- Að lokinni afgösun er sýnið títrað í staðlaðri natríumhýdroxíðlausn og sýran mæld sem ediksýra.
4. HVARFEFNI
- 4.1. Natríumhýdroxíðlausnir, 0,01 mól/l og 0,1 mól/l, geymdar þannig að þær komist í sem minnsta snertingu við koldíoxíð.
- 4.2. Indígo karmínlausn (A)
- 0,2 g af indígo karmíni vegin.
 - Leyst upp í 40 ml af vatni og fyllt upp í 100 g með etanóli.
- Fenólrauðlausn (B)
- vigtið 0,2 g af fenólrauðu.
 - Leysið upp í 6 ml af natríumhýdroxíði 0,1 mól/l og fyllt upp að merkinu með vatni í 100 ml mælikolbu.

5. BÚNAÐUR
- 5.1. Mælipípa (býretta) eða sjálfvirkur títrari.
- 5.2. Rennipípa, 100 ml.
- 5.3. Kolba með kúlulaga botni og slípuðum glertappa, 250 ml.
- 5.4. Endurstreymispéttir (reflux condenser) með slípuðum glertappa.
6. VINNUAÐFERÐ
- 100 ml af sýninu eru teknir með rennipípu og settir á 250 ml kolbu með kúlulaga botni.
 - suðusteinum bætt út í og hitað að suðu stutta stund með endurstreymispétti á.
 - Einum dropa úr litvísnum A og B bætt út í heita lausnina.
 - Því næst er títrað með natríumhýdroxíði, 0,01 mól/l, þar til fyrstu merki um litabreytingu úr grængulu í fjólublátt sjást.
7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA
- 7.1. Formúla og reikniaðferð
- Heildarmagn sýru, tilgreind sem ediksýra, í g á hvern hl 100% etanóls (miðað við rúmmál) er gefið upp sem:
- $$\frac{V \times 60}{T}$$
- þar sem:
- V er fjöldi ml af 0,01 mól/l natríumhýdroxíði sem þarf til að gera lausnina hlutlausu,
- T er alkóhólstyrkleiki sýnisins (miðað við rúmmál) ákvarðaður samkvæmt aðferð 1.
- 7.2. Endurtekningarhæfni
- Munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á sama sýni, samtímis eða án þess að hlé verði á milli, af sama greinanda og við sams konar skilyrði, má ekki vera meiri en 0,1 g í hverjum hl 100% etanóls miðað við rúmmál.

Aðferð 7: Magn estera ákvarðað

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ
- Með aðferðinni er unnt að ákvarða magn estera, tilgreint sem etýlasetat, í bragðlausu alkóhóli.
2. SKILGREINING
- Magn estera: magn estera, tilgreint sem etýlasetat, með þeirri aðferð sem hér er lýst.
3. MEGINREGLA
- Esterar hvarfast magnbundið við hýdroxýlamín vetnisklóríð í alkalílausnum og mynda hýdroxýlamínósýrur. Þær mynda síðan litaðar samsetningar (komplexa) með járnjónum í sýrulausn. Ljósþéttni þessara samsetninga er mæld við 525 nm.
4. HVARFEFNI
- 4.1. Saltsýra 4 mól/l.
- 4.2. Járnklóríðlausn, 0,37 mól/l í 1 mól/l saltsýru.
- 4.3. Hýdroxýlamín vetnisklóríð, 2 mól/l. Geymist í kæli.
- 4.4. Natríumhýdroxíðlausn, 3,5 mól/l.
- 4.5. Etýlasetatstaðlaussnir með 0,0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 og 1,0 g etýlasetat á hl esterfrís 96% etanóls (miðað við rúmmál).
5. BÚNAÐUR
- 5.1. Litrófsmælir með 50 mm kúvettum.

6. VINNUAÐFERÐ
- 6.1. Kvörðunarferill
- Nákvæmlega 1,0 g af etýlasetati vegið á fínvog.
 - Esterfrú alkóhóli bætt í 1 000 ml mælikolbu og fyllt upp að merkinu við 20 °C.
 - Þynningin skal gerð í tveimur þrepum og blandaðar 20 viðmiðunarlausnir með 0,1 til 1,0 mg etýlasetati í 100 ml.
 - Gleypnigildi fyrir þessar viðmiðunarlausnir ákvarðað samkvæmt 6.2 og línurit búið til.
- 6.2. Magn estera ákvarðað
- 10 ml af sýninu eru teknir með rennipípu og settir í tilraunaglós með slípuðum glertöppum.
 - 2 ml af hýdroxýlamín vetnisklórláusn bætt við.
 - Um leið er búið til núllpróf með því að nota 10 ml af esterfrú 96% etanóli (miðað við rúmmál) og 2 ml af hýdroxýlamín vetnisklórláusn.
 - Því næst er 2 ml af natríumhýdroxíði bætt í hverja lausn, lokað með slípuðum glertappa og hrist vel.
 - Sett í vatnsbað í 15 mínútur við 20 °C hita.
 - 2 ml af saltsýru bætt í hvert tilraunglas, hristið stutt.
 - 2 ml af járnklórláusn bætt við, blandið vel.
 - Innihaldi hellt í kúvettur.
 - Gleypni ákvörðuð við 546 nm.

7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA

7.1. Formúla og reikniaðferð

Gerið feril fyrir ljóspéttni staðlanna sem fall af styrk.

Magn estera (tilgreint sem etýlasetat = A) sem samsvarar gleypni er lesið af línuritinu og reiknað samkvæmt formúlunni:

$$\frac{A \times 100}{T}$$

og gefið upp sem g á hvern hl 100% etanóls (miðað við rúmmál),

þar sem T = alkóhólstyrkleiki sýnisins miðað við rúmmál samkvæmt aðferð 1.

7.2. Endurtekningarræfni

Munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á sama sýni, samtímis eða án þess að hlé verði á milli, af sama greinanda og við sams konar skilyrði, má ekki vera meiri en 0,1 g estera í hverjum hl 100% etanóls miðað við rúmmál.

Aðferð 8: Magn rokkgjarnra köfnunarefnisbasa ákvarðað

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með aðferðinni er unnt að ákvarða magn rokkgjarnra köfnunarefnisbasa, tilgreint sem köfnunarefni, í bragðlausu alkóhóli.

2. SKILGREINING

Magn rokkgjarnra köfnunarefnisbasa: magn rokkgjarnra köfnunarefnisbasa, tilgreint sem köfnunarefni, ákvarðað með þeirri aðferð sem hér er lýst.

3. MEGINREGLA

Sýnið er látið gufa upp, þar til lítið magn er eftir, í brennisteinssýru og magn ammóníaks síðan ákvarðað með því að nota Conway-flæðitæknina.

4. HVARFEFNI

4.1. Brennisteinssýra, 1 mól/l.

- 4.2. Bórsýrulítvísilausn. Leysa skal upp 10 g af bórsýru, 8 mg af brómókresólgrænu og 4 mg af metýlrauðu, 30% própan-2-óli (miðað við rúmmál) og fyllt upp að 1 000 ml með 30% própan-2-óli (miðað við rúmmál).
- 4.3. Kalíumhýdroxíðlausn, 500 g/l, kolefnisdíoxíðfrí.
- 4.4. Saltsýra, 0,02 mól/l.
5. BÚNAÐUR
- 5.1. Uppgufunarskál sem þarf að geta tekið 50 ml af sýni.
- 5.2. Vatnsbað.
- 5.3. Conway-flaska með loki sem fellur þétt að; sjá mynd 1 varðandi lýsingu og mál.
- 5.4. Smámælípípa (míkróbýretta), 2 til 5 ml, kvörðuð á 0,01 ml bili.
6. VINNUAÐFERÐ
- 6.1. 50 ml af sýninu (taka skal 200 ml sýnis ef talið er að magn köfnunarefnis sé minna en 0,2 g á hvern hl sýnis) eru teknir með rennipípu og settir í glerskál, 1 ml af 1 mól/l brennisteinssýru (4.1.) bætt á, skálin (5.1.) er sett í vatnsbað (5.2.) og látið gufa upp af henni þar til u.þ.b. 1 ml er eftir.
- 6.2. 1 ml af bórsýrulítvísilausn (4.2.) er tekinn með rennipípu og settur í innra hólf Conway-flösku (5.3) og skolið vökvanum sem eftir stendur eftir uppgufunina (6.1) yfir í ytra hólf. Conway-flöskunni er hallað lífíllega og u.þ.b. 1 ml af kalíumhýdroxíðlausn bætt við (4.3) í ytra hólf eins fljótt og unnt er en þó eins fjarri frá megninu af vökvanum í ytra hólfinu og hægt er. Conway-flaskan er innsiglið undireins með loki sem fellur þétt að og smurt er með fitu.
- 6.3. Lausnunum tveimur er blandað saman í ytra hólfinu og skal varast að vökvi fari á milli hólf. Látið standa í tvær klukkustundir.
- 6.4. Ammoníakið í innra hólfinu er títrað með 0,02 mól/l af saltsýru (4.4) með því að nota smámælípípu (5.4) þar til lausnin er hlutlaus. Rúmmál þeirrar sýru sem er notuð ætti að vera á bilinu 0,2 og 0,9 ml; rúmmál sýru sem er notuð skal vera V_1 ml.
- 6.5. Núlltítrun framkvæmd með því að endurtaka 6.1 til 6.4 en í stað 50 ml af sýninu í 6.1 komi sama magn af vatni. Rúmmál saltsýru sem er notuð skal vera V_2 ml.

7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA

7.1. Formúla og reikniáðferð

Magn rokjamra köfnunarefnisbasa í g á hvern hl 100% etanóls (miðað við rúmmál), reiknað og tilgreint sem köfnunarefni, gefinn upp sem:

$$\frac{(V_1 - V_2) \times 2800}{E \times T}$$

þar sem:

V_1 er rúmmál saltsýru sem er notuð, mælt í ml, til að gera sýnið hlutlaust.

V_2 er rúmmál saltsýru sem er notuð í núllpróf, mælt í ml.

T er alkóhólstyrkleiki sýnisins (miðað við rúmmál) ákvarðaður samkvæmt aðferð 1.

E er það magn sem er notað af sýninu, mælt í ml.

7.2. Endurtekningarræfni

Munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á sama sýni, samtímis eða án þess að hlé verði á milli, af sama greinanda og við sams konar skilyrði, má ekki vera meiri en 0,05 g í hverjum hl 100% etanóls miðað við rúmmál.

Kolba séð ofan frá

Lóðrétt snið A – B

Dæmigerð mál sem eru gefin upp

Mynd 1

Conway-flaska

Aðferð 9: Magn metanóls ákvarðað

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með aðferðinni er unnt að ákvarða magn metanóls í bragðlausu alkóhóli.

2. SKILGREINING

Magn metanóls: magn metanóls ákvarðað með þeirri aðferð sem hér er lýst.

3. MEGINREGLA

Magn metanóls er ákvarðað með því sprauta sýninu beint í gasvökvagreini.

4. VINNUAÐFERÐ

Hægt er að nota hvernig gasvökvagreini sem er ef gasgreinissúlan og önnur skilyrði gera kleift að greina algerlega á milli metanóls, asetaldéhýðs, etanóls og etýlasetats. Unnt skal vera að greina minna en 2 g/hl af metanóli í etanóli.

5. ENDURTEKNINGARHÆFNI

Munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á sama sýni, samtímis eða án þess að hlé verði á milli, af sama greinanda og við sams konar skilyrði, má ekki vera meiri en 2 g metanóls í hverjum hl 100% etanóls miðað við rúmmál.

Aðferð 10: Magn þurrefnaleifa ákvarðað

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með aðferðinni er unnt að ákvarða magn þurrefnaleifa í bragðlausu alkóhóli.

2. SKILGREINING

Magn þurrefnaleifa: magn þurrefnaleifa ákvarðað með þeirri aðferð sem hér er lýst.

3. MEGINREGLA

Skammtur af sýninu er þurrkaður við 103 °C og magn þurrefnaleifa ákvarðað með þyngdarmælingu.

4. BÚNAÐUR

4.1. Sjóðandi vatnsbað.

4.2. Nægilega stór uppgufunarskál.

4.3. Þurrkskál, með nývirkjuðu kísilhlaupi (eða sambærilegu þurrkefni)sem gefur til kynna rakainnihald.

4.4. Fínvog.

4.5. Ofn sem er haldið við 103 ± 2 °C hita.

5. VINNUAÐFERÐ

Hrein, þurr uppgufunarskál (4.2) er vegin nákvæmlega (m_o), nákvæmni 0,1 mg. Hæfilegt magn af sýni er tekið með rennipípu, í nokkrum þrepum ef nauðsyn krefur, og sett í skálina (100 — 250 ml) (V_o ml). Skálin með sýninu er sett í sjóðandi vatnsbað (4.1) og látið þorna. Sett í ofn (4.5) við 103 ± 2 °C í 30 mínútur og skálin með leifunum því næst færð á þurrkskál (4.3). Skálin látin kólna í 30 mínútur og hún því næst vegin með þurrefnunum (M_1), nákvæmni 0,1 mg.

6. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA

6.1. Formúla og reikniaðferð

Magn þurrefna í g á hvern hl af 100% etanóli miðað við rúmmál er gefið upp sem:

$$\frac{(M_1 - M_o) \times 107}{V_o \times T}$$

þar sem:

M_o er massi hreinnar, þurrar skálar, mældur í g,

M_1 er massi skálar og leifa eftir þurrkun, mældur í g,

V_o er rúmmál sýnis fyrir þurrkun, og

T er alkóhólstyrkleiki sýnisins (miðað við rúmmál) ákvarðaður samkvæmt aðferð 1.

6.2. Endurtekningarhæfni

Munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana sem gerðar eru á sama sýni, samtímis eða án þess að hlé verði á milli, af sama greinanda og við sams konar skilyrði, má ekki vera meiri en 0,5 g í hverjum hl 100% etanóls miðað við rúmmál.

Aðferð 11: Prófun á hvort fúrfúral er til staðar

1. UMFANG OG GILDISSVIÐ
Með aðferðinni er unnt að ákvarða hvort fúrfúral er til staðar í bragðlausu alkóhóli.
2. SKILGREINING
Greining á fúrfúral: markgreining ákvarðað með þeirri aðferð sem hér er lýst.
3. MEGINREGLA
Alkóhólsýnið er blandað með anilíni og ísediki. Ef fúrfúral er fyrir hendi sést það á laxableikum lit sem kemur fram í lausninni innan 20 mínútna eftir blöndun.
4. HVARFEFNI
 - 4.1. Anilín, nýeimað.
 - 4.2. Ísedik.
5. BÚNAÐUR
Tilraunaglós með slípuðum glertöppum.
6. VINNUAÐFERÐ
10 ml af sýninu eru teknir með rennipípu og settir í tilraunaglas (5); 0,5 ml af anilíni og 2 ml af ísediki bætt við. Glasið hrist til þess að innihaldið blandist saman.
7. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA
 - 7.1. Niðurstöður prófunar túlkaðar.
Ef laxableikur litur myndast í glasinu á innan við 20 mínútum er prófið jákvætt og sýnið inniheldur fúrfúral.
 - 7.2. Athugasemdir
Enginn munur má vera á niðurstöðum tveggja markprófana sem gerðar eru á sama sýni, samtímis eða án þess að hlé verði á milli, af sama greinanda og við sams konar skilyrði.

Aðferð 12: Prófun á gleypni útfjólublárra geisla

1. UMFANG
Með aðferðinni er ljósgagnsæi bragðlauss alkóhóls ákvarðað.
2. MEGINREGLA
Ljósgagnsæi sýnisins við bylgjulengdina 220 til 270 nm er mæld og miðuð við skilgreint viðmiðunarefni með mikið ljósgagnsæi.
3. BÚNAÐUR
 - 3.1. UV-VIS litrófsmælir.
 - 3.2. Kvartskúvettur, 10 mm, með sömu litrófsdreifingu.
4. HVARFEFNI
n-Hexan fyrir litrófsgreiningu.
5. VINNUAÐFERÐ
 - Hreinar kúvettur eru skolaðar með sýninu og sýninu síðan hellt í; kúvetturarnar eru þurrkaðar að utan.
 - Viðmiðunarkúvetturarnar eru skolaðar á sama hátt með n-Hexan og þær fylltar.
 - Gleypni ákvörðuð og línurit dregið upp.
6. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA
Gleypni við 270, 240, 230 og 220 nm má ekki vera hærri en: 0,02, 0,08, 0,18 og 0,3. Gleypniferillinn á að vera jafn og reglulegur.

Aðferð 13: Magn ^{14}C í etanóli ákvarðað**1. AÐFERÐ TIL AÐ ÁKVARÐA TEGUND ALKÓHÓLS**

Með því að ákvarða magn ^{14}C í etanóli er unnt að gera greinarmun á alkóhóli sem fæst úr jarðefnaeldsneyti (unnið alkóhól) og alkóhóls úr nýlegu hráefni (gerjað alkóhól).

2. SKILGREINING

Magn ^{14}C í etanóli telst vera það magn ^{14}C sem ákvarðast með þeirri aðferð sem hér er lýst. Magn náttúrulegs ^{14}C í andrúmsloftinu (viðmiðunargildi) sem lífrænn gróður tekur í sig við tillífun er ekki föst stærð. Af þeim sökum er viðmiðunargildi fyrir etanól ákvarðað miðað við síðasta vaxtaskeið. Þetta árlega viðmiðunargildi er ákvarðað á hverju ári á grundvelli sameiginlegrar greiningar sem Viðmiðunarskrifstofa bandalagsins og Sameiginlega rannsóknamiðstöðin í Ispra sjá um.

3. MEGINREGLA

Magn ^{14}C í sýnum sem innihalda alkóhól með a.m.k. 85% etanól (miðað við massa), er ákvarðað beint með sindurtalningu í vökva.

4. HVARFEFNI**4.1. Tólúensindur**

5,0 g 2,5-dífenýloxasól (PPO)

0,5 g p-bis-[4-metýl-5-fenýloxasólýl(2)]-bensen (dímetýl-POPOP) í 1 lítra af tólúeni (hreinleiki fyrir efnagreiningu).

Einnig er heimilt að nota tilbúna, aðkeypta tólúensindurnema með þessari samsetningu.

4.2. Staðall ^{14}C

n-Hexadekan ^{14}C með u.þ.b. 1×10^6 dpm/g virkni (u.þ.b. $1,67 \times 10^6$ cBq/g) og tryggða nákvæmni ákvarðaðrar virkni $\pm 2\%$ rel.

4.3. ^{14}C -frítt etanól

Unnið alkóhól úr jarðefnum með a.m.k. 85% etanól (miðað við massa) til að ákvarða bakgrunnsgildi.

4.4. Alkóhól úr nýlegu hráefni frá síðasta vaxtaskeiði með u.þ.b. 85% etanól (miðað við massa) sem viðmiðunarefni.**5. BÚNAÐUR****5.1. Margrásavökvasindurlitrófssjá með vinnslubúnaði og sjálfvirkri ytri stöðlun og sem sýnir ytra hlutfall stöðlunar/rásar (algeng hönnun: þrjár mælirásir og tvær ytri stöðlunarrásir).****5.2. Kalíumrýr mæliglös sem hæfa litrófssjanni, með dökkum lokum fóðruð með fjöletýleni að innan.****5.3. Rúmmálsrennipípur (rúmmálsþéttur), 10 ml.****5.4. Sjálfvirkur 10 ml skammtari.****5.5. Kolba með kúlulaga botni og slípuðum glertappa, 250 ml.****5.6. Eimingarbúnaður fyrir alkóhól með hitunarhlíf, t.d. af gerðinni Micko.****5.7. Míkrólítrasprautur, 50 μl .****5.8. Pýknómetertrekt, pýknómetrar 25 ml og 50 ml.****5.9. Hitastillir með nákvæmni $\pm 0,01$ °C.****5.10. Opinberar töflur yfir alkóhól í samræmi við tilskipun ráðsins frá 27. júlí 1976 um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi alkóhól-töflur, birt af framkvæmdastjórn Evrópubandalaganna (ISBN 92-825-0146-9).**

6. VINNUAÐFERÐ

6.1. Búnaður stilltur

Stilla skal búnaðinn samkvæmt fyrirmælum framleiðanda. Skilyrði til mælinga eru best þegar gildið E_2/B , eðlisvísir, er í hámarki.

E = gildi skilvirkni

B = bakgrunnsgildi

Aðeins tvær mælirásir eru stilltar. Sú þriðja er látin standa alveg opin til eftirlits.

6.2. Mælirásir valdar

Fleiri mælirásir en þörf verður á síðar eru fylltar með 10 ml af ^{14}C -fríu unnu etanóli og 10 ml af tólúensindri. Hver þeirra er mæld í a.m.k. 4×100 mínútur. Ef bakgrunnur rásar vikur meira en $\pm 1\%$ rel. frá meðaltali er hún ekki notuð. Einungis er heimilt að nota rásir sem eru nýjar úr verksmiðjunni og úr sömu framleiðslulotu.

6.3. Hlutfall milli ytri stöðlunnar/rásar (ESCR) ákvarðað

Þegar rásirnar eru stilltar (6.1) er ESCR ákvarðað með því að nota viðeigandi tölvuforrit þar sem virkni er ákvörðuð. Notaður er ytri staðallinn 137 sesíum sem er innbyggður í framleiðsluna.

6.4. Sýnið undirbúið

Hægt er að mæla sýni með a.m.k. 85% etanól (miðað við massa) og án óhreininda sem hafa gleypni á bylgjulengd undir 450 nm. Litlar efnaleifar estera og aldehyða hafa ekki áhrif. Þegar búið er að fleygja fyrstu ml af sýninu er það eimað beint í pýknómeter og alkóhólmagn þess ákvarðað með honum. Gildin sem eru ákvörðuð eru tekin úr opinberu alkóhól-töflunum.

7. MÆLING SÝNA SAMKVÆMT YTRI STÖDLUM

7.1. Sýni með örlítið minni gleypni eins og þau sem er lýst í 6.4 með ESCR í u.þ.b. 1.8 má mæla með ESCR, en það sýnir virkni.

7.2. Mælingar

10 ml af sýnunum sem eru blönduð samkvæmt 6.4 eru teknir með rennipípu og settir í mælirásir sem eru valdar eftir bakgrunni og 10 ml tólúensindri er bætt við með sjálfvirkum skammtara. Sýnin í rásunum eru gerð einsleit með hæfilegum hringlaga hreyfingum; vökvinn má ekki bleyta fjöletýlenið innan á lokinu. Rás með ^{14}C -fríu unnu etanóli er útbúin á sama hátt til að mæla bakgrunninn. Til að athuga árlegt ^{14}C -gildi er samhliða gerð nákvæm blanda af nýlegu etanóli frá síðasta vaxtaskeiði um leið og innri staðli er blandað í tilraunaglas, sjá 8.

Viðmiðunarsýnum og bakgrunnssýnum er komið fyrir við upphaf mæliraðanna, en einungis ætti að hafa 10 sýni til greiningar. Heildarmælitími fyrir hvert sýni er a.m.k. 2×100 mínútur, þá ætti að gera mælingar á hverju sýni hluta úr 100 mínútum þannig að sjá megi breytingar án mælingar eða aðra galla. (Einn hringur samsvarar því 100 mínútna mælitímabili á hvert sýni.)

Blanda ætti ný viðmiðunarsýni og bakgrunnssýni á fjögurra vikna fresti.

Þessi aðferð krefst lítills tíma og efnis og hentar einkum ósérhæfðum rannsóknastofum sem þurfa að greina mörg sýni.

Ef um er að ræða sýni með örlítið minni gleypni (ESCR u.þ.b. 1.8) hefur breyting á þessu gildi aðeins takmörkuð áhrif á virknina. Ef breytingin er innan við $\pm 5\%$ rel. má búast við sömu virkni. Ef um er að ræða sýni með meiri gleypni, t.d. mengað alkóhól, má ákveða virkni með leiðréttingarlínuriti fyrir virkni. Ef viðeigandi tölvuforrit er ekki fyrir hendi verður að nota innri staðla sem gefa óyggjandi niðurstöður.

8. MÆLING SÝNA SAMKVÆMT INNRI STÖDLUM HEXADEKAN ¹⁴C

8.1. Vinnuaðferð

Viðmiðunarsýni og bakgrunnssýni (nýlegt etanól og jarðefnaetanól) og óþekkta efnið eru hvert um sig mælt í tvítaki (parsýni). Annað sýnið er útbúið í tilraunaglas sem er ekki sérvalið og nákvæmlega mældur skammtur (30 µl) af hexadekan¹⁴C er bætt við sem innri staðli (aukun virkni u.þ.b. 26 269 dpm/gC u.þ.b. 43 782 cBq/gC). Við undirbúning sýna og mælitíma hinna sýnanna sjá 7.2, en mælitíma sýna með innri staðli má stytta niður í fimm mínútur með því að stilla fyrirfram á 10⁵ slög. Notað er annað bakgrunnssýni og annað viðmiðunarsýni í hvert mælingarferli; þau eru sett við upphaf mæliraðarinnar.

8.2. Meðhöndlun innri staðals og mæliglasanna

Til að koma í veg fyrir mengun þegar mælt er með innri stödlum skal geyma og meðhöndla þá langt frá því svæði þar sem sýni til greiningar eru blönduð og mæld. Þegar mælingum er lokið má endurnýta mæliglös sem könnuð voru með tilliti til bakgrunns. Henda skal skrúfuðu lokunum og glösunum sem innihéldu innri staðlana.

9. FRAMSETNING NIÐURSTAÐNA

9.1. Virknieining í geislavirku efni er becquerel; 1 bq = 1 sundrun/sek.

Sérstök geislavirkni er gefin upp í becquerel á hvert gramm kolefnis = Bq/gC.

Til að fá hagnýtari niðurstöður er best að sýna niðurstöðurnar í centi-becquerel = cBq/gC.

Heimilt er enn um sinn að halda í lýsingar og formúlur sem eru notaðar í fræðunum og byggjast á dpm. Til að fá samsvarandi gildi í cBq margfaldið einfaldlega dpm-gildið með $\frac{100}{60}$.

9.2. Framsetning niðurstaðna með ytri stödlum

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

9.3. Framsetning niðurstaðna með innri stödlum

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

9.4. Skammstafanir

cpm_{pr} = meðaltalningargildi sýnis miðað við allan mælingartímann.

cpm_{NE} = meðalgildi bakgrunnstalinga reiknað á sama hátt.

cpm_{is} = fjöldi innri staðla sem bætt er við (kvörðuð geislavirkni dpm).

dpm_{is} = magn innri staðla sem bætt er við (kvörðuð geislavirkni dpm).

V = rúmmál sýna sem eru notuð, mælt í ml.

F = magn í grömmum af hreinu alkóhóli á hvern ml sem samsvarar styrk þess.

Z = virkni sem samsvarar ESCR-gildi.

1,918 = grömm af alkóhóli á hvert gramm kolefnis.

10. ÁREIÐANLEIKI AÐFERÐARINNAR

10.1. Endurtekningarhæfni (r)

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

10.2. Samanburðarhæfni (R)

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