

REGLUGERÐ FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR (EB) nr. 2870/2000**frá 19. desember 2000****um tilvísunaraðferðir bandalagsins fyrir greiningu brenndra drykkja**FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Evrópubandalagsins,

með hliðsjón af reglugerð ráðsins (EBE) nr. 1576/89 frá 29. maí 1989 um almennar reglur varðandi skilgreiningu, lýsingu og kynningu á brenndum drykkjum ⁽¹⁾, eins og henni var síðast breytt með lögunum um aðild Austurríkis, Finnlands og Svíþjóðar, einkum 8. mgr. 4. gr.,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

- 1) Í 8. mgr. 4. gr. reglugerðar (EBE) nr. 1576/89 er kveðið á um samþykkt aðferða sem nota skal við greiningu brenndra drykkja. Nota skal tilvísunaraðferðir til að tryggja að farið sé að reglugerð (EBE) nr. 1576/89 og reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EBE) nr. 1014/90 frá 24. apríl 1990 um ítarlegar framkvæmdarreglur varðandi skilgreiningu, lýsingu og kynningu á brenndum drykkjum ⁽²⁾, eins og henni var síðast breytt með reglugerð (EB) nr. 2140/98 ⁽³⁾, þegar hvers kyns opinbert eftirlit fer fram eða ef um ágreining er að ræða.
- 2) Gagnlegt væri að við samþykkt og lýsingu tilvísunargreiningaraðferða bandalagsins væri, að svo miklu leyti sem unnt er, stuðst við almennt viðurkenndar aðferðir.
- 3) Svo að tillit sé tekið til framfara í vísindum og til mismunandi búnaðar opinberra rannsóknastofa skal notkun aðferða, sem byggjast á reglum um mælingar, öðrum en tilvísunaraðferðunum sem lýst er í viðaukanum við þessa reglugerð, leyfð á ábyrgð yfirmanns rannsóknastofunnar, að því tilskildu að aðferðirnar tryggi viðunandi niðurstöður og séu í samræmi við viðmiðanirnar, sem settar eru í viðaukanum við tilskipun ráðsins 85/591/EBE frá 20. desember 1985 um að koma á bandalagsaðferðum við sýnatöku og greiningu vegna matvælaeftirlits ⁽⁴⁾, og að hægt sé að sýna fram á að með þessum aðferðum sé nákvæmni, endurtekningarnákvæmni og samanburðarnákvæmni niðurstaðnanna innan þeirra marka sem fást við notkun tilvísunaraðferðanna sem lýst er í þessari reglugerð. Sé þessum skilyrðum fullnægt skal leyfa notkun annarra greiningaraðferða. Þó er mikils um vert að tilgreina að þegar um ágreining er að ræða er ekki heimilt að aðrar aðferðir komi í stað tilvísunaraðferða.

- 4) Ráðstafanirnar, sem kveðið er á um í þessari reglugerð, eru í samræmi við álit framkvæmdanefndarinnar um brennda drykki.

SAMÞYKKT REGLUGERÐ ÞESSA:

1. gr.

Tilvísunaraðferðir bandalagsins fyrir greiningu brenndra drykkja til að tryggja að farið sé að reglugerð (EBE) nr. 1576/89 og reglugerð (EBE) nr. 1014/90:

— þegar hvers kyns opinbert eftirlit fer fram, eða

— ef um ágreining er að ræða,

skulu vera þær sem settar eru fram í viðaukanum við þessa reglugerð.

2. gr.

Þrátt fyrir fyrsta undirlið 1. gr. skal notkun annarra greiningaraðferða leyfð á ábyrgð yfirmanns rannsóknastofu, að þeim skilyrðum uppfylltum að nákvæmni og samkvæmni (endurtekningarnákvæmni og samanburðarnákvæmni) aðferðanna sé að minnsta kosti samsvarandi viðeigandi tilvísunargreiningaraðferðum sem settar eru fram í viðaukanum.

3. gr.

Þegar ekki er kveðið á um tilvísunargreiningaraðferðir til staðfestingar á tilvist og mælingu efna sem tiltekinn brenndur drykkur inniheldur skulu eftirfarandi aðferðir notaðar:

- a) greiningaraðferðir sem eru fullgiltar samkvæmt alþjóðlega viðurkenndum reglum og eru nánar tiltekið í samræmi við viðmiðanirnar sem settar eru í viðaukanum við tilskipun 85/591/EBE;
- b) greiningaraðferðir sem eru í samræmi við samþykka staðla Alþjóðlegu staðlasamtakanna (ISO);
- c) greiningaraðferðir sem eru viðurkenndar á aðalfundi Alþjóðavínskrifstofunnar (OIV) og birtar á vegum hennar;
- d) ef aðferð, sem getið er í a), b) eða c), er ekki notuð þá, af ástæðum er varða nákvæmni, endurtekningarnákvæmni og samanburðarnákvæmni:

— greiningaraðferð viðurkennd af hlutaðeigandi aðildarríki,

— allar aðrar viðeigandi greiningaraðferðir ef nauðsyn ber til.

⁽¹⁾ Stjtuð. EB L 160, 12.6.1989, bls. 1.

⁽²⁾ Stjtuð. EB L 105, 25.4.1990, bls. 9.

⁽³⁾ Stjtuð. EB L 270, 7.10.1998, bls. 9.

⁽⁴⁾ Stjtuð. EB L 372, 31.12.1985, bls. 50.

4. gr.

Í þessari tilskipun er merking eftirfarandi hugtaka sem hér segir:

- a) „endurtekningarnákvæmnismörk“: það gildi þar sem með 95% líkum má gera ráð fyrir því að tölulegur mismunur liggi að því er varðar niðurstöður tveggja mælinga sem fara fram við sömu skilyrði og með stuttu millibili (sami einstaklingur, sami búnaður, sama rannsóknastofa) {ISO 3534-1};
- b) „samanburðarnákvæmnismörk“: það gildi þar sem með 95% líkum má gera ráð fyrir því að tölulegur mismunur liggi að því er varðar niðurstöður tveggja mælinga sem

fara fram við mismunandi skilyrði (mismunandi einstaklingar, mismunandi búnaður, mismunandi rannsóknastofur) {ISO 3534-1};

- c) „nákvæmni“: mælikvarði á það hversu nálægt viðurkenndu viðmiðunargildi niðurstaða úr prófun er {ISO 3534-1}.

5. gr.

Reglugerð þessi öðlast gildi á sjöunda degi eftir að hún birtist í *Stjórnartíðindum Evrópubandalaganna*.

Hún kemur til framkvæmda 1. janúar 2001.

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

Gjört í Brussel 19. desember 2000.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Franz FISCHLER

framkvæmdastjóri.

VIÐAUKI

LÝSING Á TILVÍSUNARGREININGARADFERÐUM

- I. Ákvörðun alkóhólstyrkleika miðað við rúmmál
 - I. viðbætur: Tilreiðsla eimis
 - II. viðbætur: Mæling á þéttleika eimis
 - Aðferð A = mælingar með vökvavog (pycnometry)
 - Aðferð B = rafræn mæling á þéttleika
 - Aðferð C = mæling á þéttleika með flotvog (hydrostatic balance)
 - II. Ákvörðun heildarmagns þurrefnis með þyngdarmælingu
 - III. Ákvörðun rokgjarna efna og metanóls
 - III.1. Almennar athugasemdir
 - III.2. Rokgjörn fylgiefni (congeners): aldehyð, hærri alkóhól, etýlasetat og metanól (gasgreining)
 - III.3. Rokgjarnar sýrur (p.m.)
 - IV. Blásýra (p.m.)
 - V. Anetól (p.m.)
 - VI. Glýsýrisínsýra (p.m.)
 - VII. Kalkon (p.m.)
 - VIII. Heildarsýkrur (p.m.)
 - IX. Eggjarauða (p.m.)
-

I. ÁKVÖRÐUN ALKÓHÓLSTYRKLEIKA BRENNDRA DRYKKJA MIÐAÐ VIÐ RÚMMÁL

Inngangur

Tilvísunaraðferðin tekur til tveggja viðbæta:

I. viðbætur: Tilreiðsla eimis

II. viðbætur: Mæling á þéttleika eimis

1. Gildissvið

Aðferðin hentar við ákvörðun á raunverulegum alkóhólstyrkleika brenndra drykkja miðað við rúmmál.

2. Tilvísun í staðla

ISO 3696:1987: Water for analytical laboratory use (Vatn til notkunar við greiningu á rannsóknarstofum) – Forskriftir og prófunaraðferðir.

3. Hugtök og skilgreiningar

3.1. Viðmiðunarhitastig:

Viðmiðunarhitastig við ákvörðun alkóhólstyrkleika miðað við rúmmál, þéttleika og eðlisþyngd brenndra drykkja er 20 °C.

Athugasemd 1: Hugtakið „við t °C“ skal einungis nota um mælingar (á þéttleika eða alkóhólstyrkleika miðað við rúmmál) sem gerðar eru við annað hitastig en viðmiðunarhitastigið 20 °C.

3.2. Þéttleiki:

Þéttleikinn er massi á rúmmálseiningu brenndra drykkja í lofttæmi við 20 °C. Hann er gefinn upp í kílógrömmum á rúmmetra og táknaður með $\rho_{20^{\circ}\text{C}}$ eða ρ_{20} .

3.3. Eðlisþyngd:

Eðlisþyngdin er hlutfallið milli þéttleika brenndra drykkja við 20 °C og vatns við sama hitastig, gefið upp sem tugabrot. Hún er gefin til kynna með táknu $d_{20^{\circ}\text{C}/20^{\circ}\text{C}}$ eða $d_{20/20}$, eða eingöngu sem d ef ekki er nein hættu á að það valdi ruglingi. Breytuna, sem mæld var, skal tilgreina á greiningarvottorðinu með ofangreindum táknum einungis.

Athugasemd 2: Mögulegt er að finna eðlisþyngdina út frá þéttleikanum ρ_{20} við 20 °C:

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

þar sem 998,203 er þéttleiki vatns við 20 °C.

3.4. Raunverulegur alkóhólstyrkleiki miðað við rúmmál:

Raunverulegur alkóhólstyrkleiki brenndra drykkja miðað við rúmmál er jafn fjölda lítra etýlalkóhóls í 100 l af blöndu vatns og alkóhóls sem hefur sama þéttleika og alkóhólið eða brenndi drykkurinn eftir eimingu. Viðmiðunargildi fyrir alkóhólstyrkleika, miðað við rúmmál (% vol) við 20 °C á móti þéttleika við 20 °C fyrir mismunandi blöndur vatns og alkóhóls sem nota skal, eru þau sem gefin eru upp í alþjóðlegu töflunni sem Alþjóðlegu lögmælifræðisamtökin samþykktu í tilmælum nr. 22.

Almenna jafnan fyrir alkóhólstyrkleika miðað við rúmmál og þéttleika blöndu vatns og alkóhóls við tiltekið hitastig er sett fram á blaðsíðu 40 í 3. kafla „Alkóhólstyrkleiki miðað við rúmmál“ í viðaukanum við reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EBE) nr. 2676/90 (Stjtið. EB L 272, 3.10.1990, bls. 1) eða í handbók Alþjóðavínskrifstofunnar um greiningaraðferðir (1994) (bls. 17).

Athugasemd 3: Þegar um líkjöra er að ræða, en mjög erfitt er að mæla rúmmál þeirra nákvæmlega, verður að vigta sýnið og alkóhólstyrkleikinn er fyrst reiknaður út frá massa.

Breytingaformúla:

$$\text{alkóhólstyrkleiki miðað við rúmmál (\% vol)} = \frac{\text{ASM (\% massi)} \times P_{20} \text{ (sýni)}}{P_{20} \text{ (alkóhól)}}$$

þar sem ASM = alkóhólstyrkleiki miðað við massa,

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

4. Meginregla

Að eimingu lokinni er alkóhólstyrkleiki eimisins miðað við rúmmál ákvarðaður með mælingu með vökvog, rafrænni mælingu á þéttleika, eða mælingu á þéttleika með flotvog.

I. VIÐBÆTIR: TILREIÐSLA EIMIS

1. **Gildissvið**

Aðferðin hentar við tilreiðslu eimis sem nota á til að ákvarða raunverulegan alkóhólstyrkleika brenndra drykkja miðað við rúmmál.

2. **Meginregla**

Drykkirnir eru eimaðir til þess að aðskilja etýlalkóhól og önnur rokgjörn sambönd frá útdráttarefninu (efni sem eimast ekki).

3. **Prófunarefni og efni**

3.1. Suðuvári.

3.2. Óblandað, froðueyðandi fleyti (fyrir rjómalíkjöra).

4. **Tæki og búnaður**

Venjulegur rannsóknastofubúnaður og einkum eftirfarandi:

4.1. Vatnsbað sem hægt er að halda við 10 °C til 15 °C.

Vatnsbað sem hægt er að halda við 20 °C ($\pm 0,2$ °C).

4.2. Mæliflöskur af flokki A, 100 ml, sem hefur verið fullgilt að 0,1%, og 200 ml sem hefur verið fullgilt að 0,15%.

4.3. Eimingarbúnaður:

4.3.1. Almennar kröfur

Eimingarbúnaðurinn verður að fara að eftirfarandi forskriftum:

- samskeyti skulu ekki vera fleiri en svo að tryggt sé að kerfið leki ekki,
- búnaður sem kemur í veg fyrir að gufan dragi sjóðandi vökvann með sér og jafnar eimingarhraða alkóhólríkrar gufu,
- þétting alkóhólgufunnar skal vera hröð og algjör,
- fyrstu eimingarþáttunum skal safnað í vatnskenndan miðil.

Varmagjafinn skal dreifa varmanum þannig að ekki verði hitavaldandi hvörf í útdráttarefninu.

4.3.2. Mynd 1 sýnir dæmi um heppilegan eimingarbúnað en hann inniheldur eftirfarandi hluta:

- eins lítra flaska með kúptum botni og slípuðum samskeytum,
- a.m.k. 20 cm langt eimingarrör (t.d. Vigreux-súla),
- hnétengi með um það bil 10 cm löngum, sléttum eimsvala (af West-gerð) sem komið er fyrir lóðrétt,
- 40 cm langur kælispirall,
- útdregið glerrör sem leiðir eimið niður á botn kvarðaðrar söfnunarflösku sem inniheldur örlítið vatn.

Athugasemd: búnaðurinn sem lýst er hér að ofan er ætlaður fyrir sýni sem er a.m.k. 200 ml. Engu að síður er hægt að eima minna sýni (100 ml) með því að nota minni eimingarflösku, að því tilskildu að notaður sé dropavari eða annar búnaður til að koma í veg fyrir að gufan dragi með sér sjóðandi vökva.

5. **Geymsla prófunarsýna**

Sýni eru geymd við stofuhita áður en greining fer fram.

6. **Framkvæmd**

Athugasemd:

Eiming getur einnig farið fram samkvæmt aðferðinni sem Alþjóðasamtökin um hreina og hagnýta efnafræði (IUPAC) birtu (1968).

6.1. Sannprófun eimingarbúnaðarins.

Búnaðurinn verður að vera hæfur til eftirfarandi nota:

Eiming 200 ml vatns- og alkóhóllaunar með þekktum styrk nálægt 50% af rúmmáli má ekki valda meiri rýmun á alkóhóli en sem nemur 0,1% miðað við rúmmál.

- 6.2. Brenndir drykkir með alkóhólstyrkleika undir 50% miðað við rúmmál.
- Hellið 200 ml af brennda drykknum yfir í mæliflösku.
- Skráðið hitastig þessa vökva eða haldið honum við staðalhitastig (20 °C).
- Hellið sýninu í flösku með kúptum botni sem tilheyrir eimingarbúnaðinum og skolið mæliflöskuna þrisvar sinnum með um það bil 20 ml af eimuðu vatni. Hellið skolvökvanum saman við innihald eimingarflöskunnar.
- Athugasemd: Þessi 60 ml þynning er nægileg fyrir brennda drykki sem innihalda minna en 250 g af þurrum kjarna á lítra. Til að forðast hitasundrun verður rúmmál skolvatns að vera að minnsta kosti 70 ml ef styrkur þurrefnis er 300 g/l, 85 ml fyrir 400 g/l þurrefnis, og 100 ml fyrir 500 g/l þurrefnis (sumir ávaxta- og rjómalíkjörar). Rúmmálið skal lagað hlutfallslega að mismunandi sýnisrúmmáli.
- Bætið við fáeinum kornum af suðuvara (3.1) (og froðueyði fyrir rjómalíkjöra).
- Hellið 20 ml af eimuðu vatni í upphaflegu 200 ml mæliflöskuna sem skal nota til að geyma eimið í. Mæliflöskunni skal síðan komið fyrir í köldu vatnsbaði (4.1) (við 10–15 °C fyrir brennda drykki sem eru bragðbættir með anísfræjum).
- Við eiminguna ber að forðast að gufan dragi með sér sjóðandi vökva og að kolun verði og hrista skal innihald flöskunnar öðru hverju. Eima skal þar til eimaði vökvinn er örfáum millímetrum undir kvarðamerki mæliflöskunnar.
- Þegar hitastig eimisins hefur náð upphafshitastigi vökvans $\pm 0,5$ °C er eimuðu vatni hellt í upp að merkinu og hrært vel.
- Þetta eimi er notað við ákvörðun alkóhólstyrkleika miðað við rúmmál (II. viðbættir).
- 6.3. Brenndir drykkir með alkóhólstyrkleika yfir 50% miðað við rúmmál.
- Hellið 100 ml af brennda drykknum yfir í 100 ml mæliflösku og hellið yfir í flösku með kúptum botni sem tilheyrir eimingarbúnaðinum.
- Skolið mæliflöskuna nokkrum sinnum með eimuðu vatni og bætið skolvatninu við innihald eimingarflöskunnar með kúpta botninum. Notið svo mikið vatn að innihald flöskunnar verði um það bil 230 ml.
- Hellið 20 ml af eimuðu vatni í 200 ml mæliflösku sem skal nota til að geyma eimið í. Mæliflöskunni skal síðan komið fyrir í köldu vatnsbaði (4.1) (við 10–15 °C fyrir brennda drykki sem eru bragðbættir með anísfræjum).
- Eimið þangað til eimaði vökvinn er örfáum millímetrum undir kvarðamerki 200 ml mæliflöskunnar og hristið innihaldið öðru hverju á meðan.
- Þegar hitastig eimisins hefur náð upphafshitastigi vökvans $\pm 0,5$ °C er eimuðu vatni hellt í upp að merkinu og hrært vel.
- Þetta eimi er notað við ákvörðun alkóhólstyrkleika miðað við rúmmál (II. viðbættir).
- Athugasemd: Alkóhólstyrkleiki brennda drykkjarins miðað við rúmmál er tvöfaldur alkóhólstyrkleiki eimisins.

II. VIÐBÆTIR: MÆLING Á ÞÉTTLEIKA EIMIS

AÐFERÐ A: ÁKVÖRDUN RAUNVERULEGS ALKÓHÓLSTYRKLEIKA BRENNDRÁ DRYKKJA MIÐAÐ VIÐ RÚMMÁL — MÆLINGAR MEÐ VÖKVAVOG

A.1. **Meginregla**

Alkóhólstyrkleiki miðað við rúmmál er ákvarðaður út frá þéttleika eimisins sem mældur er með vökvavog.

A.2. **Prófunarefni og efni**

Ef annað er ekki tekið fram skal í greiningu aðeins nota prófunarefni með hreinleika sem er viðurkenndur til greiningar og vatn sem er að minnsta kosti af hreinleikastigi 3 eins og það er skilgreint samkvæmt ISO 3696:1987.

A.2.1. Natríumklóríðlausn (2% massi miðað við rúmmál)

Tilreiðið 1 lítra með því að vigta 20 g af natríumklóríði og leysa þau upp í vatni þannig að lokarúmmálið verði 1 lítri.

A.3. **Tæki og búnaður**

Venjulegur rannsóknastofubúnaður og einkum eftirfarandi:

A.3.1. Fínvog með 0,1 mg nákvæmni.

A.3.2. Hitamælir með samskeytum úr slípuðu gleri, kvarðaður í tíundu hlutum úr gráðu frá 10 til 30 °C. Hitamælirinn skal vera fullgiltur eða borinn saman við fullgiltan hitamæli.

A.3.3. Vökvavog úr pýrexgleri með um það bil 100 ml rúmmáli ásamt hitamæli úr slípuðu gleri sem má fjarlægja (A.3.2). Á vökvavoginni skal vera hliðarrör, 25 mm langt og með 1 mm (hámark) innanmál, sem endar í keilulaga, slípuðum samskeytum. Ef við á má nota aðrar vökvavogir sem lýst er í ISO 3507, t.d. 50 ml vökvavog.

A.3.4. Töruflaska með sama ytra rúmmáli (± 1 ml) og vökvavogin og með massa sem er jafn massa vökvavogarinnar þegar hún hefur verið fyllt með vökva með þéttleikanum 1,01 (natríumklóríðlausn samkvæmt A.2.1).

A.3.5. Hitaeinangruð hlíf sem fellur nákvæmlega að vökvavoginni.

1. athugasemd: Aðferðin við að ákvarða þéttleika brenndra drykkja í lofttæmi krefst notkunar tveggja skála vogar, vökvavogar og töruflösku með sama ytra rúmmáli til að jafna út áhrif sem stafa af hugsanlegum lyftikrafti lofts á tilteknu augnabliki. Þessa einföldu aðferð má einnig nota með einnar skálar vog, að því tilskildu að töruflaskan sé vigtuð aftur til að fylgjast með hugsanlegum breytingum á lyftikrafti lofts.

A.4. **Framkvæmd**

Athugasemdir:

Eftirfarandi er lýsing á aðferð þar sem 100 ml vökvavog er notuð við ákvörðun á alkóhólstyrkleika en þannig fæst mesta nákvæmni. Þó er hægt að nota minni vökvavog, til dæmis 50 ml.

A.4.1. Kvörðun vökvavogarinnar

Vökvavogin er kvörðuð með því að ákvarða eftirfarandi færíbreytur:

- töru tómrar vökvavogar,
- rúmmál vökvavogarinnar við 20 °C,
- massa vökvavogarinnar við 20 °C þegar hún er full af vatni.

A.4.1.1. Kvörðun með einnar skálar vog:

Ákvarða þarf:

- massa vökvavogarinnar (P) þegar hún er hrein og þurr,
- massa vökvavogarinnar við t °C þegar hún er full af vatni (P1),
- massa töruflöskunnar (T0).

A.4.1.1.1. Vigtíð hreina, þurra vökvavogina (P).

A.4.1.1.2. Fyllið vökvavogina varlega með eimuðu vatni sem er við umhverfishita og komið hitamælinum fyrir.

Þurrkið vökvavogina varlega og setjið hana í hitaeinangruðu hlífina. Blandið innihaldinu með því að hvolfa ílátinu nokkrum sinnum þar til aflestur af hitamælinum er orðinn stöðugur.

Komið vökvavoginni þannig fyrir að hún standist á við efri brún hliðarrörsins. Lesið hitastigið t °C nákvæmlega og leiðréttið ónákvæmni í hitakvarðanum ef nauðsyn ber til.

Vigtið vatnsfyllta vökvavogina (P1).

A.4.1.1.3. Vigtið töruflöskuna (T0).

A.4.1.1.4. Útreikningur

— Tara tómrar vökvavogar = $P - m$

þar sem m er massi lofts í vökvavoginni.

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

2. athugasemd: 0,0012 er þéttleiki þurrs lofts við 20 °C við þrýstinginn 760 mm Hg

— Rúmmál vökvavogarinnar við 20 °C:

$$V_{20\text{ °C}} = [P1 - (P - m)] \times F_1$$

þar sem F_1 er stuðullinn fyrir hitastig t °C tekinn úr töflu I í 1. kafla „Þéttleiki og eðlisþyngd“ í viðaukanum við reglugerð (EBE) nr. 2676/90 (bls. 10).

$V_{20\text{ °C}}$ skal vera þekkt með nákvæmninni 0,001 ml.

— Massi vatns í vökvavoginni við 20 °C:

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

þar sem 0,998203 er þéttleiki vatns við 20 °C.

3. athugasemd: Ef nauðsyn krefur má nota gildið 0,99715 fyrir þéttleika í lofti og reikna alkóhólstyrkleikann út miðað við samsvarandi þéttleika í lofti samkvæmt töflum tolla- og skattayfirvalda í Breska konungsríkinu (HM Customs and Excise tables in air).

A.4.1.2. Kvörðun með tveggja skála vog:

A.4.1.2.1. Setjið töruflöskuna á vinstri skálina og hreina, þurra vökvavogina með söfnunartappa á hægri skálina. Finnið jafnvægið með því að setja lóð þeim megin sem vökvavogin er: p grömm.

A.4.1.2.2. Fyllið vökvavogina varlega með eimuðu vatni sem er við umhverfishita og komið hitamælinum fyrir; þurrkið vökvavogina varlega og setjið hana í hitaeinangruðu hlífina; blandið innihaldið með því að hvolfa ílátinu nokkrum sinnum þar til aflestur hitamælisins er orðinn stöðugur.

Látið vökvavogina standast nákvæmlega á við efri brún hliðarrörsins. Hreinsið hliðarrörið, setjið söfnunartappann í; lesið hitastigið t °C nákvæmlega og leiðréttið ónákvæmni í hitakvarðanum ef nauðsyn ber til.

Vigtið vatnsfyllta vökvavogina og er p' sú þyngd í grömmum sem þarf til að ná fram jafnvægi.

A.4.1.2.3. Útreikningur

— Tara tómrar vökvavogar = $p + m$

þar sem m er massi lofts í vökvavoginni.

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

— Rúmmál vökvavogarinnar við 20 °C:

$$V_{20\text{ °C}} = (p + m - p') \times F_1$$

þar sem F_1 er stuðullinn fyrir hitastig t °C tekinn úr töflu I í 1. kafla „Þéttleiki og eðlisþyngd“ í viðaukanum við reglugerð (EBE) nr. 2676/90 (bls. 10).

$V_{20\text{ °C}}$ skal vera þekkt með nákvæmninni 0,001 ml.

— Massi vatns í vökvavoginni við 20 °C:

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

þar sem 0,998203 er þéttleiki vatns við 20 °C.

A.4.2. Ákvörðun alkóhólstyrkleika í prófunarsýni

A.4.2.1. Með einnar skálar vog.

A.4.2.1.1. Vigtíð töruflöskuna og er þyngd hennar T1.

A.4.2.1.2. Vigtíð vökvagoga með tilreidda eiminu (sjá I. viðbæti) og er P2 þyngd hennar við t °C.

A.4.2.1.3. Útreikningur

$$— dT = T1 - T0$$

— Massi tómrar vökvagoga við mælingu

$$= P - m + dT$$

— Massi vökvans í vökvagoga við t °C

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

— Þéttleiki við t °C í g/ml

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

— Gefið þéttleikann við t °C upp í kílógrömmum á m³ með því að margfalda $\rho_{t\text{ °C}}$ með 1 000 og þetta gildi er táknað sem ρ_t .

— Leiðréttið ρ_t að 20 með hjálp taflna um þéttleika ρ_t fyrir blöndur vatns og alkóhóls (tafla II í II. viðbæti við handbók Alþjóðavínskrifstofunnar um greiningaraðferðir (1994), bls. 17-29).

Í töflunni skal finna lárétta línu sem samsvarar hitastigi T í heilum gráðum beint fyrir neðan t °C, minnsta þéttleika fyrir ofan ρ_t . Notið töflumismuninn sem er fyrir neðan þann þéttleika til að reikna út þéttleika ρ_t fyrir brennda drykkinn við það hitastig T í heilum gráðum.

— Reiknið út mismuninn milli þéttleika ρ' í töflunni beint fyrir ofan ρ_t og reiknaðs þéttleika ρ_t með því að styðjast við línu þar sem hitastigið stendur á heilli tölu. Deilið í mismuninn með töflumismuninum sem er til hægri frá þéttleika ρ' . Stuðullinn myndar aukastafshluta alkóhólstyrkleikans en heiltölu alkóhólstyrkleikans er að finna efst í dálknum þar sem þéttleikinn ρ' er skráður (Dt, alkóhólstyrkleikinn).

4. athugasemd: Einnig má setja vökvagoga í vatnsbað sem haldið er við 20 °C ($\pm 0,2$ °C) meðan fyllt er upp að merkinu.

A.4.2.1.4. Niðurstaða

Út frá þéttleikanum ρ_{20} reiknast raunverulegur alkóhólstyrkleiki út frá alkóhólstyrkleikatöflunum hér fyrir neðan:

Taflan, sem sýnir gildi alkóhólstyrkleika miðað við rúmmál (% rúmmáls) við 20 °C sem fall af þéttleika vatns- og alkóhólblandna við 20 °C, er alþjóðlega taflan sem Alþjóðlegu lögmælifræðisamtökin samþykktu í tilmælum sínum nr. 22.

A.4.2.2. Með tveggja skála vog

A.4.2.2.1. Vigtíð vökvagoga með tilreidda eiminu (sjá I. hluta) og er p" massi við t °C.

A.4.2.2.2. Útreikningur

— Massi vökvans í vökvagoga við t °C

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

— Þéttleiki við t °C í g/ml

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

— Sýnið þéttleikann við t °C í kílógrömmum á m³ og framkvæmið hitastigsleiðréttinguna til að reikna úr alkóhólstyrkleikann við 20 °C, eins og sýnt er hér að ofan fyrir einnar skálar vog.

A.5. Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)

A.5.1. Tölfræðilegar niðurstöður samanburðarrannsóknar rannsóknastofanna

Eftirfarandi gögn fengust úr alþjóðlegri aðferðarrannsókn sem framkvæmd var í samræmi við alþjóðlega samþykktar verklagsreglur [1] [2].

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	20
Fjöldi sýna	6

Sýni	A	B	C	D	E	F
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	19	20	17	19	19	17
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	1	—	2	1	1	3
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	38	40	34	38	38	34
Meðalgildi (x̄) (% rúmmáls)	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51 (*)			42,93 (*)	45,73 (*)	63,03 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S _r) (% rúmmáls)	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _r) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Endurtekningarnákvæmismörk (r) (% rúmmáls)	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Samanburðarnákvæmni (S _R) (% rúmmáls)	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Samanburðarnákvæmismörk (R) (% rúmmáls)	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

Tegundir sýna

A Ávaxtalíkjör; tveir styrkleikar (*).

B Brandí; tvöfalt blindsýni.

C Viskí; tvöfalt blindsýni.

D Grappa; tveir styrkleikar (*).

E Ákavítí; tveir styrkleikar (*).

F Romm; tveir styrkleikar (*).

ADFERÐ B: ÁKVÖRDUN Á RAUNVERULEGUM ALKÓHÓLSTYRKEIKA BRENNDRA DRYKKJA MIÐAÐ VIÐ RÚMMÁL — RAFRÆN MÆLING Á ÞÉTTLEIKA (BYGGÐ Á MEÐSVEIFLUTÍÐNI SÝNIS Í SVEIFLUHÓLF)

B.1. Meginregla

Þéttleiki vökvans er ákvarðaður með rafrænni mælingu á sveiflum í titrandi U-röri. Við mælinguna er sýninu bætt við kerfi sem sveiflast en sérstök sveiflutíðni þess breytist við þennan aukna massa.

B.2. Prófunarefni og efni

Ef annað er ekki tekið fram skal í greiningu aðeins nota prófunarefni með hreinleika sem er viðurkenndur til greiningar og vatn sem er að minnsta kosti af hreinleikastigi 3 eins og það er skilgreint samkvæmt ISO 3696:1987.

B.2.1. Aseton (CAS 666-52-4) eða hreint alkóhól.

B.2.2. Þurt loft.

B.3. Tæki og búnaður

Venjulegur rannsóknastofubúnaður og einkum eftirfarandi:

B.3.1. Eðlisþyngdarmælir með stafrænum skjá

Rafrænn eðlisþyngdarmælir til slíkra mælinga verður að geta sýnt þéttleika í g/ml með allt að 5 aukastöfum

1. athugasemd: Eðlisþyngdarmælinum skal komið fyrir á fullkomlega stöðugri undirstöðu sem er varin gegn öllum titringi.

B.3.2. Stilling hitastigs

Mælingar eðlisþyngdarmælisins eru einungis gildar ef mælihólfið er tengt við innbyggðan hitastilli sem getur haldið stöðugu hitastigi $\pm 0,02$ °C.

2. athugasemd: Mjög mikilvægt er að hitastigið í mælihólfinu sé nákvæmlega stillt og fylgst sé með því, þar sem skekkja sem nemur 0,1 °C, getur leitt til fráviks í þéttleika af stærðargráðunni 0,1 kg/m³.

B.3.3. Sýnasprautur eða sjálfvirkur sýnatakari.

B.4. Framkvæmd**B.4.1. Kvörðun eðlisþyngdarmælisins**

Tækið skal kvarðað í samræmi við leiðbeiningar framleiðanda þegar það er fyrst tekið í notkun. Það skal endurkvarðað reglulega og borið saman við fullgiltan viðmiðunarstaðal eða innri viðmiðunarlausn rannsóknastofu sem byggð er á fullgiltum viðmiðunarstaðli.

B.4.2. Ákvörðun á þéttleika sýnis**B.4.2.1. Hreinsið og þurrkið hólfíð með asetoni eða vatnsfríu alkóhóli og þurru lofti sé þess krafist áður en mælingar hefjast. Skolið hólfíð með sýninu.****B.4.2.2. Dælið sýninu inn í hólfíð (notið sprautu eða sjálfvirkann sýnatakara) þannig að hólfíð sé alveg fullt. Gangið úr skugga um að engar loftbólur myndist við áfyllinguna. Sýnið verður að vera einsleitt og má ekki innihalda neinar fastar agnir. Öll svifefni skal fjarlægja með síun áður en greining fer fram.****B.4.2.3. Þegar aflestur af mælinum er orðinn stöðugur skal skrá þéttleikann ρ_{20} eða alkóhólstyrkleikann sem eðlisþyngdarmælirinn sýnir.****B.4.3. Niðurstaða**

Út frá þéttleikanum ρ_{20} reiknast raunverulegur alkóhólstyrkleiki út frá alkóhólstyrkleikatöflunum hér fyrir neðan:

Taflan, sem sýnir gildi alkóhólstyrkleika miðað við rúmmál (% rúmmáls) við 20 °C sem fall af þéttleika vatns- og alkóhólblandna við 20 °C, er alþjóðlega taflan sem Alþjóðlegu lögmælifræðisamtökin samþykktu í tilmælum sínum nr. 22.

B.5. Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)**B.5.1. Tölfræðilegar niðurstöður úr samanburðarrannsókn rannsóknastofanna**

Eftirfarandi gögn fengust úr alþjóðlegri aðferðarrannsókn sem framkvæmd var í samræmi við alþjóðlega samþykktar verklagsreglur [1] [2].

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	16
Fjöldi sýna	6

Sýni	A	B	C	D	E	F
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	11	13	15	16	14	13
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	2	3	1	—	1	2
Fjöldi samþykkttra niðurstaðna	22	26	30	32	28	26
Meðalgildi (\bar{x}) (% rúmmáls)	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
	26,52 (*)			43,10 (*)	45,91 (*)	63,31 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) (% rúmmáls)	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _r) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) (% rúmmáls)	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Samanburðarnákvæmni (S_R) (% rúmmáls)	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Samanburðarnákvæmnismörk (R) (% rúmmáls)	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

Tegundir sýna

A Ávaxtalíkjör; tveir styrkleikar (*).

B Brandí; tvöfalt blindsýni.

C Viskí; tvöfalt blindsýni.

D Grappa; tveir styrkleikar (*).

E Ákavítí; tveir styrkleikar (*).

F Romm; tveir styrkleikar (*).

AÐFERÐ C: ÁKVÖRÐUN Á RAUNVERULEGUM ALKÓHÓLSTYRKLEIKA BRENNDRA DRYKKJA MIÐAÐ VIÐ RÚMMÁL – MÆLING Á ÞÉTTLEIKA MEÐ FLOTVOG**C.1. Meginregla**

Alkóhólstyrkleika brenndra drykkja má ákvarða með mælingu á þéttleika þar sem notuð er flotvog sem byggist á lögmáli Arkimedesar en það byggist á því að hlutur, sem dýft er í vökva, léttist jafn mikið og sem nemur þyngd þess vökva sem hann ryður frá sér.

C.2. Prófunarefni og efni

Ef annað er ekki tekið fram skal í greiningu aðeins nota prófunarefni með hreinleika, sem er viðurkenndur til greiningar, og vatn sem er að minnsta kosti af hreinleikastigi 3 eins og það er skilgreint samkvæmt ISO 3696:1987.

C.2.1. Hreinsilausn fyrir flotholt (natríumhýdroxíð, 30% massi miðað við rúmmál)

Tilreiðið 100 ml með því að vigta 30 g af natríumhýdroxíði og þynna þau að kvarðamerkinu með 96% etanóli (miðað við rúmmál).

C.3. Tæki og búnaður

Venjulegur rannsóknastofubúnaður og einkum eftirfarandi:

C.3.1. Flotvog með einni skál og 1 mg næmi.**C.3.2. Floholt með að minnsta kosti 20 ml rúmmáli, sérstaklega aðlagð voginni, hengt í þráð sem má ekki vera meira en 0,1 mm að þvermáli.****C.3.3. Mæliglas með hæðarmerkingu. Flotholtið verður að geta haldist algjörlega innan þess rúmmáls hólksins sem er undir hæðarmerkingunni, þannig að ekkert nema þráðurinn skeri yfirborð vökvans. Innanmál mæliglassins verður að vera að minnsta kosti 6 mm stærra en þvermál flotholtsins.****C.3.4. Hitamælir (eða hitastignemi), kvarðaður í gráðum og tíundu hlutum úr gráðu frá 10 til 40 °C, kvarðaður að 0,05 °C.****C.3.5. Lóð, kvörðuð af viðurkenndum vottunaraðila.**

1. athugasemd: Einnig er hægt að nota tveggja skála vog; meginreglunni er lýst í 1. kafla „Þéttleiki og eðlisþyngd“ í viðaukanum við reglugerð (EBE) nr. 2676/90 (bls. 7).

C.4. Framkvæmd

Flotholtið og mæliglasið skal hreinsa milli mælinga með eimuðu vatni, þurrka með mjúkum tilraunastofupappír sem ekki skilur eftir sig ló og skolað með lausninni sem ákvarða skal þéttleika fyrir. Mælingar skulu fara fram um leið og búnaðurinn hefur náð stöðugleika í því skyni að takmarka alkóhóltap vegna uppgufunar.

C.4.1. Kvörðun vogarinnar

Þótt vogir hafi almennt innra kvörðunarkerfi verður að vera hægt að kvarða flotvogina með lóðum sem hafa verið yfirfarin af opinberum vottunaraðila.

C.4.2. Kvörðun flotholtsins**C.4.2.1. Fyllið mæliglasið að hæðarmerkingunni með tvíeimuðu vatni (eða vatni af sambærilegum hreinleika, t.d. örsíað vatn með eðlisleidnina 18,2 MΩ/cm) við hitastig milli 15 og 25 °C en helst við 20 °C.****C.4.2.2. Sökkvið flotholtinu og hitamælinum, hrærið, lesið þéttleika vökvans af búnaðinum og, ef nauðsyn krefur, leiðréttið aflesturinn þannig að hann samsvari þéttleika vatns við mælihitastigið.****C.4.3. Samanburður þar sem notuð er blanda vatns og alkóhóls****C.4.3.1. Fyllið mæliglasið að hæðarmerkingunni með blöndu vatns og alkóhóls af þekktum styrk við hitastig milli 15 og 25 °C en helst við 20 °C.****C.4.3.2. Sökkvið flotholtinu og hitamælinum, hrærið, lesið þéttleika vökvans (eða alkóhólstyrkleika hans ef það er mögulegt) af búnaðinum. Alkóhólstyrkleikinn, sem þannig er fundinn, ætti að vera jafn og áður ákvarðaður alkóhólstyrkleiki.**

2. athugasemd: Þessa lausn með þekktan alkóhólstyrkleika má einnig nota til að kvarða flotholtið í stað tvíeimaðs vatns.

- C.4.4. Mæling á þéttleika eimis (eða á alkóhólstyrkleika þess ef búnaðurinn leyfir)
- C.4.4.1. Hellið sýninu í mæliglasið upp að kvarðamerkinu.
- C.4.4.2. Sökkvið flotholtinu og hitamælinum, hrærið, lesið þéttleika vökvans (eða alkóhólstyrkleika hans ef það er mögulegt) af búnaðinum. Skráið hitastigið ef þéttleikinn er mældur við t °C (ρ).
- C.4.4.3. Leiðréttið ρ_t að 20 með hjálp taflna um þéttleika ρ_T fyrir blöndur vatns og alkóhóls (tafla II í II. viðauka við handbók Alþjóðavínskrifstofunnar um greiningaraðferðir (1994), bls. 17-29).
- C.4.5. Hreinsun flotholts og mæliglass
- C.4.5.1. Sökkvið flotholtinu í hreinsiblönduna fyrir flotholt í mæliglasinu.
- C.4.5.2. Látið flotholtið liggja í bleyti í klukkustund og snúið því öðru hverju.
- C.4.5.3. Skolið með ríkulegu magni kranavatns og þar á eftir með eimuðu vatni.
- C.4.5.4. Þurrkið með mjúkum rannsóknastofupappír sem ekki skilur eftir sig ló.

Þetta skal framkvæmt þegar flotholtið er notað fyrst og síðan reglulega eftir þörfum.

C.4.6. Niðurstaða

Út frá þéttleikanum ρ_{20} reiknast raunverulegur alkóhólstyrkleiki út frá alkóhólstyrkleikatöflunum sem um getur hér að neðan.

Taflan, sem sýnir gildi alkóhólstyrkleika miðað við rúmmál (% rúmmáls) við 20 °C sem fall af þéttleika vatns- og alkóhólblandna við 20 °C, er alþjóðlega taflan sem Alþjóðlegu lögmælifræðisamtökin samþykktu í tilmælum sínum nr. 22.

C.5. **Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)**

- C.5.1. Tölfræðilegar niðurstöður úr samanburðarrannsókn rannsóknastofanna
- Eftirfarandi gögn fengust úr alþjóðlegri aðferðarrannsókn sem framkvæmd var í samræmi við alþjóðlega samþykktar verklagsreglur [1] [2].

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	12
Fjöldi sýna	6

Sýni	A	B	C	D	E	F
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	12	10	11	12	11	9
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	—	2	1	—	1	2
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	24	20	22	24	22	18
Meðalgildi (\bar{x}) (% rúmmáls)	23,80	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,51 (*)			43,09 (*)	45,89 (*)	63,44 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) (% rúmmáls)	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Endurtekningarnákvæmismörk (r) (% rúmmáls)	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Samanburðarnákvæmni (S_R) (% rúmmáls)	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Samanburðarnákvæmismörk (R) (% rúmmáls)	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

Tegundir sýna

A Ávaxtalíkjör; tveir styrkleikar (*).

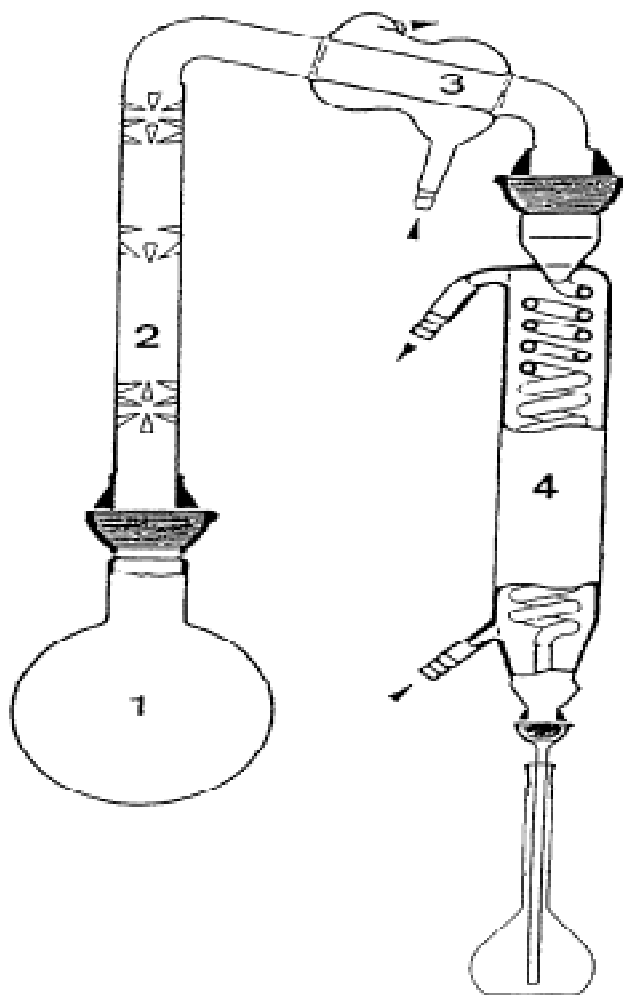
B Brandí; tvöfalt blindsýni.

C Viskí; tvöfalt blindsýni.

D Grappa; tveir styrkleikar (*).

E Ákavítí; tveir styrkleikar (*).

F Romm; tveir styrkleikar (*).



Mynd 1. Eimingartæki til að mæla raunverulegan alkóhólstyrkleika brenndra drykkja miðað við rúmmál

1. 1 lítra flaska með kúptum botni og slípuðum samskeytum.
2. 20 cm löng Vigreux-súla.
3. 10 cm langur, sléttur eimsvali (af West-gerð).
4. 40 cm langur kælispírall.

II. ÁKVÖRÐUN Á HEILDARMAGNI ÞURREFNIS Í BRENNDUM DRYKKJUM MEÐ ÞYNGDARMÆLINGU

1. Gildissvið

Reglugerð (EBE) nr. 1576/89 kveður einungis á um þessa aðferð að því er varðar ákavítí þar sem þurrefni er takmarkað við 15 g/l.

2. Tilvísun í staðla

ISO 3696:1987: Water for analytical laboratory use (Vatn til notkunar við greiningu á rannsóknarstofum) — Forskriftir og prófunaraðferðir.

3. Skilgreining

Heildarmagn þurrefnis tekur til alls efnis sem er órokjarnt við tiltekin, eðlisfræðileg skilyrði.

4. Meginregla

Vigtun leifanna, sem verða eftir við uppgufun brennda drykkjarins í sjóðandi vatnsbaði, og þurrkun í þurrkofni.

5. Tæki og búnaður

5.1. Flatbotna, kringlótt uppgufunarílát sem er 55 mm að þvermáli.

5.2. Sjóðandi vatnsbað.

5.3. 25 ml rennipípa, flokkur A.

5.4. Þurrkofn.

5.5. Þurrkari.

5.6. Fínvog með nákvæmni upp á 0,1 mg.

6. Sýnataka og sýni

Sýni eru geymd við stofuhita fyrir greiningu.

7. Framkvæmd

7.1. Píplið 25 ml af brennda drykknum sem inniheldur minna en 15g/l af þurrefni í áður vigtað flatbotna, kringlótt uppgufunarílát sem er 55 mm að þvermáli. Fyrstu klukkustundina er uppgufunarílátíð sett á lokið á sjóðandi vatnsbaði þannig að vökvinn sjóði ekki þar eð það gæti leitt til taps ef dropar ýrðust út úr skálinni. Þar á eftir á skálin að standa í eina klukkustund beint yfir gufunni frá sjóðandi vatnsbaðinu.

7.2. Ljúkið við þurrkunina með því að setja uppgufunarílátíð í þurrkofn við $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ í tvær klukkustundir. Uppgufunarílátíð er látið kólna í þurrkara og það vigtað ásamt innihaldi.

8. Útreikningur

Massi leifanna margfaldaður með 40 er jafn og þurri kjarninn sem brenndi drykkurinn inniheldur og hann skal sýna í g/l með einum aukastaf.

9. Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)

9.1. Tölfræðilegar niðurstöður úr samanburðarrannsókn rannsóknastofanna

Eftirfarandi gögn fengust úr alþjóðlegri aðferðarrannsókn sem framkvæmd var í samræmi við alþjóðlega samþykktar verklagsreglur [1] [2].

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	10
Fjöldi sýna	4

Sýni	A	B	C	D
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	9	9	8	9
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	1	1	2	—
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	18	18	16	18
Meðalgildi (\bar{x}) g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Endurtekningarnákvæmni (S_r) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Samanburðarnákvæmni (S_R) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Samanburðarnákvæmnismörk (R) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Romm; tveir styrkleikar.

C Grappa; tveir styrkleikar.

D Ákavítí; tveir styrkleikar.

III. ÁKVÖRDUN Á ROKGJÖRNUM EFNUM OG METANÓLI Í BRENNDUM DRYKKJUM

III.1. ALMENNAR ATHUGASEMDIR

1. Skilgreiningar

Í reglugerð (EBE) nr. 1576/89 eru sett fram lágmarksmörk fyrir rokgjöm efnasambönd, önnur en etanól og metanól, fyrir nokkra brennda drykki (romm, brenndir drykkir úr vínþrúgum, ávaxtabrennivín o.fl.). Hvað þessa drykki varðar eru þessi mörk almennt talin jafngilda summunni af styrk eftirfarandi efna:

1. rokgjamra sýrna sem gefnar eru upp sem ediksýra;
2. aldehyða sem gefin eru upp sem etanal út frá summu etanals (asetaldehyð) og etanalhlutans í 1,1-díetoxýetani (asetali);
3. eftirfarandi hærrí alkóhóla: própán-1-ól, bútan-1-ól, bútan-2-ól og 2-metýlprópan-1-ól, magngreind hvert fyrir sig, og 2-metýlbútan-1-ól og 3-metýlbútan-1-ól magngreind hvort fyrir sig eða sem summa þeirra beggja;
4. etýlasetats.

Hefðbundnar aðferðir við að greina rokgjöm efnasambönd eru tvær:

- rokgjarnar sýrur eru greindar sem slíkar,
- aldehyð (etanal og asetali), etýlasetat og alkóhól eru greind með gasgreiningu.

2. Gasgreining á rokgjörnum efnasamböndum

Magngreining rokgjamra efnasambönda, annarra en þeirra sem nefnd eru hér að ofan, með gasgreiningu getur verið einkar áhugaverð vegna þess að með henni er unnt að ákvarða bæði uppruna hráefnisins sem notað er við framleiðsluna og raunskilyrðin við eiminguna.

Sumir brenndir drykkir innihalda önnur rokgjörn efnasambönd, svo sem ilmefnasambönd, sem eru einkennandi fyrir þau hráefni, sem notuð eru við framleiðsluna, og fyrir ilm brennda drykkjarins og sem verða til vegna þeirrar aðferðar sem er notuð við framleiðslu drykkjarins. Þessi efnasambönd eru mikilvæg við mat á kröfunum sem settar eru fram í reglugerð (EBE) nr. 1576/89.

III.2. ÁKVÖRDUN MEÐ GASGREININGU Á ROKGJÖRNUM FYLGIEFNUM: ALDEHÝÐUM, HÆRRI ALKÓHÓLUM, ETÝLASETATI OG METANÓLI

1. Gildissvið

Þessi aðferð hentar við ákvörðun á 1,1-díetoxýetani (asetali), 2-metýlbútan-1-óli (virku amýlalkóhóli), 3-metýlbútan-1-óli (ísóamýlalkóhóli), metanóli (metýlalkóhóli), etýletanóati (etýlasetati), bútan-1-óli (n-bútanóli), bútan-2-óli (sek-bútanóli), 2-metýlprópan-1-óli (ísóbútýlalkóhóli), própán-1-óli (n-própanóli) og etanali (asetaldehyði) í brenndum drykkjum þar sem gasgreining er notuð. Við ákvörðunina er innri staðall notaður, til dæmis pentan-3-ól. Styrkur greiniefnanna er gefinn í grömmum á 100 lítra af vatnsfríu alkóhóli; ákvarða verður alkóhólstyrkleika vörunnar áður en greining fer fram. Þeir brenndu drykkir sem hægt er að greina með þessari aðferð eru meðal annars viskí, brandí, romm, brennt vín, ávaxtabrennivín og þrúguhratsbrennivín.

2. Tilvísun í staðla

ISO 3696:1987: Water for analytical laboratory use (Vatn til notkunar við greiningu á rannsóknarstofum) – Forskriftir og prófunaraðferðir.

3. Skilgreining

Fylgiefni (congeners) eru rokgjörn efni sem myndast ásamt etanóli við gerjun, eimingu og þroskun brenndra drykkja.

4. Meginregla

Fylgiefni í brenndum drykkjum eru ákvörðuð með beinni sprautun brennda drykkjarins eða hæfilega þynnts brennds drykkjar inn í gasgreiningarkerfi. Viðeigandi innri staðli er bætt við brennda drykkinn fyrir innsprautun. Fylgiefnin eru aðskilin með hitastigsstyringu á viðeigandi súlu og greind með logajónunarmema. Styrkur hvers fylgiefnis er ákvarðaður út frá svarstuðlum sem fást með kvörðun við innri staðal við sömu skilyrði og ríkja við greiningu brennda drykkjarins.

5. **Prófunarefni og efni**

Ef annað er ekki tekið fram skal eingöngu nota prófunarefni með hreinleika sem er meiri en 97%, keypt af birgi, sem hefur hlotið vottun samkvæmt ISO-staðli, og sem fylgir vottorð um hreinleika, og efnin skulu við prófunarþynningu vera laus við önnur fylgiefni (þetta má staðfesta með því að sprauta, við þau skilyrði sem um getur í 6.4, einstökum fylgiefnastöðlum við prófunarþynningu) og einungis vatn af að minnsta kosti hreinleikastigi 3 eins og það er skilgreint í ISO-staðli 3696. Asetal og asetaldhýð skulu geymd í myrkri við $< 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ en öll önnur prófunarefni má geyma við stofuhita.

- 5.1. Etanól, vatnsfrítt (CAS 64-17-5).
- 5.2. Metanól (CAS 67-56-1).
- 5.3. Própan-1-ól (CAS 71-23-8).
- 5.4. 2-metýlprópan-1-ól (CAS 78-33-1).
- 5.5. Viðurkenndir innri staðlar: pentan-3-ól (CAS 584-02-1), pentan-1-ól (CAS 71-41-0), 4-metýlpentan-1-ól (CAS 626-89-1) eða metýlnonanóat (CAS 1731-84-6).
- 5.6. 2-metýlbútan-1-ól (CAS 137-32-6).
- 5.7. 3-metýlbútan-1-ól (CAS 123-51-3).
- 5.8. Etýlasetat (CAS 141-78-6).
- 5.9. Bútan-1-ól (CAS 71-36-3).
- 5.10. Bútan-2-ól (CAS 78-92-2).
- 5.11. Asetaldhýð (CAS 75-07-0).
- 5.12. Asetal (CAS 105-57-7).
- 5.13. Etanóllaun, 40% (rúmmálshlutfall)

Til að tilreiða 400 ml/l etanóllaun skal hella 400 ml af etanóli (5.1) í 1 lítra mæliflösku, fylla að merki með eimuðu vatni og blanda saman.

- 5.14. Undirbúningur og geymsla staðallauna (verklag við fullgilta aðferð).

Allar staðallaunir skulu geymdar við $< 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ og nýjar tilreiddar mánaðarlega. Massi efnispátta og lausna skal skráður með 0,1 mg nákvæmni.

- 5.14.1. Staðallaun — A

Píplið eftirfarandi prófunarefni í 100 ml mæliflösku sem inniheldur um það bil 60 ml af etanóllaun (5.13) til að uppgufun efnispátta verði sem minnst, fyllið að merki með etanóllaun (5.13) og blandið vel. Skráið þyngd flöskunnar, hvern efnispátt sem bætt er við og heildarþyngd innihaldsins.

Efnispáttur	Rúmmál (ml)
Metanól (5.2)	3,0
Própan-1-ól (5.3)	3,0
2-metýlprópan-1-ól (5.4)	3,0
2-metýlbútan-1-ól (5.6)	3,0
3-metýlbútan-1-ól (5.7)	3,0
Etýlasetat (5.8)	3,0
Bútan-1-ól (5.9)	3,0
Bútan-2-ól (5.10)	3,0
Asetaldhýð (5.11)	3,0
Asetal (5.12)	3,0

- 1. athugasemd: Æskilegt er að bæta asetali og asetaldhýði við síðast þannig að tap vegna uppgufunar verði sem minnst.

5.14.2. Staðallausn — B

Píplið 3 ml af pentan-3-óli, eða öðrum viðeigandi innri staðli (5.5) í 100 ml mæliflösku sem inniheldur um það bil 80 ml af etanólblöndu (5.13), fyllið að merki með etanóllausn (5.13) og blandið vel.

Skráið þyngd flöskunnar, þyngd pentan-3-ólsins eða annars innri staðals, sem bætt er við, og heildarþyngd innihaldsins í lokin.

5.14.3. Staðallausn — C

Píplið 1 ml af lausn A (5.14.1) og 1 ml af lausn B (5.14.2) í 100 ml mæliflösku sem inniheldur um það bil 80 ml af etanólblöndu (5.13), fyllið að merki með etanóllausn (5.13) og blandið vel.

Skráið þyngd flöskunnar, hvern efnispátt sem bætt er við og heildarþyngd innihaldsins.

5.14.4. Staðallausn — D

Til að viðhalda samfellu í greiningum er útbúinn gæðastaðall út frá áður útbúnum staðli A (5.14.1). Píplið 1 ml af lausn A (5.14.1) í 100 ml mæliflösku sem inniheldur um það bil 80 ml af etanólblöndu (5.13), fyllið að merki með etanóllausn (5.13) og blandið vel.

Skráið þyngd flöskunnar, hvern efnispátt sem bætt er við og heildarþyngd innihaldsins.

5.14.5. Staðallausn — E

Píplið 10 ml af lausn B (5.14.2) í 100 ml mæliflösku sem inniheldur um það bil 80 ml af etanólblöndu (5.13), fyllið að merki með etanóllausn (5.13) og blandið vel.

Skráið þyngd flöskunnar, hvern efnispátt sem bætt er við og heildarþyngd innihaldsins.

5.14.6. Staðallausnir sem notaðar eru til að athuga hve línuleg svörun logajónunarnemans er.

Píplið 0, 0,1, 0,5, 1,0 og 2,0 ml af lausn A (5.14.1) og 1 ml af lausn B (5.14.2) í tvær 100 ml mæliflöskur sem innihalda um það bil 80 ml af etanóli (5.13), fyllið að merki með etanólblöndu (5.13) og blandið vel.

Skráið þyngd flöskunnar, hvern efnispátt sem bætt er við og heildarþyngd innihaldsins.

5.14.7. Staðallausn til gæðastýringar

Píplið 9 ml af staðallausn D (5.14.4) og 1 ml af staðallausn E (5.14.5) í vigtunarílát og blandið vel.

Skráið þyngd flöskunnar, hvern efnispátt sem bætt er við og heildarþyngd innihaldsins.

6. Tæki og búnaður

6.1. Búnaður sem hentar til mælinga á þéttleika og alkóhólstyrkleika.

6.2. Fínvog með fjögurra aukastafa nákvæmni.

6.3. Hitastýrður gasgreinir búinn logajónunarnema og tegurmæli (integrator) eða öðru gagnamedhöndlunarkerfi sem fært er um að mæla flatarmál eða hæð toppa.

6.4. Gasgreiningarsúla eða -súlur sem geta aðskilið greiniefnin þannig að lágmarksupplausn milli einstakra efnispátta (annarra en 2-metýlbútan-1-óls og 3-metýlbútan-1-óls) sé að minnsta kosti 1.3.

2. athugasemd: Eftirfarandi súlur og gasgreiningaraðstæður eru dæmi um viðeigandi kerfi:

1. Forsúla (retention gap) sem er $1\text{ m} \times 0,32\text{ mm}$ að innanmáli og er tengd við súlu af gerðinni CP-WAX 57 CB sem er $50\text{ m} \times 0,32\text{ mm}$ að innanmáli og klædd með $0,2\text{ }\mu\text{m}$ þykkri filmu (stöðgað pólýetýlenglýkól) og sem tengist síðan Carbowax 400 súlu sem er $50\text{ m} \times 0,32\text{ mm}$ að innanmáli og er klædd innan með $0,2\text{ }\mu\text{m}$ þykkri filmu. (Súlurnar eru tengdar saman með þrýstítengjum (press-fit connectors).)

- | | |
|---------------------------|--|
| Burðargas og -þrýstingur: | Helíum (135 kPa) |
| Súluhiti: | 35 °C í 17 mín., hækkaður um 12 °C/mín. að 70 °C, haldið við 70 °C í 25 mín. |
| Inngjafarhiti: | 150 °C |
| Hitastig greinis: | 250 °C |
| Rúmmál inngjafar: | 1 µl, skipt 20 til 100:1 |
2. Forsúla sem er 1 m × 0,32 mm að innanmáli tengd við CP-WAX 57 CB súlu sem er 50 m × 0,32 mm að innanmáli og klædd innan með 0,2 µm þykkri filmu (stöðgað pólýetýlenglykól). (Forsúlan er tengd með þrýstitengi.)

- | | |
|---------------------------|--|
| Burðargas og -þrýstingur: | Helíum (65 kPa) |
| Súluhiti: | 35 °C í 10 mín., hækkaður um 5 °C/mín. að 110 °C, hækkaður um 30 °C/mín. að 190 °C, haldið við 190 °C í 2 mín. |
| Inngjafarhiti: | 260 °C |
| Hitastig greinis: | 300 °C |
| Rúmmál inngjafar: | 1 µl, skipt 55:1 |

3. Pökkuð súla (5% CW 20M, Carbopak B), 2 m × 2 mm að innanmáli

- | | |
|---------------------------|---|
| Burðargas og -þrýstingur: | 65 °C í 4 mín., hækkaður um 10 °C/mín. að 140 °C, haldið við 140 °C í 5 mín., hækkaður um 5 °C/mín. að 150 °C, haldið við 150 °C í 3 mín. |
| Inngjafarhiti: | 65 °C |
| Hitastig greinis: | 200 °C |
| Rúmmál inngjafar: | 1 µl |

7. Sýnataka og sýni

7.1. Rannsóknastofusýni

Alkóhólstyrkleiki hvers sýnis er mældur við móttöku (6.1).

8. Framkvæmd (notuð við fullgilta aðferð)

8.1. Sýnishluti

8.1.1. Vigtíð viðeigandi innsiglað vigtunarflát og skráið þyngdina.

8.1.2. Píplið 9 ml rannsóknastofusýni í flátið og skráið þyngdina ($M_{SÝNI}$).

8.1.3. Bætið við 1 ml af staðallausn E (5.14.5) og skráið þyngdina (M_{IS}).

8.1.4. Hristið prófunarefnið kröftuglega (að minnsta kosti 20 umsnúningar). Geyma verður sýni við lægri hita en 5 °C fyrir greiningu þannig að tap vegna rokgirni verði sem minnst.

8.2. Núllpróf

8.2.1. Vigtíð viðeigandi innsiglað vigtunarflát með vog með fjögurra aukastafa nákvæmni (6.2) og skráið þyngdina.

8.2.2. Píplið 9 ml 400 ml/l etanóllausn (5.13) í flátið og skráið þyngdina.

8.2.3. Bætið við 1 ml af staðallausn E (5.14.5) og skráið þyngdina.

8.2.4. Hristið prófunarefnið kröftuglega (að minnsta kosti 20 umsnúningar). Geyma verður sýni við minna en 5 °C fyrir greiningu í því skyni að tap vegna rokgirni verði sem minnst.

8.3. Forprófun

Sprautið inn staðallausn C (5.14.3) til að tryggja að öll greiniefni séu aðgreind með lágmarksupplausninni 1,3 (nema 2-metýlbútan-1-ól og 3-metýlbútan-1-ól).

8.4. Kvörðun

Kvörðun ber að kanna með eftirfarandi aðferð. Sjáið til þess að svörun sé línuleg með því að greina samfleytt í þrígang hverja línulega staðallausn (5.14.6) sem inniheldur innri staðal (IS). Út frá flatarmáli eða hæð toppa tegurmælisins fyrir hverja innsprautun skal reikna hlutfallið R fyrir hvert fylgiefni og teikna línurit yfir R móti hlutfallinu C sem er hlutfallið milli styrks fylgiefnis og innri staðals (IS). Fram ætti að koma bein lína þar sem fylgnistuðull er að minnsta kosti 0,99.

$$R = \frac{\text{flatarmál eða hæð toppa fylgiefnis}}{\text{flatarmál eða hæð toppa IS}}$$

$$C = \frac{\text{styrkur fylgiefnis } (\mu\text{g/g})}{\text{styrkur IS } (\mu\text{g/g})}$$

8.5. Ákvörðun

Sprautið inn staðallausn C (5.14.3) og 2 staðallausnum til gæðastýringar (5.14.7). Fylgið þessu eftir með óþekktum sýnum (útbúin samkvæmt 8.1 og 8.2) og setjið inn eina staðallausn til gæðastýringar fyrir hver 10 sýni til að tryggja stöðugleika í greiningunni. Sprautið inn einni staðallausn C (5.14.3) eftir hver fimm sýni.

9. Útreikningur

Nota má sjálfvirkt gagnavinnsluferfi svo fremi að unnt sé að athuga gögnin með því að beita meginreglunum í aðferðinni sem lýst er hér á eftir.

Mælið annaðhvort flatarmál eða hæð toppa fyrir hvert fylgiefni og innri staðal.

9.1. Útreikningur á svörunarþætti

Notið jöfnu (1) til að reikna út svörunarþætti fyrir hvert fylgiefni út frá litriti af innsprautun staðallausnar C (5.14.3).

$$(1) \text{ Svörunarþáttur} = \frac{\text{flatarmál eða hæð toppa IS}}{\text{flatarmál eða hæð toppa fylgiefnis}} \times \frac{\text{styrkur fylgiefnis } (\mu\text{g/g})}{\text{styrkur IS } (\mu\text{g/g})}$$

Þar sem:

IS = innri staðal

Styrkur fylgiefnis = styrkur fylgiefnis í lausn C (5.14.3)

Styrkur IS = styrkur innri staðals í lausn C (5.14.3).

9.1.2. Greining sýna

Reiknið út styrk hvers fylgiefnis í sýnunum með eftirfarandi jöfnu (2).

(2) Styrkur fylgiefna, ($\mu\text{g/g}$) =

$$\frac{\text{flatarmál eða hæð toppa fylgiefnis}}{\text{flatarmál eða hæð toppa IS}} \times \frac{M_{\text{IS}} (\text{g})}{M_{\text{SÝNI}} (\text{g})} \times \text{styrkur IS } (\mu\text{g/g}) \times \text{RF}$$

Þar sem:

$M_{\text{SÝNI}}$ = þyngd sýnis (8.1.2);

M_{IS} = þyngd innri staðals (8.1.3);

Styrkur IS = styrkur innri staðals í lausn E (5.14.5);

RF = svörunarþáttur sem er reiknaður út með jöfnu 1.

9.1.3. Greining staðallausnar til gæðastýringar

Reiknið út með eftirfarandi jöfnu (3) hundradshluta endurheimtar í tengslum við markgildið fyrir hvert fylgiefni í staðallausnum til gæðastýringar (5.14.7).

$$(3) \% \text{ endurheimt sýnis til gæðastýringar} = \frac{\text{styrkur greiniefnis í staðallausn til gæðastýringar}}{\text{styrkur greiniefnis í lausn D}} \times 100$$

Styrkur greiniefnis í staðli til gæðastýringar er reiknaður út með jöfnum (1) og (2) hér að framan.

9.2. Lokaframsetning niðurstaðna

Niðurstöðurnar eru umreiknaðar úr μg í g á 100 lítra af vatnsfríu alkóhóli með jöfnu (4):

(4) Styrkur í g á 100 lítra af vatnsfríu alkóhóli =

$$\text{Styrkur } (\mu\text{g/g}) \times \rho \times 10 / (\text{styrkleiki } (\% \text{ rúmmáls}) \times 1000)$$

þar sem ρ = þéttleiki í kg/m^3 .

Niðurstöður eru gefnar í þremur marktækum tölum og mest með einum aukastaf, til dæmis 11,4 g á 100 l af vatnsfríu alkóhóli.

10. Gæðatrygging og -eftirlit (fyrir fullgilta aðferð)

Notið jöfnu (2) hér að framan til að reikna styrk hvers fylgjefnis í staðallausnunum til gæðastýringar sem eru útbúnar með aðferðinni í liðum 8.1.1 til 8.1.4. Notið jöfnu (3) til að reikna út hundraðshluta endurheimtar í tengslum við markgildið. Ef greiningarniðurstöður eru innan við $\pm 10\%$ af fræðilegu gildi fyrir hvert fylgjefni má halda greiningunni áfram. Að öðrum kosti ber að rannsaka orsök ónákvæmninnar og ráða bót á henni á viðeigandi hátt.

11. Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)

Tölfræðilegar niðurstöður samanburðarrannsóknar rannsóknastofanna: í eftirfarandi töflum eru tilgreind gildi fyrir eftirtalin efnasambönd: etanal, etýlasetat, asetal, heildaretanal, metanól, bútan-2-ól, própán-1-ól, bútan-1-ól, 2-metýl-própan-1-ól, 2 metýl-bútan-1-ól, 3-metýl-bútan-1-ól.

Eftirfarandi gögn fengust úr alþjóðlegri aðferðarrannsókn sem framkvæmd var í samræmi við alþjóðlega samþykktar verklagsreglur.

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	32
Fjöldi sýna	5
Greiniefni	etanal

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	28	26	27	27	28
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	2	4	3	3	2
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	56	52	54	54	56
Meðalgildi (x) $\mu\text{g/g}$	63,4	71,67	130,4	38,4	28,6
				13,8 (*)	52,2 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	93	5,3	19,1	11,6	10,1
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	12	14	22	6,8	8,9
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirsch; tvöfalt blindsýni

C Grappa; tvöfalt blindsýni.

D Viský; tveir styrkleikar (*).

E Romm; tveir styrkleikar (*).

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	32
Fjöldi sýna	5
Greiniefni	etýlasetat

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	24	24	25	24	24
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	2	2	1	2	2
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	48	48	50	48	48
Meðalgildi (x̄) µg/g	96,8	1 046	120,3	112,5	99,1
				91,8 (*)	117,0 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S _r) µg/g	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _r) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) µg/g	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Samanburðarnákvæmni (S _R) µg/g	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Samanburðarnákvæmnismörk (R) µg/g	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirch; tvöfalt blindsýni.

C Grappa; tvöfalt blindsýni (*).

D Viskí; tveir styrkleikar (*).

E Romm; tveir styrkleikar (*).

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	32
Fjöldi sýna	5
Greiniefni	asetal

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	20	21	22	17	21
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	4	3	2	4	3
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	40	42	44	34	42
Meðalgildi (x̄) µg/g	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60 (*)	28,3 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S _r) µg/g	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _r) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) µg/g	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Samanburðarnákvæmni (S _R) µg/g	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Samanburðarnákvæmnismörk (R) µg/g	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirch; tvöfalt blindsýni.

C Grappa; tvöfalt blindsýni.

D Viskí; tveir styrkleikar (*).

E Romm; tveir styrkleikar (*).

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram 1997
 Fjöldi rannsóknastofa 20
 Fjöldi sýna 6
 Greiniefni heildaretanal

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	23	19	22	21	22
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	1	5	2	3	2
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	46	38	44	42	44
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8 (*)	61,8 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	15	24,1	7,3	9,0
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirch; tvöfalt blindsýni.

C Grappa; tvöfalt blindsýni.

D Viskí; tveir styrkleikar (*).

E Romm; tveir styrkleikar (*).

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram 1997
 Fjöldi rannsóknastofa 32
 Fjöldi sýna 5
 Greiniefni metanól

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	26	27	27	28	25
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	4	3	3	1	4
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	52	54	54	56	50
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	319,8	2 245	1 326	83,0	18,6
				61,5 (*)	28,9 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	4,4	27	22	1,5	1,3
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirch; tvöfalt blindsýni.

C Grappa; tvöfalt blindsýni.

D Viskí; tveir styrkleikar (*).

E Romm; tveir styrkleikar (*).

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	32
Fjöldi sýna	4
Greiniefni	bútan-2-ól

Sýni	A	B	C	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	21	27	29	22
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	4	3	1	3
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	42	54	58	44
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83
				14,12 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,40	2,2	0,87	0,64
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirch; tvöfalt blindsýni.

C Grappa; tvöfalt blindsýni.

E Romm; tveir styrkleikar (*).

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	32
Fjöldi sýna	5
Greiniefni	própan-1-ól

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	29	27	27	29	29
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	2	4	3	2	2
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	58	54	54	58	58
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	86,4	3 541	159,1	272,1	177,1
				229,3 (*)	222,1 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirch; tvöfalt blindsýni.

C Grappa; tvöfalt blindsýni.

D Viskí; tveir styrkleikar (*).

E Romm; tveir styrkleikar (*).

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	32
Fjöldi sýna	5
Greiniefni	própan-1-ól

Sýni	A	B	C
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	20	22	22
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	4	4	6
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	40	44	44
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	3,79	5,57	7,54
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,43	0,20	0,43
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	11,2	3,6	5,6
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	0,6	1,2
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,59	0,55	0,82
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	15,7	9,8	10,8
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirch; tvöfalt blindsýni.

C Grappa; tvöfalt blindsýni.

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram	1997
Fjöldi rannsóknastofa	32
Fjöldi sýna	5
Greiniefni	2-metýlprópan-1-ól

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	28	31	30	26	25
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	3	0	1	5	6
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	56	62	60	52	50
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8 (*)	133,87 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirch; tvöfalt blindsýni.

C Grappa; tvöfalt blindsýni.

D Viskí; tveir styrkleikar (*).

E Romm; tveir styrkleikar (*).

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram 1997
 Fjöldi rannsóknastofa 32
 Fjöldi sýna 5
 Greiniefni 2-metýl-bútan-1-ól

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	25	26	25	27	25
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	3	2	3	1	2
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	50	52	50	54	50
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2 (*)	61,5 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirch; tvöfalt blindsýni.

C Grappa; tvöfalt blindsýni.

D Viskí; tveir styrkleikar (*).

E Romm; tveir styrkleikar (*).

Ár sem samanburðarrannsókn rannsóknastofanna fór fram 1997
 Fjöldi rannsóknastofa 32
 Fjöldi sýna 5
 Greiniefni 3-metýl-bútan-1-ól

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	23	23	24	27	21
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	5	5	4	1	6
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	46	46	48	54	42
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4 (*)	245,6 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD_r) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	29,8	13	21	8,5	6,7
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD_R) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

Tegundir sýna

A Brandí; tvöfalt blindsýni.

B Kirch; tvöfalt blindsýni.

C Grappa; tvöfalt blindsýni.

D Viskí; tveir styrkleikar (*).

E Romm; tveir styrkleikar (*).