

164

Na temelju čl. 16. i 17. stavak 2. i članka 72. Zakona o hrani ("Službeni glasnik BiH", broj 50/04) i članka 17. Zakona o Vijeću ministara Bosne i Hercegovine ("Službeni glasnik BiH", br. 30/03, 42/03, 81/06, 76/07, 81/07, 94/07 i 24/08), Vijeće ministara Bosne i Hercegovine, na prijedlog Agencije za sigurnost hrane Bosne i Hercegovine, u suradnji s nadležnim tijelima entiteta i Brčko Distrikta Bosne i Hercegovine, na 144. sjednici održanoj 24. veljače 2011. godine, donijelo je

PRAVILNIK
**O ANALITIČKIM METODAMA ZA JAKA
 ALKOHOLNA I ALKOHOLNA PIĆA**

I. OPĆE ODREDBE

Članak 1.
 (Predmet)

Pravilnikom o analitičkim metodama za jaka alkoholna i alkoholna pića (u dalnjem tekstu Pravilnik) propisuju se metode uzimanja uzorka i fizikalno-kemijske metode analize jakih alkoholnih i alkoholnih pića (u dalnjem tekstu: alkoholna pića).

Članak 2.
 (Pojmovi)

U smislu ovoga pravilnika, pojmovi imaju sljedeće značenje:

- granica ponovljivosti jest vrijednost manja ili jednaka apsolutnoj razlici između dva rezultata ispitivanja dobivena pod uvjetima ponovljivosti (isti analitičar, isti uređaji, isti laboratorij i kratak vremenski interval) uz vjerojatnost od 95% (BAS ISO 3534-1);
- granica obnovljivosti jest vrijednost manja ili jednaka apsolutnoj razlici između dva rezultata ispitivanja dobivena pod uvjetima obnovljivosti (različiti analitičari, različiti uređaji i različiti laboratorijski) uz vjerojatnost od 95% (BAS ISO 3534-1);
- točnost jest bliskost rezultata mjerena i prihvaćene referentne vrijednosti (BAS ISO 3534-1);
- proizvodna serija alkoholnih pića podrazumijeva odgovarajuću količinu proizvoda iste vrste i odgovarajućeg volumena;
- ambalažne jedinice alkoholnih pića podrazumijevaju utvrđene količine proizvoda iste vrste pakirane u pojedinačna ambalažna pakiranja odgovarajućeg volumena, s obveznom oznakom za identifikaciju.

II. METODE UZIMANJA UZORKA

Članak 3.
 (Vrste uzorka)

Uzorak alkoholnih pića uzima se:

- u proizvodnji - iz proizvodnih serija,
- u prometu - iz ambalažnih jedinica pošiljke.

Članak 4.
 (Prosječni uzorak)

Uzorak alkoholnih pića za ispitivanje mora predstavljati prosječni sastav cijelokupne količine proizvoda od kojega se uzima uzorak, u količini koja je potrebna za fizikalno-kemijsku analizu.

Članak 5.
 (Broj primjeraka uzorka)

- (1) Uzorak alkoholnih pića mora sadržavati najmanje dva primjerka uzetih pojedinačno, i to za analizu i superanalizu, s

- tim što oni moraju biti istovjetni po sastavu i jednaki po masi.
- (2) Fizička ili pravna osoba od koje se uzima uzorak ima pravo tražiti još jedan uzorak koji ostaje kod nje.

Članak 6.

(Pakiranje uzorka)

Ispitni uzorci alkoholnih pića koji nisu u originalnom pakiranju pakiraju se u posude koje osiguravaju očuvanje kakvoće do trenutka analize.

Članak 7.

(Broj uzorka)

Broj uzorka ovisi o veličini proizvodne serije, a utvrđuje se na temelju Tablice 1.

Tablica 1.

Alkoholna pića	Količina od koje se uzima uzorak	Broj uzorka
Uzimanje uzorka u originalnom pakiranju		
a) broj ambalažnih jedinica	iz pošiljke do 100 ambalažnih jedinica	najmanje 1
b) broj ambalažnih jedinica	iz pošiljke od 100 do 500 ambalažnih jedinica	najmanje 2
c) broj ambalažnih jedinica	za svakih sljedećih 500 ambalažnih jedinica	najmanje 2

Uzorak mora biti dostatan za provođenje analize.

Članak 8.

(Primjerak uzorka)

Ako ukupno uzeti uzorci alkoholnih pića iznose više od dva pojedinačna primjerka - jedinice, formira se jedan uzorak, s tim što svaki primjerak može biti izdvojen za uzorak.

Članak 9.

(Zapisnik uzorkovanja)

- (1) Zapisnik o uzimanju uzorka alkoholnih pića obvezno sastavlja osoba koja uzima uzorak za ispitivanje i u njega unosi sljedeće podatke: mjesto, datum i vrijeme uzimanja uzorka, svrhu uzimanja uzorka, vrstu i količinu alkoholnih pića od kojih se uzima uzorak, broj pojedinačno uzetih uzoraka i količinu ukupno uzetog uzorka, oznake za identifikaciju uzorka i količinu uzorka koji se dostavlja na ispitivanje.
- (2) Zapisnik potpisuju osoba koja uzima uzorak i osoba od koje se uzima uzorak.

III. REFERENTNE FIZIKALNO-KEMIJSKE METODE ANALIZE

Članak 10.

(Vrste metoda)

- (1) Za utvrđivanje sukladnosti alkoholnih pića s propisanim općim zahtjevima kakvoće u svrhu službene kontrole koriste se sljedeće metode:
- određivanje stvarne alkoholne jakosti izražene volumenom (u dalnjem tekstu: alkoholna jakost) u alkoholnim pićima piknometrijom, elektronskom denzimetrijom i denzimetrijom uz uporabu hidrostatske vase;
 - određivanje ukupnog suhog ekstrakta gravimetrijskom metodom;
 - određivanje hlapivih komponenata i metanola metodom plinske kromatografije;
 - određivanje transanetola metodom plinske kromatografije;
 - određivanje glicirizinske kiseline metodom tekućinske kromatografije visoke djelotvornosti;

- određivanje kalkona metodom tekućinske kromatografije visoke djelotvornosti;
 - određivanje koncentracije žumanjka fotometrijskom metodom;
 - određivanje hlapive kiselosti;
 - određivanje cijanovodične kiseline;
 - određivanje ukupnih šećera.
- (2) Dopusštene su i druge analitičke metode, pod uvjetom da su točnost i preciznost (ponovljivost i obnovljivost) metoda ekivalentni onima dobivenima primjenom referentnih analitičkih metoda danih u Aneksu I.
- (3) Aneksi I., II., III., IV. i V. sastavnim su dijelom ovoga pravilnika.

Članak 11.

(Druge analitičke metode)

Kada nisu dane analitičke metode za određivanje prisutnosti i količine tvari koje se nalaze u pojedinim alkoholnim pićima, mogu se koristiti sljedeće metode:

- analitičke metode koje su potvrđene prema međunarodno priznatim postupcima;
- analitičke metode uskladene s preporučenim standardima Međunarodne organizacije za standardizaciju (ISO);
- analitičke metode koje su priznate od Opće skupštine Međunarodnog ureda za vinogradarstvo i vinarstvo (OIV) i koje je taj Ured objavio;
- ako određena metoda nije obuhvaćena toč. 1., 2. ili 3., u svrhu točnosti, ponovljivosti i obnovljivosti metode može se koristiti bilo koja druga prikladna analitička metoda.

IV. PRIJELAZNE I ZAVRŠNE ODREDBE

Članak 12.

(Iznimke od primjene)

Odredbe ovoga pravilnika ne primjenjuju se na piva, vina, voćna vina i druge proizvode od grožđa, vina i voćna vina i njihove proizvode koji su uredeni posebnim propisima.

Članak 13.

(Službena kontrola i inspekcijski nadzor)

Službene kontrole i inspekcijski nadzor nad primjenom ovoga pravilnika provodit će se sukladno važećim zakonskim propisima.

Članak 14.

(Prestanak važenja propisa)

Danom stupanja na snagu ovoga pravilnika prestaje važiti Pravilnik o metodama uzimanja uzorka i vršenja kemijskih i fizičkih analiza alkoholnih pića ("Službeni list SFRJ", broj 70/87).

Članak 15.

(Prijelazne i završne odredbe)

Jako alkoholno i alkoholno piće uzorkovano i analizirano sukladno odredbama članka 14. ovoga pravilnika može se stavljati na tržište 12 mjeseci od dana stupanja na snagu ovoga pravilnika.

Članak 16.

(Stupanje na snagu)

Ovaj pravilnik stupa na snagu osmoga dana od dana objave u "Službenom glasniku BiH".

VM broj 68/11
24. veljače 2011. godine
Sarajevo

Predsjedatelj
Vijeća ministara BiH
Dr. Nikola Špirić, v. r.

ANEKS I.**ANALITIČKE METODE ANALIZE ALKOHOLNIH PIĆA****ODREĐIVANJE ALKOHOLNE JAKOSTI U ALKOHOLNIM PIĆIMA****Uvod**

Referentna metoda uključuje dva dodatka:

Dodatak I: Priprema destilata

Dodatak II: Mjerjenje gustoće destilata

1. Područje primjene

Ova je metoda prikladna za određivanje stvarne alkoholne jakosti u alkoholnim pićima.

2. Referentni standardi

ISO 3696:1987, Voda za uporabu u analitičkim laboratorijima – Zahtjevi i testne metode

3. Izrazi i definicije**3.1. Referentna temperatura:**

Referentna temperatura za određivanje alkoholne jakosti, gustoće i relativne gustoće alkoholnih pića je 20 °C.

Napomena 1: Izraz »na t °C« koristi se za sva određivanja (gustoće ili alkoholne jakosti) i izražen na temperaturu različitu od referentne temperature od 20 °C.

3.2. Gustoća:

Gustoća je masa po jedinici volumena alkoholnih pića na 20 °C u vakuumu. Izražava se u kilogramima po kubičnom metru i njezin simbol je $\rho_{20/C}$ ili ρ_{20} .

3.3. Relativna gustoća:

Relativna gustoća je omjer, izražen kao decimalni broj, gustoće alkoholnih pića na 20 °C i gustoće vode na istoj temperaturi. Označava se simbolom $d_{20/20/C}$ ili $d_{20/20}$ ili jednostavno d kada ne postoji mogućnost zabune. Karakteristika koja je mjerena mora biti navedena na certifikatu samo uz korištenje gore navedenih simbola.

Napomena 2: Moguće je dobiti relativnu gustoću iz gustoće ρ_{20} na 20 °C:

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

gdje je 998,203 gustoća vode na 20 °C

3.4. Stvarna alkoholna jakost:

Stvarna alkoholna jakost u alkoholnim pićima jednaka je broju litara etilnog alkohola sadržanog u 100 l mješavine voda-alkohol koja ima istu gustoću kao i alkohol ili alkoholno piće nakon destilacije. Referentne vrijednosti za alkoholnu jakost (% vol.) na 20 °C u odnosu na gustoću na 20 °C za različite mješavine voda-alkohol koje se moraju koristiti jesu one dane u Aneksu II.

Opća jednadžba koja se odnosi na alkoholnu jakost i gustoću mješavine voda-alkohol na danoj temperaturi dana je u Aneksu III.

Napomena 3: Za likere i emulzijske likere kod kojih je vrlo teško izmjeriti točan volumen uzorak se mora prvo izvagati i alkoholna jakost prvo se računa po masi.

Jednadžba za pretvorbu:

$$\text{alkoholna jakost (\% vol.)} = \frac{\text{AJM}(\% \text{ mase}) \times \rho_{20}(\text{uzorka})}{\rho_{20}(\text{alkohola})}$$

gdje je AJM = alkoholna jakost po masi
 į20 (alkohola) = 789,24 kg/m³

4. Princip

Nakon destilacije alkoholna jakost u destilatu određuje se piknometrijom, elektronskom denzimetrijom ili denzimetrijom uz uporabu hidrostatske vase.

DODATAK I. PRIPREMA DESTILATA

1. Područje primjene

Ova metoda prikladna je za pripremu destilata koji se koriste za određivanje stvarne alkoholne jakosti u alkoholnim pićima.

2. Princip

Alkoholna pića se destiliraju radi odvajanja etičnog alkohola i drugih hlapivih spojeva iz ekstrakta (tvari koje se ne destiliraju).

3. Reagensi

- 3.1. Kuglice za vrenje
- 3.2. Koncentrirana emulzija protiv pjenjenja (za emulzijske likere)

4. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

- 4.1. Vodena kupelj koja može održavati temperaturu između 10 i 15 °C
- 4.2. Vodena kupelj koja može održavati temperaturu na 20 °C (± 0,2 °C).

- 4.3. Odmjerne tirkvice klase A, od 100 ml i 200 ml, koje su umjerene na 0,1% odnosno na 0,15%.

4.3. Aparatura za destilaciju:

4.3.1. Opći zahtjevi

Aparatura za destilaciju mora ispunjavati sljedeće zahtjeve:

- broj spojeva ne smije biti veći od strogo određenog minimuma potrebnog za osiguranje nepropusnosti sustava;
- uključenje uređaja namijenjenog za sprečavanje burnog vrenja (gubitak vrele tekućine isparavanjem) i radi reguliranja brzine destilacije para bogatih alkoholom;
- brza i potpuna kondenzacija alkoholnih para;
- skupljanje prvi frakcija destilacije u vodenom mediju.

Izvor topline mora se koristiti uz odgovarajući difuzor topline da se spriječe sve pirogene reakcije u ekstraktu.

4.3.2. Primjer prikladne aparature za destilaciju dan je na Slici 1. i uključuje sljedeće dijelove:

- tirkvica s okruglim dnem od 1 l i spojevima od brušenog stakla;
- rektifikacijska kolona visine najmanje 20 cm (npr. Vigreuxova kolona);
- koljenasti konektor s približno 10 cm dugim hladilom s ravnim rubom (hladilo tipa *West*) koji je postavljen okomito;
- spiralna cijev za hladjenje dužine 40 cm;
- ispusna cijev kojom se destilat dovodi do dna prihvatanje graduirane tirkvice u kojoj se nalazi mala količina vode.

Napomena: Gore opisana aparatura namijenjena je za uzorak od najmanje 200 ml. Međutim, manja količina uzorka (100 ml) može se destilirati uz uporabu manje tirkvice za destilaciju, pod uvjetom da se koristi stakleni balon za destilaciju ili neki drugi uredaj koji sprečava prelazak smjese tekućine i pare u hladilo.

5. Skladištenje uzorka za testiranje

Uzorci se skladište na sobnoj temperaturi prije analize.

6. Postupak

Uvodna napomena:

Destilacija se također može provoditi prema postupku koji je objavio IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*, 1968.).

6.1. Provjera aparature za destilaciju.

Aparatura koja se koristi mora imati sljedeća svojstva:

Destilacija 200 ml otopine voda-alkohol poznate koncentracije od približno 50% vol. ne smije uzrokovati gubitak alkohola veći od 0,1% vol.

6.2. Alkoholna pića čija je alkoholna jakost manja od 50% vol.

Odmjeri se 200 ml alkoholnog pića u odmјernu tirkvicu.

Zabilježi se temperatura te tekućine ili se održava na standardnoj temperaturi (20 °C).

Uzorak se izlije u tirkvici s okruglim dnem aparatu za destilaciju, a odmјerna tirkvica ispere se s tri alikvota, od kojih svaki sadrži približno 20 ml destilirane vode. Svaki alikvot vode za ispiranje doda se sadržaju destilacijske tirkvice.

Napomena: To razrjeđenje od 60 ml dosta je za alkoholna pića koja sadrže manje od 250 g suhog ekstrakta po litru. U protivnom, da bi se spriječila piroliza, volumen vode za ispiranje mora biti najmanje 70 ml ako je koncentracija suhog ekstrakta 300 g/l, 85 ml za 400 g/l suhog ekstrakta i 100 ml za 500 g/l suhog ekstrakta (neki voćni i emulzijski likeri). Ti se volumeni podsećaju proporcionalno različitim volumenima uzorka.

Doda se nekoliko kuglica za vrenje (3.1) (i sredstvo protiv pjenjenja za emulzijske likere).

Ulije se 20 ml destilirane vode u originalnu odmјernu tirkvicu koja će se koristiti za prihvatanje destilata. Ta se tirkvica zatim mora staviti u hladnu vodenu kupelj (4.1) (od 10 do 15 °C za alkoholna pića s okusom anisa).

Destilira se izbjegavajući burno vrenje i karbonizaciju, povremeno mijesajući sadržaj tirkvice, sve dok razina destilata ne bude nekoliko milimetara ispod kalibracijske oznake odmјerne tirkvice. Kada temperatura ovog destilata padne za približno 0,5 °C početne temperature tekućine, nadopuni se do oznake destiliranom vodom i dobro promješa.

Takov se destilat koristi za određivanje alkoholne jakosti (Dodatak II.).

6.3. Alkoholna pića čija je alkoholna jakost veća od 50% vol.

Odmjeri se 100 ml alkoholnog pića u odmјernu tirkvicu od 100 ml i izlije u tirkvici s okruglim dnem aparatu za destilaciju.

Odmјerna tirkvica ispere se nekoliko puta destiliranom vodom i taj se sadržaj dodaje sadržaju destilacijske tirkvice s okruglim dnem. Mora se koristiti dovoljno vode da sadržaj tirkvice

dosegne približno 230 ml.

Ulije se 20 ml destilirane vode u odmjeruškučicu od 200 ml koja će se koristiti za prihvaćanje destilata. Ta tiskvica zatim se mora staviti u hladnu vodenu kupelj (4.1) (od 10 do 15 °C za alkoholna pića s okusom anisa).

Destilira se, uz povremeno miješanje sadržaja, sve dok razina destilata ne bude nekoliko milimetara ispod kalibracijske oznake odmjerne tiskvice od 200 ml.

Kada temperatura ovog destilata padne za približno 0,5 °C početne temperature tekućine, nadopuni se do oznake destiliranom vodom i dobro promješa.

Takov destilat koristi se za određivanje alkoholne jakosti (Dodatak II.).

Napomena: Alkoholna jakost alkoholnih pića dva puta je jača od alkoholne jakosti destilata.

DODATAK II.

MJERENJE GUSTOĆE DESTILATA

METODA A: ODREĐIVANJE STVARNE ALKOHOLNE JAKOSTI U ALKOHOLNIM PIĆIMA - MJERENJE PIKNOMETROM

1. Princip

Alkoholna jakost dobiva se iz gustoće destilata izmjerene piknometrijom.

2. Reagensi

Tijekom analize, osim ako nije drukčije određeno, koriste se samo reagensi potvrđene analitičke kvalitete i voda čiji je stupanj kvalitete najmanje 3, sukladno definiciji iz standara ISO 3696:1987.

2.1. Otopina natrijeva klorida (2% m/V)

Za pripremu 1 litre odvaja se 20 g natrijeva klorida i otopi do 1 litre vodom.

3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

3.1. Analitička vaga s preciznošću očitanja od 0,1 mg.

3.2. Termometar, sa spojem od brušenog stakla, kalibriran na desetinke stupnja od 10 do 30 °C Taj se termometar mora umjeriti ili provjeriti u odnosu na umjereni termometar.

3.3. Piknometar od Pyrex stakla, čiji je kapacitet približno 100 ml, opremljen odvojivim brušenim termometrom (A.3.2.). Piknometar ima bočnu cijev dužine 25 mm i unutarnjeg promjera 1 mm (maksimalno) koja završava konusnim brušenim spojem. Drugi piknometri, kao što je opisano u ISO 3507, npr. od 50 ml, mogu se koristiti ako je prikladno.

3.4. Tara posuda istog vanjskog volumena (do 1 ml) kao i piknometar i s masom jednakom masi piknometra napunjenoj tekućinom gustoće 1,01 (otopina natrijeva klorida A.2.1.)

3.5. Toplinski izolirana posuda koja točno pristaje uz tijelo piknometra.

Napomena 1: Metoda za određivanje gustoće alkoholnih pića u vakuumu zahtijeva uporabu vase s dvije plitice, piknometra i tara posude istog vanjskog volumena, kako bi se ponišlio utjecaj tlaka zraka u bilo kojem trenutku. Ova jednostavna tehniku može se primijeniti uporabom vase s jednom pliticom, pod uvjetom da se tara posuda ponovno izvaze kako bi se pratile promjene tlaka zraka tijekom vremena.

4. Postupak

Uvodne napomene:

Slijedeci postupak opisan je za uporabu piknometra za određivanje alkoholne jakosti: daje najveću točnost. Međutim, također je moguće rabići manji piknometar, primjerice od 50 ml.

4.1. Umjeravanje piknometra

Piknometar se umjerava određivanjem sljedećih parametara:

- tara praznog piknometra,
- volumena piknometra na 20 °C,
- mase piknometra napunjenog vodom na 20 °C.

4.1.1. Umjeravanje uporabom vase s jednom pliticom:

Odredi se:

- masa čistog, suhog piknometra (P),
- masa piknometra napunjenog vodom na t °C (P1),
- masa tara posude (T0).

4.1.1.1. Izvaze se čisti, suhi piknometar (P).

4.1.1.2. Piknometar se pažljivo napuni destiliranim vodom na sobnoj temperaturi i namjesti se termometar. Piknometar se pažljivo obriše i stavi u toplinski izoliranu posudu. Miješa se okretanjem posude dok očitanje temperature na termometru ne bude konstantno. Poravna se razina vode na vrhu bočne cjevčice. Pažljivo se očita temperatura t °C i, ako je potrebno, korigira se s obzirom na točnost termometarske ljestvice. Izvaze se piknometar napunjen vodom (P1).

4.1.1.3. Izvaze se tara posuda (T0).

4.1.1.4. Izračun

- Tara praznog piknometra = P – m
gdje je m masa zraka u piknometru.
 $m = 0,0012 \times (P1 - P)$

Napomena 2: 0,0012 je gustoća suhog zraka na 20 °C kod tlaka od 760 mmHg

- Volumen piknometra na 20 °C:

$$V_{20^{\circ}C} = [P1 - (P - m)] \times F_{t^{\circ}C}$$

gdje je faktor za temperaturu t °C iz Aneksa IV.

0 °C mora se odrediti s točnošću od 0,001 ml.

- Masa vode u piknometru na 20 °C:

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

gdje je 0,998203 gustoća vode na 20 °C.

4.1.2. Metoda za umjeravanje uz uporabu vase s dvije plitice:

4.1.2.1. Tara posuda stavi se na lijevu pliticu, a čisti, suhi piknometar s prihvativim čepom na desnu pliticu. Uravnotežuju se stavljanjem utega na stranu piknometra; p grami.

4.1.2.2. Piknometar se pažljivo napuni destiliranim vodom na sobnoj temperaturi i namjesti termometar; piknometar se pažljivo obriše i stavi u toplinski izoliranu posudu; miješa se okretanjem posude dok očitanje temperature na termometru ne bude konstantno. Poravna se razina vode na vrhu bočne cjevčice. Očisti se bočna cijev, namjesti prihvativi čep; pažljivo se očita temperatura t °C i, ako je potrebno, korigira se s obzirom na točnost termometarske ljestvice. Izvaze se piknometar napunjen svodom, s p težinom u gramima koja uspostavlja ravnotežu.

4.1.2.3. Izračun

- Tara praznog piknometra = p + m
gdje je m masa zraka u piknometru.
 $m = 0,0012 \times (p - p')$

- Volumen piknometra na 20 °C:

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

gdje je F_t faktor za temperaturu t °C iz Aneksa IV.

$V_{20}^{\circ}\text{C}$ mora se odrediti s točnošću od 0,001 ml.

– Masa vode u piknometru na 20 °C:

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

gdje je 0,998203 gustoća vode na 20 °C.

4.2. Određivanje alkoholne jakosti testnog uzorka

4.2.1. Uporaba vase s jednom pliticom.

4.2.1.1. Izvaze se tara posuda, težina T_1 .

4.2.1.2. Izvaze se piknometar s pripremljenim destilatom (vidi Dodatak I), P_2 je njegova težina na t °C.

4.2.1.3. Izračun

– $dT = T_1 - T_0$

– Masa praznog piknometra u trenutku mjerena

$$= P_0 - m + dT$$

– Masa tekućine u piknometru na t °C

$$= P_2 - (P_0 - m + dT)$$

– Gustoća na t °C u g/ml

$$- \rho_{tC} = [P_2 - (P_0 - m + dT)] / V_{20}^{\circ}\text{C}$$

– Gustoća na t °C izrazi se u kilogramima po m³ množenjem ρ_{tC} s 1 000, vrijednost koja je poznata kao ρ_t

– ρ_t se korigira na 20 °C korištenjem tablice gustoća ρ_t za mješavini voda-alkohol koja je dana u Aneksu V.

U vodoravnoj koloni te tablice, koja odgovara temperaturi T u cijelim stupnjevima neposredno ispod t °C, pronađe se najmanja gustoća koja je veća od ρ_t . Tabličnu razliku ispod ove gustoće koristimo za izračun gustoće ρ_t alkoholnih pića pri temperaturi T u cijelim stupnjevima.

– Korištenjem cijele temperaturne linije izračuna se razlika između gustoće ρ_t iz tablice odmah iznad ρ_t i izračunate gustoće t . Ta se razlika podjeli s tabličnom razlikom koja se nalazi desno od gustoće t . Kvocijent je decimalni omjer alkoholne jakosti, dok se cijeli broj alkoholne jakosti nalazi na vrhu stupca u kojem se nalazi gustoća ρ_t (Dt. alkoholna jakost).

Napomena 4 : Alternativno se piknometar može držati u vodenoj kupelji na 20 °C (± 2 °C) kada se nadopunjava do oznake.

4.2.1.4. Rezultat

Korištenjem gustoće ρ_{20} izračuna se stvarna alkoholna jakost korištenjem tablice s alkoholnim jakostima koje su niže navedene:

Tablica koja navodi vrijednost alkoholne jakosti (% vol.) na 20 °C kao funkciju gustoće na 20 °C mješavine voda-alkohol dana je u Aneksu II

4.2.2. Metoda uz uporabu vase s jednom pliticom

4.2.2.1. Izvaze se piknometar s pripremljenim destilatom (vidi I. dio), p'' je masa na t °C

4.2.2.2. Izračun

– Masa tekućine u piknometru na t °C

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

– Gustoća na t °C u g/ml

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

– Gustoća na t °C izrazi se u kilogramima po m³ i korigira se temperatura radi izračuna alkoholne jakosti na 20 °C, kao što je ranije navedeno kod uporabe vase s jednom pliticom.

5 Karakteristike provođenja metode (preciznost)

5.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja

Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem provođenja metode koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 20

Broj uzoraka: 6

Uzoreci	A	B	C	D	E	F
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	19	20	17	19	19	17
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	1	—	2	1	1	3
Broj prihvaćenih rezultata	38	40	34	38	38	34
Srednja vrijednost (\bar{x}) % vol.	23,77 26,51 *	40,04	40,2 9	39,20 42,93 *	42,24 45,73 *	57,03 63,03 *
Standardna ponovljivost (S_r) % vol.	0,106	0,17 6	0,072	0,103	0,171	0,190
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Granica ponovljivosti (r) u % vol.	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) % vol.	0,131	0,23 6	0,154	0,233	0,238	0,322
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Granica obnovljivosti (R) u % vol.	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90
Vrste uzoraka						
A = voćni liker; razina razdiobe (*).						
B = brandy; dvostrukе slijepе probe.						

C = whisky; dvostrukе slijepе probe.

D = grapa; razina razdiobe (*).

E = akvavit; razina razdiobe (*)

F = rum; razina razdiobe (*)

METODA B: ODREĐIVANJE STVARNE ALKOHOLNE JAKOSTI U ALKOHOLNIM PIĆIMA – MJERENJE ELEKTRONSKOM DENZIMETRIJOM (NA OSNOVI REZONANTNE FREKVENCIJSKE OSCILACIJE UZORKA U OSCILACIJSKOM MODULU)

1. Princip

Gustoča tekućine određuje se elektronskim mjerenjem oscilacija vibrirajuće U-cijevi. Da bi se obavilo ovo mjerjenje, uzorak se dodaje oscilirajućem sustavu čija je specifična oscilacijska frekvencija tako modificirana zbog dodane mase.

2. Reagensi

Tijekom analize, osim ako nije drukčije određeno, koriste se samo reagensi potvrđene analitičke kvalitete i voda čiji je stupanj kvalitete najmanje 3, sukladno definiciji iz standarda ISO 3696:1987.

- 2.1. Aceton (CAS 666-52-4) ili apsolutni alkohol
- 2.2. Suhí zrak.

3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

3.1. Digitalni denzimetar

Elektronski denzimetar za obavljanje takvih mjerjenja mora moći izraziti gustoču u g/m³ na 5 decimalnih mjesta.

Napomena 1: Denzimetar mora biti smješten na savršeno stabilnom stalu koji je izoliran od svih vibracija.

3.2. Regulacija temperature

Rad denzimeta je valjan samo ako je mjeri modul spojen s ugradenim regulatorom temperature koji može postići stabilnost temperature od $\pm 0.02^{\circ}\text{C}$ ili bolju.

Napomena 2: Precizno podešavanje i praćenje temperature u mernom modulu vrlo su važni jer pogreška od 0.1°C može dovesti do varijacije u gustoći od približno 0.1 kg/m^3 .

3.3. Šprica za injektiranje uzorka ili automatski uzorkivač.

4. Postupak

4.1. Kalibriranje denzimetra

Uredaj mora biti kalibriran u skladu s uputama proizvođača prilikom prve uporabe. Nakon toga se mora redovito kalibrirati i provjeravati u odnosu na referentni standard ili internu laboratorijsku referentnu otopinu pripremljenu od certificiranog referentnog standarda.

4.2. Određivanje gustoće uzorka

- 4.2.1. Ako je potrebno, prije mjerjenja modul se očisti acetonom ili apsolutnim alkoholom i osuši suhim zrakom. Isperi se uzorkom.
- 4.2.2. Uzorak se injektira u modul (s pomoću šprice ili automatskog uzorkivača) tako da je modul potpuno napunjeno. Tijekom postupka punjenja mora se paziti da se potpuno uklone mjehurići zraka. Uzorak mora biti homogen i ne smije sadržavati krute čestice. Sve suspendirane čestice trebaju se ukloniti filtracijom prije analize.
- 4.2.3. Kada se vrijednost očitanja stabilizira, zabilježi se gustoća 20 ili alkoholna jakost prikazana na denzimetru.
- 4.3. Kada se koristi gustoća 20, izračuna se stvarna alkoholna jakost korištenjem tablica s alkoholnim jakostima koje su niže navedene:
- Tablica koja navodi vrijednosti alkoholne jakosti (% vol.) na 20 °C kao funkciju gustoće na 20 °C mješavine voda-alkohol dana je u Aneksu II.

5. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

5.1. Statistički rezultati medulaboratorijskog testiranja

Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem provođenja metode, koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratoriјa: 16

Broj uzoraka: 6

Uzorci	A	B	C	D	E	F
Broj laboratoriјa preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	11	13	15	16	14	13
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratoriјa)	2	3	1	-	1	2
Broj prihvaćenih rezultata	22	26	30	32	28	26
Srednja vrijednost (\bar{x}) % vol.	23,81 26,52 *	40,12 40,35 *	39,27 43,10 *	42,39 45,91 *	56,99 63,31 *	
Standardna devijacija ponovljivosti (S_r) % vol.	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD r)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24

(%)						
Granica ponovljivosti (r) % vol.	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) % vol.	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD_R) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Granica obnovljivosti (R) % vol.	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58
Vrste uzoraka						
A = voćni liker; razina razdiobe (*)						
B = brandy; dvostrukе slijepе probe						
C = whisky; dvostrukе slijepе probe						
D = grapa; razina razdiobe (*)						
E = akvavit; razina razdiobe (*)						
F = rum; razina razdiobe (*)						

METODA C: I. ODREĐIVANJE STVARNE ALKOHOLNE JAKOSTI U ALKOHOLNIM PIĆIMA – MJERENJE DENZIMETRIJOM UZ UPORABU HIDROSTATSKE VAGE

1. *Princip*

Alkoholna jakost u alkoholnim pićima može se mjeriti denzimetrijom uz uporabu hidrostatske vage koja se temelji na Arhimedovom zakonu, po kojem svako tijelo utonjeno u vodu istisne masu vode razmjeru masi toga tijela.

2. *Reagensi*

Tijekom analize, osim ako nije drukčije određeno, koriste se samo reagensi potvrđene analitičke kvalitete i voda čiji je stupanj kvalitete najmanje 3, sukladno definiciji iz standarda ISO 3696:1987.

2.1. Otopina za čišćenje plovka (natrijev hidroksid, 30% m/V)

Za pripremu 100 ml odvaže se 30 g natrijeva hidroksida i nadopuni do oznake 96% vol. etanolom.

3. *Aparatura*

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

3.1. Hidrostatska vaga s jednom pliticom i osjetljivosti 1 mg.

3.2. Plovak volumena najmanje 20 ml, posebno prilagođen vagi, obješen o niti čiji promjer ne prelazi 0,1 mm.

3.3. Mjerni cilindar s oznakama razine. Plovak mora biti u mogućnosti potpuno zauzeti volumen cilindra ispod oznake, kroz površinu tekućine može prolaziti samo nit. Mjerni cilindar mora imati unutarnji promjer najmanje 6 mm veći od unutarnjeg promjera plovka.

3.4. Termometar (ili sonda za mjerjenje temperature) označen u stupnjevima i desetinkama stupnjeva od 10 do 40 °C, kalibriran na 0,05 °C

3.5. Utezi, koje je kalibriralo priznato certificirano tijelo

Napomena 1: Uporaba vase s dvije plitice također je moguća sukladno međunarodnoj valjanim metodama.

4. Postupak

Plovak i mjeri cilindar moraju se čistiti između svakog mjerjenja destiliranim vodom, osušiti mehaničkim laboratorijskim papirom koji ne ostavlja vlakna i isprati otopinom čija se gustoća određuje. Mjerjenje se mora obaviti čim se postigne stabilnost uređaja kako bi se ograničio gubitak alkohola isparavanjem.

4.1. Kalibriranje vase

Iako vase obično imaju unutarnji sustav kalibriranja, hidrostatska vase mora imati sposobnost kalibriranja s utezima koje je umjerilo službeno certificirano tijelo.

4.2. Kalibriranje plovka

4.2.1. Mjeri cilindar napuni se do oznake redestiliranim vodom (ili vodom ekvivalentne gustoće, npr. mikrofiltriranim vodom čija vodljivost iznosi $18,2 \text{ M}/\text{cm}$) na temperaturi između 15 i 25°C , ali najbolje na 20°C .

4.2.2. Uroni se plovak i termometar, promješa se, očita gustoća tekućine s uređajem te, ako je potrebno, ispravi očitana vrijednost tako da bude jednaka vrijednosti vode pri mjerjenju temperature.

4.3. Provjera korištenjem otopine voda-alkohol

4.3.1. Mjeri cilindar nadopuni se do oznake mješavinom voda-alkohol poznate alkoholne jakosti na temperaturi između 15 i 25°C , ali najbolje na 20°C .

4.3.2. Uroni se plovak i termometar, promješa se i očita gustoća tekućine (ili alkoholna jakost ako je to moguće) s uređajem. Alkoholna jakost, utvrđena na taj način, biti će jednaka prethodno utvrđenoj alkoholnoj jakosti.

Napomena 2: Ova otopina poznate alkoholne jakosti također se može koristiti za kalibriranje plovka umjesto redestilirane vode.

4.4. Mjerjenje gustoće destilata (ili njegove alkoholne jakosti, ako to uređaj omogućava).

4.4.1. Uzorak za testiranje ulije se u mjeri cilindar do građevane oznake.

4.4.2. Uroni se plovak i termometar, promješa se i očita gustoća tekućine (ili alkoholna jakost ako je to moguće) s uređajem. Zabilježi se temperatura ako je gustoća mjerena na 1°C (P_1).

4.4.3. Ispravi se P_1 na 20 korištenjem tablice s vrijednostima gustoće T za smjese vode i alkohola koja je dana u Tablici Aneksa V.

4.5. Čišćenje plovka i mjeri cilindra

4.5.1. Plovak se urom u otopinu za čišćenje plovka u mjerom cilindru.

4.5.2. Plovak se ostavi namakati sat vremena uz periodično okretanje.

4.5.3. Ispere se velikom količinom pitke vode, a nakon toga destiliranim vodom.

4.5.4. Osuši se s mehaničkim laboratorijskim papirom koji ne ostavlja vlakna.

Ovaj se postupak provodi prilikom prve uporabe plovka, a zatim redovito po potrebi.

4.6. Rezultat

Kada se koristi gustoća 20 , izračuna se stvarna alkoholna jakost korištenjem tablica s alkoholnim jakostima koje su niže navedene:

Tablica koja navodi vrijednosti alkoholne jakosti (% vol.) na 20°C kao funkciju gustoće na 20°C mješavine voda-alkohol dana je u Aneksu II.

5. Karakteristike provodenja metode (preciznost)

5.1. Statistički rezultati medulaboratorijskog testiranja

Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem provodenja metode, koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima:

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997.

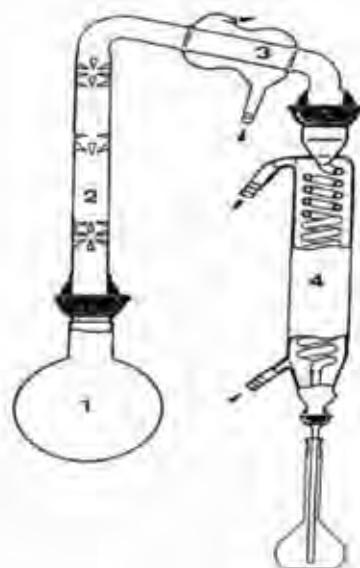
Broj laboratorija: 12
 Broj uzoraka: 6

Uzorci	A	B	C	D	E	F
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	12	10	11	12	11	9
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	-	2	1	-	1	2
Broj prihvaćenih rezultata	24	20	22	24	22	18
Srednja vrijednost (\bar{x}) % vol.	23,80 26,51 *	40,09	40,2 9	39,26 43,09 *	42,38 45,89 *	57,16 63,44 *
Standardna devijacija ponovljivosti (S_r) % vol.	0,048	0,065	0,04 2	0,099	0,094	0,106
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD_r) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Granica ponovljivosti (r) % vol.	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) % vol.	0,060	0,076	0,07 3	0,118	0,103	0,125
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD_R) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Granica obnovljivosti (R) % vol.	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35
Vrste uzoraka						
A = voćni liker; razina razdiobe (*).						
B = brandy; dvostrukе slijepе probe.						
C = whisky; dvostrukе slijepе probe.						

D = grapa; razina razdiobe (*).

E = akvavit; razina razdiobe (*)

F = rum; razina razdiobe (*).



Slika 1. APARATURA ZA DESTILACIJU ZA MJERENJE STVARNE ALKOHOLNE JAKOSTI U ALKOHOLNIM PIĆIMA

1. Tikvica s okruglim dnom od 1 litre sa standardiziranim oblim brušenim spojem;
2. Vigreuxova rektificirajuća kolona duga 20 cm;
3. Westoyo hladilo s ravnim rubom dugo 10 cm;
4. Spiralna cijev za hlađenje duga 40 cm.

II. ODREĐIVANJE UKUPNOG SUHOG EKSTRAKTA U ALKOHOLNIM PIĆIMA GRAVIMETRIJOM

1. Područje primjene

Ova se metoda primjenjuje samo za akvavit u kojem je suhi ekstrakt ograničen na 1,5 g na 100 ml.

2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za uporabu u analitičkom laboratoriju – Zahtjevi i testne metode

3. Definicija

Ukupni suhi ekstrakt ili ukupna suha tvar uključuje sve tvari koje nisu hlapive pod specifičnim fizikalnim uvjetima.

4. Princip

Vaganje ostatka zaostalog nakon isparavanja alkoholnog pića u kipućoj vodenoj kupelji i sušenje u sušioniku.

5. Aparature i pribor

- 5.1. Cilindrična posuda za isparavanje s ravnim dnom promjera 55 mm.
- 5.2. Kipuća vodena kupelj.
- 5.3. Pipeta od 25 ml, klase A.
- 5.4. Sušionik.
- 5.5. Eksikator.
- 5.6. Analitička vaga s preciznošću od 0,1 mg.
6. *Uzorkovanje i uzorci*
Uzorci se čuvaju na sobnoj temperaturi prije analize.

7. Postupak

- 7.1. Odpipetira se 25 ml alkoholnog pića koje sadrži manje od 15 g/l suhe tvari u prethodno izvaganju cilindričnu posudu za isparavanje s ravnim dnom promjera 55 mm. Tijekom prvog sata isparavanja posuda za isparavanje smještena je na poklopcu kipuće vodene kupelji tako da tekućina ne vrije jer bi to moglo dovesti do gubitka uslijed prskanja. Ostavi se još sat vremena u neposrednom dodiru s parom kipuće vodene kupelji.
- 7.2. Sušenje se završi stavljanjem posude za isparavanje u sušionik na $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ dva sata. Posuda za isparavanje stavi se u eksikator na hlađenje i izvaze se sa sadržajem.
8. *Izračun*
Masa ostatka pomnožena s 40 jednak je suhom ekstraktu u alkoholnom piću i mora se izraziti u g/l na jedno decimalno mjesto.
9. *Karakteristike provođenja metode (preciznost)*
- 9.1. Statistički rezultati medulaboratorijskog testiranja
Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem provođenja metode, koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.
Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 10
Broj uzoraka: 4

Uzoreci	A	B	C	D
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	9	9	8	9
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	1	1	2	-
Broj prihvaćenih rezultata	18	18	16	18
Srednja vrijednost (\bar{x}) g/l	9,0 7,8	9,1 9,4	10,0 11,8	11,1
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123

Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Granica ponovljivosti (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Standardna devijacija obnovljivosti (S _R) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Granica obnovljivosti (R) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6
Vrste uzoraka				
A = brandy; dvostrukе slijepе probe				
B = rum; razine razdiobe				
C = grapa; razine razdiobe				
D = akvavit; razine razdiobe				

III. ODREĐIVANJE HLAPIVIH KOMPONENTA I METANOLA U ALKOHOLOM PIĆIMA

III.1. OPĆE NAPOMENE

1. Definicije

Pravilnikom o jakim alkoholnim i alkoholnim pićima („Službeni glasnik BiH”, broj 87/08) određuju se minimalne razine hlapivih spojeva, osim etanola i metanola, za niz alkoholnih pića. Samo za ovu skupinu pića te se razine konvencionalno smatraju jednakima zbroju koncentracija 1. hlapivih kiselina izraženih kao ocjena kiselina:

2. aldehida izraženih kao etanal zbrajanjem etanala (acetaldehida) i frakcije etanala sadržane u 1,1-dietoksietanu (acetalu);
3. sljedećih viših alkohola: propan-1-ol, butani-1-ol, butan-2-ol, 2-metilpropan-1-ol, analizirani kao pojedinačni alkohol i 2-metilbutan-1-ol i 3-metilbutan-1-ol, analizirani kao pojedinačni alkohol ili zbroj dva alkohola;
4. etil acetata.

Sljedeće metode su konvencionalne metode za mjerjenje hlapivih spojeva:

- hlapive kiseline pomoću hlapive kiselosti,
- aldehidi (etanal i acetal), etil acetat i alkoholi plinskom kromatografijom (GC).

2. Analiza hlapivih spojeva plinskom kromatografijom

Analiza hlapivih spojeva plinskom kromatografijom, osim spojeva navedenih u prethodnom tekstu, može se pokazati posebno zanimljivom kao sredstvo za određivanje podrijetla sirovine koja se koristi u destilaciji i stvarnih uvjeta destilacije.

Neka alkoholna pića sadrže druge hlapive komponente poput aromatskih spojeva, koji su karakteristični za sirovine koje se koriste za dobivanje alkohola, aromu alkoholnih pića i specifičnosti pripreme alkoholnog pića.

III.2. ODREĐIVANJE HLAPIVIH SRODNIH SPOJEVA PLINSKOM KROMATOGRAFIJOM: ALDEHIDA, VIŠIH ALKOHOOLA, ETIL ACETATA I METANOLA

1. Područje primjene

Ova je metoda prikladna za određivanje 1,1-dietoksietana (acetala), 2-metilbutan-1-ola (aktivno amilnog alkohola), 3-metilbutan-1-ola (izoamilnog alkohola), metanola (metilnog alkohola), etil etanoata (etil acetata), butan-1-ola (n-butanola), butan-2-ola (sekundarnog butanola), 2-metilpropan-1-ola (izobutil alkohola), propan-1-ola (n-propanola) i etanal (acetaldehida) u alkoholnim pićima primjenom plinske kromatografije. U ovoj se metodi koristi interni standard, primjerice pentan-3-ol. Koncentracije analita izražavaju se u gramima na 100 litara apsolutnog alkohola; alkoholna jakost alkoholnih pića mora se odrediti prije analize. Alkoholna pića koja se mogu analizirati primjenom ove metode su *whisky*, *brandy*, rum, rakija od grožđa, voćna rakija i lozovača.

2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za uporabu u analitičkom laboratoriju – Zahtjevi i testne metode

3. Definicija

Srodni spojevi su hlapive tvari koje se zajedno s etanolom stvaraju tijekom fermentacije, destilacije i zreњa alkoholnih pića.

4. Princip

Srodni spojevi u alkoholnim pićima određuju se izravnim injektiranjem alkoholnog pića, ili prikladno razrijedenog alkoholnog pića, u sustav za plinsku kromatografiju (GC). Prikladni interni standard potrebno je dodati alkoholnom piću prije injektiranja. Srodni spojevi odvajaju se temperaturnim programiranjem na odgovarajućoj koloni i detektiraju se primjenom plamenoionizacijskog detektora (FID). Koncentracija svakog srodnog spoja određuje se u odnosu na interni standard iz faktora odziva detektora, koji se dobiju tijekom kalibriranja pod istim kromatografskim uvjetima kakvi se primjenjuju i u analizi alkoholnih pića.

5. Reagensi

Ako nije drukčije navedeno, koriste se samo reagensi čija je čistoća veća od 97%, kupljeni od ovlaštenog dobavljača koji posjeduje ISO certifikat s potvrdom o čistoci, bez drugih srodnih spojeva pri testnom razjedenju (to se može potvrditi injektiranjem pojedinih standarda srodnih spojeva pri testnom razjedenju uz kromatografske uvjete kao pod 6.4.), te voda čija je kvalitet najmanje 3, sukladno standardu ISO 3696. Acetal i acetaldehid moraju biti skladišteni na tamnom mjestu i na temperaturi $< 5^{\circ}\text{C}$, sví drugi reagensi mogu se skladištiti na sobnoj temperaturi.

- 5.1. Apsolutni etanol (CAS 64-17-5)
- 5.2. Metanol (CAS 67-56-1)
- 5.3. Propan-1-ol (CAS 71-23-8)
- 5.4. 2-metilpropan-1-ol (CAS 78-33-1)

5.5. Prihvatlji vi interni standardi: pentan-3-ol (CAS 584-02-1), pentan-1-ol (CAS 71-41-0), 4-metilpentan-1-ol (CAS 626-89-1) ili metil nonanoat (CAS 1731-84-6).

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

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

5.8. Etil acetat (CAS 141-78-6).

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

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

5.11. Acetaldehid (CAS 75-07-0).

5.12. Acetal (CAS 105-57-7).

5.13. 40 % V/V otopina etanola

Za pripremu 400 ml/l otopine etanola ulije se 400 ml etanola (5.1.) u odmјernu tikkicu od 1 litre, nadopuni se do oznake destiliranim vodom oznake i promješa.

5.14. Priprema i skladištenje standardnih otopina (postupak koji se koristi za validiranu metodu). Sve standardne otopine moraju se skladištiti na $< 5^{\circ}\text{C}$ i pripremati se svježe jednom mjesечно. Mase komponenata i otopina moraju se zaokružiti na 0,1 mg.

5.14.1. Standardna otopina – A

Otpipetiraju se sljedeći reagensi u odmјernu tikkicu od 100 ml, koja sadrži približno 60 ml otopine etanola (5.13.) kako bi se smanjilo isparavanje komponenata, nadopuni se do oznake otopinom etanola i dobro promješa. Zabilježi se težina tikkice, svake dodane komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

Komponenta	Volumen (ml)
Metanol (5.2.)	3,0
Propan-1-ol (5.3.)	3,0
2-metilpropan-1-ol (5.4.)	3,0
2-metilbutan-1-ol (5.6.)	3,0
3-metilbutan-1-ol (5.7.)	3,0
Etil acetat (5.8.)	3,0
Butan-1-ol (5.9.)	3,0
Butan-2-ol (5.10.)	3,0
Acetaldehid (5.11.)	3,0
Acetal (5.12.)	3,0

Napomena 1: Poželjno je acetal i acetaldehid dodati na kraju da bi se smanjili gubici isparavanjem.

5.14.2 Standardna otopina – B

Otpipetira se 3 ml pentan-3-ola ili drugog odgovarajućeg internog standarda (5.5.) u odmјernu tikkicu od 100 ml, koja sadrži približno 80 ml otopine etanola (5.13.), nadopuni se do oznake otopinom etanola i dobro promješa.

Zabilježi se težina tikkice, težina pentan-3-ola ili drugog internog standarda i ukupna konačna težina sadržaja.

5.14.3 Standardna otopina – C

Otpipetira se 1 ml otopine A (5.14.1.) i 1 ml otopine B (5.14.2.) u odmjernu tikvicu od 100 ml koja sadrži približno 80 ml otopine etanola (5.13.), nadopuni se do oznake otopinom etanola i dobro promiješa.

Zabilježi se težina tikvice, svake dodane komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

5.14.4 Standardna otopina – D

Radi zadržavanja analitičkog kontinuiteta, pripremi se standard za provjeru rada sustava korištenjem prethodno pripremljenog standarda A (5.14.1.). Otpipetira se 1 ml otopine A u odmjernu tikvicu od 100 ml koja sadrži približno 80 ml otopine etanola (5.13.), nadopuni se do oznake otopinom etanola i dobro promiješa.

Zabilježi se težina tikvice, svake dodane komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

5.14.5 Standardna otopina – E

Otpipetira se 10 ml otopine B (5.14.2.) u odmjernu tikvicu od 100 ml koja sadrži približno 80 ml otopine etanola (5.13.), nadopuni se do oznake otopinom etanola i dobro promiješa.

Zabilježi se težina tikvice, svake dodane komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

5.14.6 Otopine standarda koje se koriste za provjeru linearnosti odziva plamenoionizacijskog detektora (FID)

U odvojene odmjerne tikvice od 100 ml koje sadrže približno 80 ml otopine etanola (anola) otpipetira se 0; 0,1; 0,5; 1,0; 2,0 ml otopine A (5.14.1.) i 1 ml otopine B (5.14.2.), nadopuni se do oznake otopinom etanola i dobro promiješa.

Zabilježi se težina tikvice, svake dodane komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

5.14.7 Otopina standarda za provjeru rada sustava (QC)

Otpipetira se 9 ml standardne otopine D (5.14.4.) i 1 ml standardne otopine E (5.14.5.) u posudu za vaganje i dobro promiješa.

Zabilježi se težina tikvice, svake dodane komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

6. Aparatura**6.1 Uredaj za mjerjenje gustoće i alkoholne jakosti:****6.2 Analitička vaga s mogućnošću očitavanja do četiri decimalna mjesta.****6.3 Temperaturno programiran plinski kromatograf opremljen plamenoionizacijskim detektorom i integratorom ili drugim sustavom za obradu podataka koji može mjeriti površine ili visine pikova.****6.4 Kolona plinskog kromatografa koja može odvajati analite tako da je najmanja rezolucija između pojedinačnih komponenti (osim 2-metilbutan-1-ola i 3-metilbutan-1-ola) barem 1,3.**

Napomena 2: Sljedeće kolone i uvjeti plinske kromatografije jesu prikladni primjeri:

1. Predkolona (1 m × 0,32 mm) spojena na kolonu CP-WAX 57 CB (50 m × 0,32 mm) i debljinom filma od 0,2 μm (stabilizirani polietilen glikol), te zatim na kolonu Carbowax 400 (50 m × 0,32 mm) i debljine filma od 0,2 μm (Kolone su spojene korištenjem press-fit konektora.)

Plin nositelj i tlak: helij (135 kPa)

Temperatura kolone: 35 °C tijekom 17 min, 35-70 °C po 12 °C/min, zadržavanje na 70 °C tijekom 25 min.

Temperatura injektora: 150 °C

Temperatura detektora: 250 °C

Volumen injektiranja: 1 μl, split 20 do 100 : 1

2. Predkolona (1 m × 0,32 mm), spojena na kolonu CP-WAX 57 CB (50 m × 0,32 mm) i debljinom filma od 0,2 μm (stabilizirani polietilen glikol). (Predkolona je spojena korištenjem press-fit konektora.)

Plin nositelj i tlak: helij (65 kPa)

- Temperatura koline: 35 °C tijekom 10 min, 35-110 po 5 °C/min, 110-190 °C po 30 °C/min, zadržavanje na 190 °C tijekom 2 min.
 Temperatura injektora: 260 °C
 Temperatura detektora: 300 °C
 Volumen injektiranja: 1 µl, split 55 : 1
3. Napunjena kolona (5% CW 20M, Carbopak B) 2 m × 2 mm.
 Temperatura koline: 65 °C tijekom 4 min, 65-140 °C po 10 °C/min, zadržavanje na 140 °C tijekom 5 min, 140-150 °C po 5 °C/min, zadržavanje na 150 °C tijekom 3 min.
 Temperatura injektora: 65 °C
 Temperatura detektora: 200 °C
 Volumen injektiranja: 1 µl

7. Uzorkovanje i uzorci

7.1 Laboratorijski uzorak

Nakon primitka mjeri se alkoholna jakost svakog uzorka (6.1.)

8. Postupak (koji se koristi za validiranu metodu)

8.1 Dio testa

- 8.1.1 Izvaže zatvorena posuda za vaganje i zabilježi težina.
 8.1.2. Otpipetira se 9 ml laboratorijskog uzorka u posudu i zabilježi težina (m_{uzorka}).
 8.1.3. Doda se 1 ml standardne otopine E (5.14.5.) i zabilježi težina (m_{IS}).
 8.1.4. Testni materijal dobro se promučka (najmanje 20 puta). Uzorci moraju biti skladišteni na manje od 5 °C prije analize radi smanjivanja gubitka hlapljenjem.

8.2 Slijepa proba

- 8.2.1. Uporabom vase s mogućnošću očitanja do četiri decimalna mjesta (6.2.) izvaže se zatvorena posuda za vaganje i zabilježi težina.
 8.2.2. Otpipetira se 9 ml 400 ml/l otopine etanola (5.13.) u posudu i zabilježi težina.
 8.2.3. Doda se 1 ml standardne otopine E (5.14.5.) i zabilježi težina.
 8.2.4. Testni materijal dobro se promučka (najmanje 20 puta). Uzorci moraju biti skladišteni na manje od 5 °C prije analize radi smanjivanja gubitka hlapljenjem.

8.3 Uvodni test

Injektiра se standardna otopina C (5.14.3.) kako bi se osiguralo odvajanje svih analita uz minimalnu rezoluciju od 1.3 (osim 2-metilbutan-1-ola i 3-metilbutan-1-ola).

8.4 Kalibriranje

Kalibriranje se mora provjeriti primjenom sljedećeg postupka. Provjerava se linearost odziva detektora suksesivnom analizom svake otopine standarda za provjeru linearnosti (5.14.6.) koja sadrži interni standard (IS) u triplikatu. Iz površina pika integratora ili visina pika za svako injektiranje izračuna se omjer R za svaki srodnji spoj i izradi grafički prikaz R u odnosu na omjer koncentracije srodnog spoja i internog standarda (IS), C. Treba se dobiti linearna krvulja, s koeficijentom korelacije od najmanje 0.99.

$$R = \frac{\text{Površina ili visina pika srodnog spoja}}{\text{Površina ili visina pika IS}}$$

$$C = \frac{\text{Koncentracija srodnog spoja } (\mu\text{g/g})}{\text{Koncentracija IS } (\mu\text{g/g})}$$

8.5. Određivanje

Injectira se standardna otopina C (5.14.3.) i 2 otopine standarda za provjeru rada sustava (5.14.7.). Slijede nepoznati uzorci (pripremljeni u skladu s 8.1. i 8.2.) uz umetanje jednog standarda za provjeru rada sustava na svakih 10 uzoraka kako bi se osigurala analitička stabilnost. Injectira se standardna otopina C (5.14.3.) nakon svakih 5 uzoraka.

9. Izračun

Može se koristiti automatizirani sustav za obradu podataka, pod uvjetom da se podaci mogu provjeriti primjenom načela opisanih u dolje navедenoj metodi.

Izmjere se površine ili visine pikova srodnih spojeva i pikova internog standarda.

9.1. Izračun faktora odziva detektora:

Iz kromatograma s injectiranim standardnom otopinom C (5.14.3.) izračuna se faktor odziva detektora za svaki srodnji spoj primjenom jednadžbe (1).

$$(1) \text{ Faktor odziva detektora} =$$

Površina ili visina pika IS

$\frac{\text{Površina ili visina pika srodnog spoja}}{\text{Koncentracija srodnog spoja } (\mu\text{g/g})}$

\times
Koncentracija IS ($\mu\text{g/g}$)

Gdje je:

IS = interni standard;

Konc. srodnog spoja = koncentracija srodnog spoja u otopini C (5.14.3.);

Konc. IS = koncentracija internog standarda u otopini C.

9.1.2. Analiza uzorka

Primjenom donje jednadžbe (2) izračuna se koncentracija svakog srodnog spoja u uzorcima.

$$(2) \text{ Koncentracije srodnih spojeva } (\text{eg/g}) =$$

Površina ili visina pika srodnog spoja

\times
 $\frac{\text{Površina ili visina pika IS}}{m_{IS}(\text{g})}$

\times Konc. IS ($\mu\text{g/g}$) \times RF

$\frac{m_{uzorka}(\text{g})}{m_{uzorka}(\text{g})}$

Gdje je:

m_{uzorka} = masa uzorka (8.1.2.);

m_{IS} = masa internog standarda (8.1.3.);

Konc. IS = koncentracija internog standarda u otopini E (5.14.5.);

RF = faktor odziva detektora izračunat korištenjem jednadžbe 1.

9.1.3. Analiza otopine standarda za provjeru rada sustava

Primjenom donje jednadžbe (3) izračuna se postotak iskorištenja ciljane vrijednosti za svaki srodnji spoj u otopinama standarda za provjeru rada sustava (5.14.7.)

(3) % iskorištenja uzorka za provjeru rada sustava =

Koncentracija analita u standardu za provjeru rada sustava

Koncentracija analita u otopini D > 100

Koncentracija analita u standardu za provjeru rada sustava izračuna se primjenom gore navedenih jednadžbi (1) i (2).

9.2. Konačni prikaz rezultata

Rezultati se preračunaju iz g/g u g na 100 litara apsolutnog alkohola za uzorke primjenom jednadžbe (4).

(4) Koncentracija u g na 100 litara apsolutnog alkohola =

Konc. ($\mu\text{g/g}$) $\times \rho \times 10 / [\text{jakost (\% vol.)} \cdot 1000]$

Gdje je:

ρ = gustoća u kg/m^3

Rezultati se izražavaju do 3 značajne znamenke i maksimalno jednog decimalnog mjesto, npr. 11,4 g na 100 l apsolutnog alkohola.

10. Osiguranje kakvoće i kontrola (korišteni za validiranu metodu)

Primjenom gore navedene jednadžbe (2) izračuna se koncentracija svakog srodnog spoja u otopinama standarda za provjeru rada sustava koje su pripremljene kako je opisano od 8.1.1. do 8.1.4. Primjenom jednadžbe (3) izračuna se postotak iskorištenja ciljane vrijednosti. Ako su analitički rezultati unutar $\pm 10\%$ njihovih teoretskih vrijednosti za svaki srođni spoj, analiza se može nastaviti. Ako nisu, mora se istražiti uzrok odstupanja te poduzeti potrebne korektivne mjere.

11. Karakteristike provodenja metode (preciznost)

Statistički rezultati medulaboratorijskog testiranja: sljedeće tablice daju vrijednosti za sljedeće spojeve: etanal, etil acetat, acetal, ukupni etanal, metanol, butan-2-ol, propan-1-ol, butan-1-ol, 2-metil-propan-1-ol, 2-metil-butan-1-ol, 3-metil-butan-1-ol.

Sljedeci podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem provodenja metode, koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: etanal

Uzoreci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	28	26	27	27	28
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	2	4	3	3	2
Broj prihvaćenih rezultata	56	52	54	54	56
Srednja vrijednost (*) $\mu\text{g/g}$	63,4	71,67	130,4	38,4	28,6

			13,8(*)	52,2(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	3,3	1,9	6,8	4,1
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8
Granica ponovljivosti (r) µg/g	9,3	5,3	19,1	11,6
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) µg/g	12	14	22	6,8
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2
Granica obnovljivosti (R) µg/g	33,5	38,9	62,4	19,1
Vrste uzoraka				
A = brandy; dvostrukе slijepе probe.				
B = kirsch; dvostrukе slijepе probe.				
C = grapa; dvostrukе slijepе probe.				
D = whisky; razne razdiobe (*).				
E = rum; razne razdiobe (*)				

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: etil acetat

Uzorci	A	B	C	D
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	24	24	25	24
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	2	2	1	2
Broj prihvaćenih rezultata	48	48	50	48
Srednja vrijednost (*) µg/g	96,8	1 046	120,3	112,5 91,8(*)

Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	2,2	15	2,6	2,1
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0
Granica ponovljivosti (r) µg/g	6,2	40,7	7,2	5,8
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) µg/g	6,4	79	8,2	6,2
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2
Granica obnovljivosti (R) µg/g	17,9	221,9	22,9	17,5
Vrsta uzorka A = brandy; dvostrukе slijepе probe. B = kirsch; dvostrukе slijepе probe. C = grapa; dvostrukе slijepе probe. D = whisky; razine razdiobe (*). E = rum; razine razdiobe (*).				

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997

Broj laboratorija: 32
 Broj uzoraka: 5
 Analit: acetal

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	20	21	22	17	21
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	4	3	2	4	3
Broj prihvacenih rezultata	40	42	44	34	42
Srednja vrijednost (x) µg/g	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1 6,60*
					28,3(*)

))
Standardna devijacija ponovljivosti (S_d) $\mu\text{g/g}$	0,58	0,84	1,6	0,82
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD_d) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4	4,4	2,3
Standardna devijacija obnovljivosti (S_b) $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4	8,9	1,4
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD_b) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	11,8	12,2	25,0	4,0
Vrsta uzorka				
A = brandy; dvostrukе slijepе probe.				
B = kirsch; dvostrukе slijepе probe.				
C = grapa; dvostrukе slijepе probe.				
D = whisky; razine razdiobe (*).				
E = rum; razine razdiobe (*).				

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analitičar: ukupni etanal

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	23	19	22	21	22
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	1	5	2	3	2
Broj prihvaćenih rezultata	46	38	44	42	44
Srednja vrijednost (*) $\mu\text{g/g}$	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8(*)	61,8(*)

))
Standardna devijacija ponovljivosti (S_d) $\mu\text{g/g}$	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD_d) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Standardna devijacija obnovljivosti (S_b) $\mu\text{g/g}$	13	15	24,1	7,3	9,0
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD_b) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2
Vrsta uzorka					
A = brandy; dvostrukе slijepе probe.					
B = kirsch; dvostrukе slijepе probe.					
C = grapa; dvostrukе slijepе probe.					
D = whisky; razine razdiobe (*).					
E = rum; razine razdiobe (*).					

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: metanol

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	26	27	27	28	25
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	4	3	3	1	4
Broj prihvaćenih rezultata	52	54	54	56	50
Srednja vrijednost (#)	319,8	2 245	1 326	83,0	18,6

μg/g			61,5(*)	28,9(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) μg/g	4,4	27	22	1,5
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1
Granica ponovljivosti (r) μg/g	12,3	74,4	62,5	4,3
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) μg/g	13	99	60	4,5
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2
Granica obnovljivosti (R) μg/g	35,2	278,3	169,1	12,5
Vrsta uzorka				
A = brandy; dvostrukе slijepе probe.				
B = kirsch; dvostrukе slijepе probe.				
C = grapa; dvostrukе slijepе probe.				
D = whisky; razine razdiobe (*).				
E = rum; razine razdiobe (*).				

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 4

Analit: butan-2-ol

Uzorci	A	B	C	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	21	27	29	22
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	4	3	1	3
Broj prihvaćenih rezultata	42	54	58	44
Srednja vrijednost (*) μg/g	5,88	250,2	27,57	5,83
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) μg/g	0,40	2,20,87	0,64	

Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Granica ponovljivosti (r) µg/g	1,1	6,1	2,5	1,8
Standardna devijacija obnovljivosti (S _R) µg/g	0,89	13	3,2	0,87
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Granica obnovljivosti (R) µg/g	2,5	35,5	8,9	2,4
Vrsta uzorka				
A = brandy; dvostrukе slijepе probe				
B = kirsch; dvostrukе slijepе probe.				
C = grapa; dvostrukе slijepе probe.				
E = rum; razine razdiobe (*).				

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: propuni-1-ol

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	29	27	27	29	29
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	2	4	3	2	2
Broj prihvaccenih rezultata	58	54	54	58	58
Srednja vrijednost (*) µg/g	86,4	541	159,	272,1 229,3 *)	177,1 222,1 *)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Relativna standardna	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6

devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)					
Granica ponovljivosti (r) µg/g	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) µg/g	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Granica obnovljivosti (R) µg/g	14,8	407,	18,2	25,2	22,7
Vrsta uzorka					
A = brandy; dvostrukе slijepе probe.					
B = kirsch; dvostrukе slijepе probe.					
C = grapa; dvostrukе slijepе probe.					
D = whisky; razine razdiobe (*).					
E = rum; razine razdiobe (*).					

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 3

Analit: butan-1-ol

Uzorci	A	B	C
Broj laboratorija preoja preonakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	20	22	22
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	4	4	6
Broj prihvaćenih rezultata	40	44	44
Srednja vrijednost (x) µg/g	3,79	5,57	7,54
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	0,43	0,20	0,43
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	11,2	3,6	5,6
Granica ponovljivosti (r) µg/g	1,1	0,6	1,2
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) µg/g	0,59	0,55	0,82

Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	15,7	9,8	10,8
Granica obnovljivosti (R) µg/g	1,7	1,5	2,3
Vrsta uzorka			
A = brandy; dvostrukе slijepе probe.			
B = kirsch; dvostrukе slijepе probe.			
C = grapa; dvostrukе slijepе probe (*).			

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997

Broj laboratorija: 32
 Broj uzoraka: 5
 Analit: 2-metilpropan-1-ol

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratoriјa preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	28	31	30	26	25
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratoriјa)	3	0	1	5	6
Broj prihvaćenih rezultata	56	62	60	52	50
Srednja vrijednost (x) µg/g	174, 2	111,7	185, 0	291,0 246,8(*) *)	115,99 133,87(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (S _r) µg/g	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Granica ponovljivosti (r) µg/g	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Standardna devijacija obnovljivosti (S _R) µg/g	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0

Granica obnovljivosti (R) µg/g	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4
Vrsta uzorka					
A = brandy; dvostrukе slijepе probe					
B = kirsch; dvostrukе slijepе probe					
C = grapa; dvostrukе slijepе probe					
D = whisky; razine razdiobe (*).					
E = rum; razine razdiobe (*)					

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratoriјa: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: 2-metil-butan-1-ol

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratoriјa preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	25	26	25	27	25
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratoriјa)	3	2	3	1	2
Broj prihvaćenih rezultata	50	52	50	54	50
Srednja vrijednost (\bar{x}) µg/g	113,0	48,3	91,6	72,1 45,2(*)	39,5 61,5(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Granica ponovljivosti (r) µg/g	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Standardna devijacija obnovljivosti (S ₁₄₀ /g)	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8

Granica obnovljivosti (R) µg/g	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5
Vrsta uzorka					
A = brandy; dvostrukе slijepе probe					
B = kirsch; dvostrukе slijepе probe					
C = grapa; dvostrukе slijepе probe					
D = whisky; razine razdiobe (*).					
E = rum; razine razdiobe (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratoriјa: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: 3-metil-butan-1-ol

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratoriјa preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	23	23	24	27	21
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratoriјa)	5	5	4	1	6
Broj prihvaćenih rezultata	46	46	48	54	42
Srednja vrijednost (*) µg/g	459,4	242,7	288,4	142,2 120,4(*)	212,3 245,6(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Granica ponovljivosti (r) µg/g	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Standardna devijacija obnovljivosti (S _R) µg/g	29,8	13	21	8,5	6,7
Relativna standardna devijacija	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9

obnovljivosti (RSD_R) (%)					
Granica obnovljivosti (R) µg/g	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7
Vrsta uzorka					
A = brandy; dvostrukе slijepе probe.					
B = kirsch; dvostrukе slijepе probe.					
C = grapa; dvostrukе slijepе probe.					
D = whisky; razine razdiobe (*).					
E = rum; razine razdiobe (*)					

ANETOL: ODREĐIVANJE TRANSANETOLA PLINSKOM KROMATOGRAFIJOM U ALKOHOLNIM PIĆIMA

1. Područje primjene

Ova metoda prikladna je za određivanje transanetola u alkoholnim pićima s aromom anisa primjenom plinske kromatografije.

2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za uporabu u analitičkim laboratorijima – Zahtjevi i testne metode.

3. Princip

Koncentracija transanetola u alkoholnim pićima određuje se plinskom kromatografijom (GC). Ista količina internog standarda, npr. 4-alilanizola (estragola) kada estragol nije prirodno prisutan u uzorku, dodaje se testnom uzorku i referentnoj otopini transanetola poznate koncentracije te se oba razrijede pomoću 45%-ne otopine etanola i injektiraju izravno u GC sustav. Prije pripreme uzorka i analize likera koji sadrže velike količine šećera potrebna je ekstrakcija.

4. Reagensi

Tijekom analize koriste se samo reagensi čija je čistoća najmanje 98%. Mora se koristiti voda čiji je stupanj kakvoće najmanje 3 prema definiciji standarda ISO 3696. Referentne kemikalije trebaju se čuvati na hladnom mjestu (na 4 °C), bez prisutnosti svjetlosti, u aluminijskim posudama ili u bočicama za reagense od obojenog (jantarnog) stakla. Zatvarači trebaju imati aluminijsku brtvu. Transanetol potrebno je rastopiti prije uporabe, ali u ovom slučaju njegova temperatura ne smije nikad prijeći 35 °C.

- 4.1. Etanol 96% vol. (CAS 64-17-5)
- 4.2. 1-metoksi-4-(1-propenil) benzen; (transanetol) (CAS 4180-23-8)
- 4.3. 4-alilanizol (estragol) (CAS 140-67-0), preporučeni interni standard (IS)
- 4.4. Etanol 45% vol.
Doda se 560 g destilirane vode u 378 g etanola 96% vol.
- 4.5. Priprema standardnih otopina
Sve standardne otopine trebaju se čuvati na sobnoj temperaturi (od 15 do 35 °C), udaljene od svjetlosti u aluminijskim posudama ili u bočicama za reagense od obojenog (jantarnog) stakla.

Poželjno je da zatvarači imaju aluminijušku brtvu.

Transanetol i 4-alilanizol praktički su netopivi u vodi, pa je stoga potrebno otopiti transanetol i 4-alilanizol u 96%-inom etanolu (4.1.) prije dodatka 45%-nog etanola (4.4.). Matične otopine moraju se pripremati svježe svaki tjedan.

4.5.1 Standardna otopina A

Matična otopina transanetola (koncentracije: 2 g/l)

Izvaja se 40 mg transanetola (4.2.) u odmjeru tikvicu od 20 ml (ili 400 mg u 200 ml itd.). Doda se nešto 96%-nog etanola (4.1.) i nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promješa.

4.5.2 Interna standardna otopina B

Matična otopina internog standarda, npr. estragola (koncentracije: 2 g/l)

Izvaja se 40 mg estragola (4.3.) u odmjeru tikvicu od 20 ml (400 mg u 200 ml itd.). Doda se nešto 96% vol. etanola (4.1.), nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promješa.

- 4.5.3. Otopine koje se koriste za provjeru linearnosti odziva plamenoionizacijskog detektora (FID) Linearnost odziva plamenoionizacijskog detektora mora se provjeriti za analizu uzimajući u obzir raspon koncentracija transanetola u alkoholnim pićima od 0 g/l do 2,5 g/l. U postupku analize nepoznati uzoreci alkoholnih pića koji se moraju analizirati razrijede se 10 puta (8.3.). Za uvjetne analize opisane u metodi matične otopine koje odgovaraju koncentracijama 0, 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 i 0,25 g/l transanetola u uzorcima koji se analiziraju pripremljeni su na sljedeći način: uzme se 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 i 2,5 ml matične otopine A (4.5.1.) i otpipetira u odvojene odmjerne tikvice od 20 ml; u svaku tikvicu se otpipetira po 2 ml interne standardne otopine B (4.5.2.), nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promješa. Slijedeće probe (8.4.) koriste se kao otopine s 0 g/l.

4.5.4. Standardna otopina C

Uzme se 2 ml standardne otopine A (4.5.1.) i otpipećira u odmjeru tikvicu od 20 ml, tada se doda 2 ml interne standardne otopine B (4.5.2.) i nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promješa.

5. Aparatura

- 5.1. Plinski kromatograf opremljen kapilarnom kolonom i plamenoionizacijskim detektorom (FID) i integratorom ili drugim sustavom za obradu podataka koji može mjeriti visinu ili površinu pikova te automatskim uzorkivačem ili potrebnom opremom za ručno injektiranje uzorka.

5.2. Split/splitless injektor

5.3. Kapilarna kolona, primjerice:

Dužina: 50 m

Unutarnji promjer: 0,32 mm

Debljina filma: 0,2 µm

Stacionarna faza: FFAP – modificirani TPA polietilen glikol umreženi porozni polimer,

- 5.4. Uobičajena laboratorijska oprema: baždareno laboratorijsko posude, analitička vaga (preciznost: $\pm 0,1$ mg).

6. Kromatografski uvjeti

Vrsta kolone i dimenzije te uvjeti plinske kromatografije moraju biti takvi da se anetol i interni

standard odvajaju jedan od drugoga i od bilo kojih interferirajućih tvari. Tipični uvjeti za kolonu koja je dana kao primjer pod 5.3. su:

- 6.1. Plin nositelj: analitički helij
- 6.2. Brzina protoka: 2 ml/min
- 6.3. Temperatura injektora: 250 °C
- 6.4. Temperatura detektora: 250 °C
- 6.5. Temperaturni uvjeti termostatiranog prostora: izotermalni, 180 °C, trajanje analize 10 min.
- 6.6. Volumen injekuiranja: 1 l, split 1 : 40.

7. Uzoreci

Uzoreci se trebaju čuvati na sobnoj temperaturi, udaljeni od svjetlosti i hladnoće.

8. Postupak

8.1. Pretraživanje uzorka na estragol

Kako bi se osiguralo da estragol nije prirodno prisutan u uzorku, potrebno je provesti slijepu probu bez dodatka bilo kojeg internog standarda. Ako je estragol prirodno prisutan u uzorku, tada se mora odabrati drugi interni standard (primjerice mentol).

Otpipetira se 2 ml uzorka u odmjeru tikvicu od 20 ml i nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

8.2. Priprema nepoznatih uzoraka

Otpipetira se 2 ml uzorka u odmjeru tikvicu od 20 ml, zatim se doda 2 ml interni standardne otopine B (4.5.2.) i nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

8.3. Slijepa proba

Otpipetira se 2 ml interni standardne otopine B (4.5.2.) u odmjeru tikvicu od 20 ml i nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

8.4. Test linearnosti

Prije početka analize linearost odziva plamenoionizacijskog detektora mora se provjeriti sukcesivnom analizom u triplikatu svake standardne otopine za provjeru linearnosti (4.5.3.).

Iz površine ili visine pika integratora za svako se injektiranje izradi grafički prikaz koncentracija njihove matične otopine u g/l u odnosu na omjer R za svaku.

R = visina ili površina pika transanetola podijeljena s visinom ili površinom pika estragola. Mora se dobiti linearna krivulja.

8.5. Određivanje

Injektira se slijepa proba (8.3.), zatim standardna otopina C (4.5.4.), zatim jedna od otopina standarda za provjeru linearnosti (4.5.3.) koje će djelovati kao uzorak za provjeru rada sustava (može se odabrati s obzirom na vjerojatnu koncentraciju transanetola u nepoznatom uzorku), zatim pet nepoznatih uzoraka (8.2.), umeće se uzorak za provjeru linearnosti (provjeru rada sustava) nakon svakog petog nepoznatog uzorka radi osiguranja analitičke stabilnosti.

9. Izračun faktora odziva detektora

Izmjere se ili površine pikova (korištenjem integratora ili drugog sustava za obradu podataka) ili visine pikova (ručna integracija) za pikove transanetola ili internog standarda.

9.1. Izračun faktora odziva detektora (RF)

Faktor odziva detektora izračunava se na sljedeći način:

$$RF_i = (C_i / \text{površina ili visina}) * (\text{površina ili visina}_{\text{A}} / \text{C}_i)$$

Gdje je:

C_i = koncentracija transanetola u standardnoj otopini A (4.5.1.)

C_{IS} = koncentracija internog standarda u standardnoj otopini B (4.5.2.)

Površina_i = površina (ili visina) pika transanetola

Površina_{IS} = površina (ili visina) pika internog standarda

RF_i se računa iz pet uzoraka otopine C (4.5.4.).

- 9.2. Analiza linearnosti odziva detektora testnom otopinom

Injectiraju se testne otopine za provjeru linearnosti odziva detektora (4.5.3.).

- 9.3. Analiza uzorka

Injectira se nepoznata otopina uzorka (8.2.).

10. Izračun rezultata

Formula za izračunavanje koncentracije transanetola je sljedeća:

$$c_i = C_{IS} * (\text{površina ili visina}/\text{površina ili visina}_S) * RF_i$$

Gdje je:

c_i = nepoznata koncentracija transanetola

C_{IS} = koncentracija internog standarda u nepoznatoj otopini (4.5.2.)

Površina ili visina_i = površina ili visina pika transanetola

Površina ili visina_{IS} = površina ili visina pika internog standarda

RF_i = koeficijent odziva detektora (izračunat kao u 9.1.)

Koncentracija transanetola izražava se u gramima po litri s jednim decimalnim mjestom.

11. Osiguranje kakovće i kontrola

Kromatogrami moraju biti takvi da su anetol i interni standard odvojeni jedan od drugoga i od bilo kojih interferirajućih tvari. Vrijednost RF_i izračunava se iz rezultata za pet injektiranja otopine C (4.5.4.). Ako je koeficijent varijacije $|CV\%| = (\text{standardna devijacija}/\text{srednja vrijednost}) * 100$ unutar plus ili minus 1%, prosječna je vrijednost RF_i prihvatljiva.

Gornji račun mora se koristiti za izračunavanje koncentracije transanetola u uzorku izabranom za provjeru rada sustava iz otopina za kontrolu linearnosti (4.5.3.).

Ako je srednja vrijednost izračunatih rezultata iz analize otopine za kontrolu linearnosti izabrane za provjeru rada sustava internog uzorka (IQC) unutar plus ili minus 2,5% njihove teoretske vrijednosti, tada rezultati za nepoznate uzorke mogu biti prihvati.

12. Tretiranje uzorka alkoholnih pića koja sadrže velike količine šećera i uzorka likera prije analize plinskim kromatografijom (GC)

Ekstrakcija alkohola iz alkoholnih pića koja sadrže velike količine šećera kako bi se mogla odrediti koncentracija transanetola primjenom plinske kromatografije.

- 12.1. Princip

Uzme se alikvot uzorka likera i doda se interni standard, u koncentraciji koja je slična koncentraciji analita (transanetola) u likeru. Tome se dodaje natrijev fosfat dodekahidrat i bezvodni amonijev sulfat. Dobivena mješavina dobro se promiča i ohladi, nastaju dva sloja, a gornji alkoholni sloj se odvoji. Uzme se alikvot tog alkoholnog sloja i raznijedi 45%-inom otopinom etanola (4.4.). (Napomena: Interni standard ne dodaje se u ovoj fazi jer je već dodan.) Dobivena otopina analizira se plinskom kromatografijom.

- 12.2. Reagensi

Tijekom ekstrakcije koriste se reagensi čija je čistoća veća od 99%.

- 12.2.1. Amonijev sulfat, bezvodni (CAS 7783-20-2)

- 12.2.2. Natrijev fosfat dibazični dodekahidrat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \times 12 \text{ H}_2\text{O}$), (CAS 10039-32-4).

- 12.3. Aparatura

Konusne tikvice, tikvice za odjeljivanje, hladnjak.

12.4. Postupak**12.4.1. Pretraživanje uzorka na estragol**

Kako bi se osiguralo da estragol nije prirodno prisutan u uzorku, potrebno je provesti ekstrakciju (12.6.2.) i analizu slijedeće probe bez dodaka bilo kojeg internog standarda. Ako je estragol prirodno prisutan u uzorku, tada se mora odabrati drugi interni standard.

12.4.2. Ekstrakcija

Otpipetira se 5 ml 96%-tnog etanola (4.1.) u konusnu tirkicu, odvaja se 50 mg internog standarda (4.3.) u istu tirkicu i doda 50 ml uzorka. Zatim se doda 12 g amonijevog sulfata, bezyodnog (12.2.1.), i 8,6 g dibazičnog natrijevog fosfata, dodekahidrata (12.2.2.). Konusna tirkica se začepe.

Tirkicu se mučka najmanje 30 minuta. Može se koristiti mehanički uredaj za mučkanje, ali ne i magnetska poluga za miješanje obložena teflonom jer teflon apsorbira neke analite.

Treba uočiti da se dodane soli neće potpuno otopiti.

Začepljena tirkica stavi se u hladnjak ($T < 5^{\circ}\text{C}$) najmanje dva sata.

Nakon tog vremena trebaju postojati dva odvojena tekuća sloja i kruti ostatak. Alkoholni sloj treba biti bistar; ako nije, stavi se ponovno u hladnjak dok se ne postigne jasno odvajanje slojeva.

Kada je alkoholni sloj bistar, pažljivo se uzme alikvit (npr. 10 ml), bez diranja vodenog sloja, stavi se u bočicu s jantarnim stakлом i zatvori sigurnosnim zatvaračem.

12.4.3. Priprema ekstrahiranog uzorka za analizu

Pusti se da ekstrakt (12.4.2.) postigne sobnu temperaturu.

Uzme se 2 ml alkoholnog sloja temperiranog ekstrahiranog uzorka i otpipetira u odmjeru tirkicu od 20 ml, nadopuni se do oznake 45%-tnim etanolom (4.4.) te dobro promješa.

12.5. Određivanje

Slijedi se postupak opisan pod 8.5.

12.6. Izračun rezultata

Za izračun rezultata koristi se sljedeća formula:

$$C_i = (m_{IS}/V) * (\text{površina}_{\text{PI}}/\text{površina}_{\text{IS}}) * RF_i$$

Gdje je:

m_{IS} = masa internog standarda (4.3.) uzetog (12.4.2.) (u miligramima)

V = volumen nepoznatog uzorka (50 ml)

RF_i = faktor odziva detektora (9.1.)

$\text{Površina}_{\text{PI}}$ = površina pika transanetola

$\text{Površina}_{\text{IS}}$ = površina pika internog standarda.

Rezultati se izražavaju u gramima po litri s jednim decimalnim mjestom.

12.7. Kontrola i osiguranje kakvoće

Slijedi se gore navedeni postupak pod 11.

13. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

Statistički rezultati medulaboratorijskog testiranja:

Slijedeće tablice daju vrijednosti za anetol.

Slijedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem provođenja metode, koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima:

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1998

Broj laboratorija: 16

Broj uzoraka: 10

Analit: anetol

Pastis:

Uzorci	A	B	C	D	E	F
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	15	15	15	13	16	16
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	1	1	1	3	-	-
Broj prihvaćenih rezultata	30	30	30	26	16	16
Srednja vrijednost (\bar{x}) g/l	1,47 7	1,95 5	1,94 0	1,83 3	1,74 1	1,75 4
Standardna devijacija ponovljivosti (S_f) g/l	0,02 2	0,03 3	0,03 4	0,01 7	-	-
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _f) (%)	1,5	1,7	1,8	0,9	-	-
Granica ponovljivosti (r) g/l	0,06 2	0,09 3	0,09 6	0,04 7	-	-
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) g/l	0,03 4	0,04 5	0,06 3	0,03 7	0,05 8	0,04 2
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	2,3	2,3	3,2	2,0	3,3	2,4
Granica obnovljivosti (R) g/l	0,09 4	0,12 5	0,17 6	0,10 3	0,16 3	0,11 9
Vrste uzoraka						
A = pastis; dvostrukе slijepе probe.						
B = pastis; dvostrukе slijepе probe.						
C = pastis; dvostrukе slijepе probe.						
D = pastis; dvostrukе slijepе probe.						
E = pastis; jedno ponavljanje.						
F = pastis; jedno ponavljanje.						

Druga pića s okusom anisa:

Uzorci	G	H	I	J
--------	---	---	---	---

Broj laboratoriјa preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	16	14	14	14
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratoriјa)	-	2	1	1
Broj prihvaćenih rezultata	32	28	28	28
Srednja vrijednost (\bar{x}) g/l	0,778 0,530(*)	1,742	0,351	0,599
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) g/l	0,020	0,012	0,013	0,014
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	3,1	0,7	3,8	2,3
Granica ponovljivosti (r) g/l	0,056	0,033	0,038	0,038
Standardna devijacija obnovljivosti (S _R) g/l	0,031	0,029	0,021	0,030
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	4,8	1,6	5,9	5,0
Granica obnovljivosti (R) g/l	0,088	0,080	0,058	0,084
Vrste uzorka				
G = ouzo; razine razdiobe (*).				
H = anis; dvostrukе slijepе probe.				
I = liker s okusom anisa; ponavljanje.				
J = liker s okusom anisa; ponavljanje.				

GLICIRIZINSKA KISELINA: ODREĐIVANJE GLICIRIZINSKE KISELINE PRIMJENOM TEKUĆINSKE KROMATOGRAFIJE VISOKE DJELOTVORNOSTI

1. Područje primjene

Ova je metoda prikladna za određivanje glicirizinske kiseline u alkoholnim pićima s aromom anisa primjenom tekućinske kromatografije visoke djelotvornosti (HPLC).

2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za uporabu u analitičkom laboratoriju – Zahijevi i tesne metode

3. Princip

Koncentracija glicirizinske kiseline određuje se primjenom tekućinske kromatografije visoke djelotvornosti (HPLC) s UV detekcijom. Standardna otopina i testni uzorak filtriraju se i odvojeno injektiraju izravno u sustav HPLC.

4. Reagensi

Tijekom analize koriste se samo reagensi za HPLC, apsolutni etanol i voda, čiji stupanj kvalitete mora biti 3 prema definiciji standarda ISO 3696.

- 4.1. Etanol 96% vol. (CAS 64-17-5).
- 4.2. Amonijev glicirizinat, $C_{42}H_{62}O_{16}NH_3$ (amonijeva sol glicirizinske kiseline) (Molekularna težina: 839,98) (CAS 53956-04-0); čistoće najmanje 90% (Molekularna težina: glicirizinska kiselina 822,94).
- 4.3. Ledena octena kiselina, CH_3COOH , (CAS 64-19-7).
- 4.4. Metanol, CH_3OH (CAS 67-56-1).
- 4.5. Etanol 50% vol.
Za 1000 ml na 20 °C.
– 96% vol. etanol (4.1.); 521 ml
– voda (2.0.); 511 ml.
- 4.6. Priprema PriprC HCLP otopina za eluaciju
- 4.6.1. Otapalo za eluaciju A (primjer)
80 dijelova (po volumenu) vode (2.0.)
20 dijelova (po volumenu) octene kiseline (4.3.).
Otapalo za eluaciju se otplinjava u trajanju od pet minuta
Napomena: Ako voda koja se koristi nije mikrofiltrirana, preporučuje se filtrirati pripremljeno otapalo za eluaciju na filteru za organska otapala s veličinom pora koja je manja ili jednaka 0,45 µm.
- 4.6.2. Otapalo za eluaciju B
Metanol (4.4.).
- 4.7. Priprema standardnih otopina
Sve standardne otopine moraju biti svježe pripremljene nakon dva mjeseca.
- 4.7.1. Referentna otopina C
Izvaja se, s preciznošću od 0,1 mg, 25 mg amonijevog glicirizinata (4.2.) u odmjernu tiskvicu od 100 ml. Doda se nešto 50% vol. etanola (4.5.) i otopi amonijev glicirizinat. Kada se otopi, nadopuni se do oznake 50% vol. etanolom (4.5.).
Filtrira se kroz filter za organska otapala
- 4.7.2. Standardne otopine koje se koriste za provjeru linearnosti odziva detektora
Pripremi se 1,0 g/l matične otopine vaganjem, s preciznošću 0,1 mg, 100 mg amonijevog glicirizinata u odmjernu tiskvicu od 100 ml. Doda se nešto 50% vol. etanola (4.5.) i otopi amonijev glicirizinat. Kada se otopi, nadopuni se do oznake 50% vol. etanolom (4.5.).
Pipeliranjem se pripreme najmanje četiri druge otopine koje sadrže 0,05, 0,10, 0,25 i 0,50 g/l amonijevog glicirizinata, odnosno 5, 10, 25 i 50 ml 0,1 g/l matične otopine u odvojene odmjerne tiskvice od 100 ml. Zatim se nadopuni do oznake 50% vol. etanolom te dobro promiješa. Sve otopine se filtriraju kroz filter za organska otapala.

5. Aparatura

- 5.1. Sustav za odjeljivanje

- 5.1.1. Tekućinski kromatograf visoke djelotvornosti.
- 5.1.2. Sustav pumpi koji omogućuje postizanje i zadržavanje konstantne ili programirane brzine protoka s visokom preciznošću.
- 5.1.3. UV spektrofotometrijski sustav detekcije: mora biti postavljen na 254 nm.
- 5.1.4. Sustav za otopljinjavajuće otapala.
- 5.2. Računalni integrator ili uređaj za snimanje čiji je rad kompatibilan s ostatkom sustava.
- 5.3. Kolona (primjer):
 - Materijal: nehrdajući čelik ili staklo
 - Unutarnji promjer: 4 do 5 mm
 - Duljina: 100 do 250 mm
 - Stacionarna faza: umreženi silicij s (poželjno sferičnom) oktadečilnom funkcionalnom grupom (C18), maksimalne veličine čestica: 5 µm
- 5.4. Laboratorijska oprema
- 5.4.1. Analitička vaga s preciznošću od 0,1 mg
- 5.4.2. Odmjerno posude stupnja A
- 5.4.3. Mikromembranska filtracija pogodna za male volumene.

6. Kromatografski uvjeti

- 6.1. Karakteristike (primjer):
 - brzina protoka: 1 ml/minuti,
 - otapalo A = 30%,
 - otapalo B = 70%.
- 6.2. Detekcija:
 - UV = 254 nm

7. Postupak

- 7.1. Priprema uzorka alkoholnog pića
Filtrira se, ako je potrebno, kroz filter za organska otapala (promjer pora: 0,45 cm).
- 7.2. Određivanje
Kada se kromatografski uvjeti stabiliziraju,
 - injektira se 20 µl referentne otopine C (4.7.1.).
 - injektira se 20 µl otopine uzorka.
 - usporede se dva kromatograma. Identificiraju se pikovi glicirizinske kiseline na osnovi njihovih vremena zadržavanja. Izmjere se njihove površine (ili visine) i izračuna se koncentracija u g/l na dva decimalna mjesta primjenom sljedeće jednadžbe:

$$c = \frac{C \times \frac{h \times P \times 823}{H \times 100 \times 840}}{}$$

gdje je:

c = koncentracija u gramima po litru glicirizinske kiseline u alkoholnom piću koje se analizira
 C = koncentracija u gramima po litru amonijevog glicirizinata u referentnoj otopini
 h = površina (ili visina) pika glicirizinske kiseline u alkoholnom piću koje se analizira
 H = površina (ili visina) pika glicirizinske kiseline u referentnoj otopini
 P = čistoća referentnog amonijevog glicirizinata (u %)
 823 = masa jednog mola glicirizinske kiseline
 840 = masa jednog mola amonijevog glicirizinata.

8. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

Statistički rezultati medulaboratorijskog testiranja

Sljedeća tablica daje vrijednosti za glicirizinsku kiselinu

Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem provođenja metode, koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim poslupcima.

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1998.

Broj laboratorijskih postupaka: 16

Broj uzoraka: 5

Analit: glicirizinska kiselina

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorijskih postupaka preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	13	14	15	16	16
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorijskih postupaka)	3	2	1	-	-
Broj prihvaćenih rezultata	26	28	30	32	32
Srednja vrijednost (\bar{x}) g/l	0,04 6	0,092 9	0,08 9	0,249	0,493
Standardna devijacija ponovljivosti ($S_{\bar{x}}$) g/l	0,00 1	0,001	0,00 1	0,002	0,003
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _R) (%)	1,5	1,3	0,7	1,0	0,6
Granica ponovljivosti (r) g/l	0,00 2	0,004	0,00 2	0,007	0,009
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) g/l	0,00 4	0,007	0,00 4	0,006	0,013
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	8,6	7,2	4,0	2,5	2,7
Granica obnovljivosti (R) g/l	0,01 1	0,019	0,01 0	0,018	0,037
Vrsta uzorka					
A = pastis; dvostrukе slijepe probe.					
B = pastis; razine razdiobe (*).					
C = pastis; dvostrukе slijepe probe.					

D = pastis; dvostruké slijepé probe;

E = pastis; dvostruké slijepé probe.

KALKONI METODA TEKUĆINSKE KROMATOGRAFIJE VISOKE DJELOTVORNOSTI ZA PROVJERU PRISUTNOSTI KALKONA U PASTISU

1. Područje primjene

Ova je metoda prikladna za određivanje prisutnosti kalkona u alkoholnim pićima s okusom anisa. Kalkoni su prirodne boje iz porodice flavonoida koje su prisutne u slatkom korijenu (*Glycyrrhiza glabra*).

2. Referentni standardi

ISO 3696:1987, Voda za uporabu u analitičkom laboratoriju – Zahtjevi i testne metode

3. Princip

Pripremi se referentna otopina ekstrakta slatkog korijena. Prisutnost ili odsutnost kalkona određuje se primjenom tekućinske kromatografije visoke djelotvornosti (HPLC) s UV detekcijom.

4 Reagensi

Tijekom analize koriste se samo reagensi za HPLC. Etanol mora biti 96% vol. Treba se koristiti samo voda stupnja kvalitete 3, sukladno definiciji standarda ISO 3696.

4.1. Etanol 96% vol. (CAS 64-17-5)

4.2. Acetonitril, CH₃CN (CAS 75-05-8)

4.3. Referentna tvar: *Glycyrrhiza glabra*; slatki korijen
Grubo mljeveni slatki korijen (*Glycyrrhiza glabra*). Prosječne dimenzije štapićastih čestica
dužina: od 10 do 15 mm, debljina: od 1 do 3 mm

4.4. Natrijev acetat, CH₃COONa (CAS 127-09-3)

4.5. Ledena octena kiselina, CH₃COOH (CAS 64-19-7)

4.6. Priprema otopina

4.6.1. Etanol 50% vol.

Za 1000 ml na 20 °C:

– 96% vol. etanol (4.1.); 521 ml.

– voda (2.0.); 511 ml.

4.6.2. Otopalo A: acetonitril

Acetonitril (4.2.) HPLC analitičke čistoće

Otpinjava se

4.6.3. Otopalo B: 0,1 M puferna otopina natrijevog acetata. pH = 4,66.

U odmjeru tikvici od 1000 ml izvaze se 8,203 g natrijevog acetata (4.4.), doda se 6,005 g ledene octene kiseline (4.5.) i nadopuni do oznake vodom (2)

5. Priprema referentnog standarda iz *Glycyrrhiza glabra* (4.3.)

- 5.1. Izvaja se 10 g mljevenog slatkog korijena (*Glycyrrhiza glabra*) (4.3.) i stavi u destilacijsku tirkicu s okruglim dnem,
 - doda se 100 ml 50% vol. etanola (4.6.1.),
 - refluksira se sat vremena,
 - filtrira se,
 - filtrat se odloži za kasniju uporabu.
- 5.2. S filtra se skine ekstrakt slatkog korijena,
 - stavi se u destilacijsku tirkicu s okruglim dnem,
 - doda se 100 ml 50% vol. etanola (4.6.1.),
 - refluksira se sat vremena,
 - filtrira se. Filtrat se odloži za kasniju uporabu.
- 5.3. Ekstrakcija slatkog korijena mora se provesti tri puta zaredom.
- 5.4. Spoje se tri filtrata.
- 5.5. Na rotacijskom isparivaču se ispari faza otapala (iz 5.4.).
- 5.6. Zaostali ekstrakt (iz 5.5.) pomiješa se s 100 ml 50% vol. etanola (4.6.1.).

6. Aparatura

- 6.1. Sustav za odjeljivanje,
 - 6.1.1. Tekućinski kromatograf visoke djelotvornosti,
 - 6.1.2. Sustav za pumpanje koji može postići i održati konstantnu ili programiranu brzinu protoka pri visokom tlaku,
 - 6.1.3. Sustav detekcije UV/vidljivim spektrofotometrom koji može biti postavljen na 254 i 370 nm
 - 6.1.4. Sustav za otplinjavanje otapala:
 - 6.1.5. Termostatirani prostor s kolonom temperiran na $40 \pm 0,1^\circ\text{C}$.
- 6.2. Računalni integrator ili uređaj za bilježenje čiji je rad kompatibilan s ostatkom sustava za odjeljivanje.
- 6.3. Kolona

Materijal: nehrdajući čelik ili staklo
Unutarnji promjer: od 4 do 5 mm
Stacionarna faza: umreženi silicij s oktadecilnom funkcionalnom grupom (C18), veličine čestica: najviše 5 µm (umrežena faza).
- 6.4. Uobičajena laboratorijska oprema, uključujući
 - 6.4.1. Analitička vaga (preciznost: $\pm 0,1$ mg),
 - 6.4.2. Aparatura za destilaciju s povratnim hladilom koji se sastoji od, primjerice:
 - tirkvice s okruglim dnem od 250 ml sa standardnim spojem od brušenog stakla,
 - 30 cm dugog povratnog hladila i
 - izvora topline (mora se izbjegći bilo kakva pirogena reakcija koja uključuje ekstrakt uporabom prikladnog sustava).
 - 6.4.3. Rotacijski uređaj za isparavanje,
 - 6.4.4. Pribor za filtriranje (tj. Buchnerov lijevak).
- 6.5. Kromatografski uvjeti (primjer),
 - 6.5.1. Karakteristike eluacije otapala A (4.6.2.) i B (4.6.3.):
 - pomak s gradijenta 20/80 (V/V) na 50/50 (V/V) za 15 minuta,
 - pomak s gradijenta 50/50 (V/V) na 75/25 (V/V) za pet minuta,
 - jednakak jakost na 75/25 (V/V) za pet minuta,
 - stabilizacija kolone između injektiranja,
 - jednakak jakost na 20/80 (V/V) za pet minuta.
 - 6.5.2. Brzina protoka: 1 ml/minuti.
 - 6.5.3. Podešavanje UV detektora:

Detektor mora biti postavljen na 370 nm za detekciju prisutnosti kalkona i zatim na 254 nm za detekciju glicirizinske kiseline.

Napomena: Promjena valne duljine (s 370 na 254 nm) mora biti provedena 30 sekundi prije početka pika eluacije glicirizinske kiseline.

7. Postupak

7.1. Priprema uzorka alkoholnog pića

Filtrira se kroz filter za organska otapala (promjer pora: 0,45 mm).

7.2. Priprema rezidualnog ekstrakta slatkog korijena (5.6.)

Prije analize pripremi de razrjeđenje jedan napremā deset s 50% vol. etanolom (4.6.m (4.6.pan)).

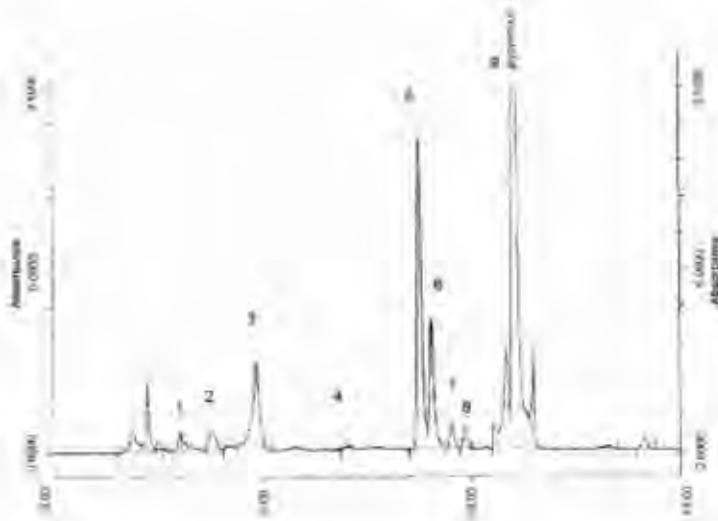
7.3. Određivanje

7.3.1. Injektira se 20 µl pripremljenog ekstrakta slatkog korijena (7.2.). Analiza se provodi primjenom gore opisanih kromatografskih uvjeta (6.5.).

7.3.2. Injektira se 20 µl uzorka (7.1.) (uzorak alkoholnog pića s okusom anisa). Analiza se provodi primjenom gore opisanih kromatografskih uvjeta (6.5.).

7.3.3. Usporede se dva kromatograma. Mora postojati velika sličnost između dva kromatograma u zoni izlaza kalkona (tijekom detekcije na 370 nm pod gore opisanim uvjetima analize) (vidi Sliku 2.).

8. Karakteristični kromatogram za pastis



Stika 2. KROMATOGRAM DOBIVEN GORE OPISANOM METODOM PRIKAZUJE PRISUTNOST KALKONA U »PASTISU« PIKOVI OD 1 DO 8 SU KALKONI, A PIK 9 JE GLICIRIZINSKA KISELINA

9. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

Rezultati medulaboratorijskog testiranja:

Sljedeća tablica daje rezultate za potvrđivanje prisutnosti ili odsutnosti kalkona u pastisu i alkoholnim pićima s okusom anisa.

Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem provođenja metode, koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1998.

Broj laboratorija: 14

Broj uzoraka: 11

Analit kalkoni

Uzorci	A	B	C	D	E	F
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	14	14	14	14	14	13
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	-	-	-	-	-	1(*)
Broj prihvaćenih rezultata	28	14	14	28	28	26
Broj rezultata za prisutnost kalkona	28	14	14	0	28	0
Broj rezultata za odsutnost kalkona	0	0	0	28	0	26
Postotak točnih rezultata (%)	100	100	100	100	100	100

(*) Nedosljedni rezultati između dva duplikata koji se pripisuju pogrešci kod uzorkovanja

Uzorci	G	H	I	J	K
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	14	14	14	14	14
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	-	-	-	-	-

Broj prihváćenih rezultata	28	14	14	28	28
Broj rezultata za prisutnost kalkona	0	0	0	0	0
Broj rezultata za odsutnost kalkona	28	14	14	28	28
Postotak točnih rezultata (%)	100	100	100	100	100

Vrsta uzoraka:

A = pastis; dvostrukе slijepе probe.

B = pastis, jedan uzorak.

C = pastis; jedan uzorak.

D = »pastis« (koji ne sadrži kalkone); dvostrukе slijepе probe.

E = »pastis« (koji ne sadrži kalkone); dvostrukе slijepе probe.

F = liker s okusom anisa (koji ne sadrži kalkone); dvostrukе slijepе probe.

G = liker s okusom anisa (koji ne sadrži kalkone); dvostrukе slijepе probe.

H = ouzo (koji ne sadrži kalkone); jedan uzorak.

I = ouzo (koji ne sadrži kalkone); jedan uzorak.

J = anis (koji ne sadrži kalkone); dvostrukе slijepе probe.

K = »pastis« (koji ne sadrži kalkone); dvostrukе slijepе probe.

ŽUMANJAK: ODREĐIVANJE KONCENTRACIJE ŽUMANJKA U ALKOHOLNIM PIĆIMA – FOTOMETRIJSKA METODA

1. Područje primjene

Ova je metoda prikladna za određivanje koncentracije žumanjka u rasponu od 40 do 250 g/l u likeru od jaja i likeru s jajima.

2. Referentni standardi

ISO 3696:1897, Voda za uporabu u analitičkom laboratoriju – Zahtjevi i tesne metode.

3. Princip

Fosforni spojevi topivi u etanolu koji su pronađeni u žumanjku ekstrahiraju se i analiziraju fotometrijski kao kompleks fosfornog molibdata.

4. Reagensi

4.1. Redestilirana voda

4.2. Dijatomejska zemlja

4.3. Etanol 96% vol. (CAS 64-17-5)

4.4. 15%-ina otopina magnezijevog acetata (CAS 16674-78-5)

4.5. 10%-ina sumporna kiselina (CAS 7664-93-9)

4.6. 1 N-sumporne kiseline

4.7. 0,16 g/l kalijevog dihidrogen fosfata (CAS 778-77-0), otopina KH₂PO₄

4.8. Reagens za određivanje fosfata:

Otopi se 20 g amonijevog molibdata (CAS 12054-85-2), (NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4 H₂O u 400 ml

vode na 50 °C. U drugoj posudi otopi se 1 g amonijevog vanadata (CAS 7803-55-6), NH₄VO₃, u 300 ml vruće vode, ostavi se ohladiti i zatim doda 140 ml koncentrirane nitratne kiseline (CAS 7697-37-2). Ohladene se otopine spoje u odmjeru tiskvici od 1000 ml i nadopuni do oznake.

5. Aparatura

- 5.1. Konusna tiskvica od 100 ml
- 5.2. Ultrazvučna kupelj (ili magnetski mješač)
- 5.3. Odmjerna tiskvica od 100 ml
- 5.4. Vodena kupelj na 20 °C
- 5.5. Filter (Whatmanov br. 4 ili ekvivalentni)
- 5.6. Porculanski (ili platinasti) lončić
- 5.7. Kipuća vodena kupelj
- 5.8. Zagrijana električna ploča s regulacijom
- 5.9. Mušolna peć
- 5.10. Odmjerna tiskvica od 50 ml
- 5.11. Odmjerna tiskvica od 20 ml
- 5.12. Spektrofotometar podešen na 420 nm
- 5.13. Kiveta od 1 cm.

6. Uzorci

Prije analize uzorci se skladište na sobnoj temperaturi.

7. Postupak

- 7.1. Priprema uzorka
 - 7.1.1. Odvaje se 10 g uzorka u konusnu tiskvicu od 100 ml (5.1.)
 - 7.1.2. Postupno se dodaje 70 ml etanola (4.3.) u malim količinama, promučka se nakon svakog dodavanja i stavi u ultrazvučnu kupelj (5.2.) na 15 minuta (ili se promiješa magnetskim mješačem (5.2.) 10 minuta na sobnoj temperaturi).
 - 7.1.3. Sadržaj se iz konusne tiskvice prebaci u odmjeru tiskvicu od 100 ml (5.3.) uz ispiranje etanolom (4.3.). Nadopuni se etanolom (4.3.) do kalibracijske oznake i tiskvica se stavi u vodenu kupelj na 20 °C (5.4.). Podesi se do kalibracijske oznake na 20 °C.
 - 7.1.4. Doda se mala količina dijatomejske zemlje (4.2.) i filtrira (5.5.) uz odbacivanje prvih 20 ml.
 - 7.1.5. 25 ml filtrata prebaci se u porculanski (ili platinasti) lončić (5.6.). Filtrat se potom mora koncentrirati polaganim isparavanjem u kipućoj vodenoj kupelji (5.7.), uz dodatak 5 ml 15%-ne otopine magnezijevog acetata (4.4.).
 - 7.1.6. Lončići se stave na zagrijanu električnu ploču s regulacijom (5.8.) i zagrijavaju se dok se ne dobije suha tvar.
 - 7.1.7. Ostatak se spali do užarenosti na 600 °C u mušolnoj peći (5.9.) dok pepeo ne pobijeli, najmanje 1,5 sat, ali se može ostaviti i preko noći.
 - 7.1.8. Uzme se pepeo s 10 ml 10%-ne sumporne kiseline (4.5.) i prebaci se uz ispiranje destiliranim vodom u odmjeru tiskvicu od 50 ml (5.10.), nadopuni se do oznake destiliranim vodom na sobnoj temperaturi (4.1.). 5 ml alikvota te otopine pepela koristi se za pripremu otopine uzorka za analizu fosfata fotometrijom.
- 7.2. Analiza fosfata fotometrijom
 - 7.2.1. Komparativna otopina
 - 7.2.1.1. Stavi se 10 ml 10%-ne sumporne kiseline (4.5.) u odmjeru tiskvicu od 50 ml (5.10.) i

nadopuni do oznake destiliranom vodom (4.1.).

- 7.2.1.2. U 5 ml alikvota te otopine (7.2.1.1.), koja je u odmjernoj tirkici od 20 ml (5.11.), doda se 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 2 ml reagensa fosfata (4.8.) i nadopuni se destiliranom vodom (4.1.) do oznake 20 ml.
- 7.2.1.3. Začepi se labavo umetnutim čepom, promučka i zagrijava u kipućoj vodenoj kupelji (5.7.) 10 minuta, potom se hlađi 20 minuta u vodenoj kupelji na 20 °C (5.4.).
- 7.2.1.4. Kiveta od 1 cm (5.13.) napuni se tom komparativnom otopinom.
- 7.2.2. Otopina uzorka
- 7.2.2.1. U 5 ml alikvota otopine pepela (7.1.8.), koja je u odmjernoj tirkici od 20 ml (5.11.), doda se 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 2 ml reagensa fosfata (4.8.) i nadopuni se destiliranom vodom (4.1.) do oznake 20 ml.
- 7.2.2.2. Začepi se labavo umetnutim čepom, promučka i zagrijava u kipućoj vodenoj kupelji (5.7.) 10 minuta, potom se hlađi 20 minuta u vodenoj kupelji na 20 °C (5.4.).
- 7.2.2.3. Dobivena žuta otopina odmah se analizira spektrofotometrijski (5.12.) u kiveti od 1 cm (5.13.) na 420 nm u odnosu na komparativnu otopinu (7.2.1.4.).
- 7.2.3. Kalibracijska krivulja
- 7.2.3.1. Da bi se konstruirala kalibracijska krivulja, doda se po 2 ml alikvota reagensa fosfata (4.8.) u odmjerne tirkvice od 20 ml (5.11.), od kojih svaka sadrži po 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 0, 2, 4, 6, 8 i 10 ml otopine kalijevog dihidrogen fosfata (4.7.) i nadopuni se destiliranom vodom (4.1.) do oznake 20 ml.
- 7.2.3.2. Začepi se labavo umetnutim čepom, promučka i zagrijava u kipućoj vodenoj kupelji (5.7.) 10 minuta, potom se hlađi 20 minuta u vodenoj kupelji na 20 °C (5.4.) i analizira spektrofotometrijski u kiveti od 1 cm (5.13.) na 420 nm u odnosu na komparativnu otopinu (7.2.1.4.).

7.2.3.3. Konstruiranje kalibracijske krivulje:

Otopina dihidrogen fosfata (ml)	0	2	4	6	8	10
P ₂ O ₅ (mg)	0	0,16	0,33	0,50	0,66	0,83

8. Izražavanje rezultata

Sadržaj žumanjka u g/l izračuna se s pomoću sljedeće formule:

$$\text{g/l žumanjka} = \frac{\text{mg P}_2\text{O}_5}{\text{E}/40}$$

gdje je:

110 = faktor konverzije za ukupni P₂O₅ u g u 100 g žumanjka

mg P₂O₅ = vrijednost utvrđena iz kalibracijske krivulje

gustoča = masa po jedinici volumena (g/ml) likera na bazi jaja na 20 °C

E = težina likera na bazi jaja u g

40 = faktor razrjedenja za 5 ml otopine pepela.

9. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja:

Sljedeća tablica daje vrijednosti za žumanjak.

Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem provođenja metode, koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim poslupcima.

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1998.

Broj laboratorija: 24

Broj uzoraka: 5

Analit: žumanjak

Uzoreci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	19	20	22	20	22
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	3	4	2	4	2
Broj prihvaćenih rezultata	38	40	44	40	44
Srednja vrijednost (*)	147, 3	241, 1	227, 4	51,9(*)	72,8(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) g/l	2,44	4,24	3,93	1,83	3,25
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	1,7	1,8	1,8	2,9	1,7
Granica ponovljivosti (r) g/l	6,8	11,9	11,0	5,1	9,1
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) g/l	5,01	6,06	6,66	3,42	6,87
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	3,4	2,5	2,9	5,5	3,6
Granica obnovljivosti (R) g/l	14,0	17,0	18,7	9,6	19,2
Vrste uzoraka					
A = advocaat; dvostrukе slijepе probe.					
B = advocaat; dvost slijepе probe.					
C = advocaat; dvostrukе slijepе probe.					
D = advocaat (razrijedeni); razine razdiobe (*).					
E = advocaat; dvostrukе slijepе probe.					

Aneks II.

Tablica: GUSTOĆA KAO FUNKCIJA TEMPERATURE I ALKOHOLNE JAKOSTI IZRAŽENE VOLUMENOM

$$\rho = \rho (t, q)$$

interval: 1 °C, 1% vol.

temperatura: od - 20 °C do + 40 °C

Simboli i mjerne jedinice:

ρ = gustoća (kg/m^3)

q = alkoholna jakost izražena volumenom (% vol.)

t = temperatura (°C)

	-12	-11	-10	-9	-8	-7	-6	-5	-4	-3	-2	-1	0
1													
2													
3													
4													
5													
6													
7													
8													
9													
10													
11													
12													
13													
14													
15													
16													
17													
18													
19													
20													
21													
22													
23												978.29	23
24												977.87	24
25												977.58	25
26												977.19	26
27												976.76	27
28												976.30	28
29												976.05	29
30												975.52	30
31													
32													
33													
34													
35													
36													
37													
38													
39													
40	971.82	971.38	970.78	970.25	969.71	969.18	968.63	968.08	967.53	966.97	966.43		40
41	970.68	970.21	969.72	969.14	968.67	968.06	967.50	966.94	966.37	965.79	965.22		41
42	969.71	969.15	968.59	968.05	967.46	966.88	966.30	965.72	965.13	964.54	963.95		42
43	968.54	967.96	967.39	966.81	966.22	965.63	965.04	964.44	963.84	963.23	962.62		43
44	967.70	966.70	966.11	965.51	964.91	964.31	963.70	963.09	962.47	961.85	961.23		44
45	965.97	965.37	964.70	964.15	963.54	962.92	962.30	961.67	961.04	960.41	959.78		45
46	964.57	963.96	963.34	962.72	962.09	961.46	960.83	960.20	959.56	958.91	958.27		46
47	963.11	962.49	961.89	961.23	960.59	959.95	959.30	958.66	958.01	957.35	956.70		47
48	961.68	960.95	960.32	959.61	959.02	958.37	957.72	957.06	956.40	955.74	955.07		48
49	960.61	959.38	958.71	958.06	957.40	956.74	956.08	955.41	954.74	954.07	953.40		49
50	958.36	957.71	957.05	956.39	955.72	955.05	954.38	953.73	953.03	952.35	951.67		50

	-20	-19	-18	-17	-16	-15	-14	-13	-12	-11	-10
50	958+16	957+71	957+09	956+39	955+72	955+05	954+38	953+71	953+63	952+35	951+67
51	956+17	956+00	955+34	954+67	953+99	953+32	952+64	951+98	951+27	950+58	949+89
52	954+92	954+25	953+57	952+90	952+22	951+53	950+45	950+16	949+46	948+77	948+07
53	953+12	952+45	951+77	951+08	950+39	949+70	948+01	948+31	947+61	946+91	946+21
54	951+29	950+60	949+91	949+22	948+53	947+83	947+13	946+43	945+72	945+02	944+31
55	949+48	948+71	948+02	947+32	946+62	945+92	945+21	944+50	943+79	943+08	942+37
56	947+19	946+79	946+09	945+38	944+68	943+97	943+26	942+54	941+83	941+11	940+39
57	945+53	944+83	944+12	943+41	942+70	941+95	940+55	939+82	939+10	938+38	937+57
58	943+54	942+83	942+12	941+40	940+69	939+96	939+26	938+52	937+79	937+06	936+33
59	941+52	940+80	940+08	939+36	938+64	937+91	937+19	936+46	935+73	934+99	934+26
60	939+48	938+74	938+02	937+39	936+56	935+83	935+10	934+37	933+63	932+89	932+15
61	937+18	936+65	935+92	935+19	934+46	933+72	932+98	932+25	931+51	930+76	930+02
62	935+26	934+53	933+80	933+06	932+32	931+56	930+85	930+10	929+35	928+61	927+86
63	933+12	932+28	931+54	930+90	930+18	929+42	928+67	927+92	927+17	926+42	925+67
64	930+95	930+21	929+48	928+72	927+97	927+22	926+47	925+72	924+96	924+21	923+45
65	928+25	928+00	927+25	926+50	925+75	925+05	924+24	923+49	922+73	921+97	921+21
66	926+52	925+77	925+01	924+26	923+50	922+16	921+39	921+23	920+47	919+70	918+94
67	924+26	923+50	922+75	921+99	921+21	920+47	919+70	918+94	918+18	917+41	916+64
68	921+97	921+21	920+42	919+69	918+92	917+18	917+39	916+62	915+86	915+09	914+32
69	919+65	918+88	918+12	917+35	916+59	915+87	915+05	914+28	913+51	912+74	911+96
70	917+29	916+53	915+76	914+99	914+22	913+45	912+68	911+91	911+13	910+36	909+58
71	914+91	914+14	913+37	912+60	911+83	911+05	910+28	909+50	908+73	907+95	907+17
72	912+9	911+72	910+95	910+18	909+50	908+73	907+05	907+07	906+29	905+51	904+73
73	910+64	909+27	908+50	907+72	906+94	905+17	905+39	904+60	903+82	903+04	902+25
74	907+56	906+79	906+01	905+21	904+45	903+67	902+89	902+11	901+32	900+54	899+75
75	905+05	904+27	903+49	902+71	901+93	901+15	900+37	899+58	898+79	898+01	897+22
76	902+40	901+72	900+94	900+14	899+38	898+59	897+81	897+02	896+23	895+44	894+65
77	899+62	899+14	898+36	897+58	896+79	895+01	895+22	894+43	893+64	892+84	892+05
78	897+31	896+53	895+75	894+96	893+17	893+38	892+59	891+80	891+01	890+21	889+42
79	894+87	893+18	893+10	892+31	891+52	890+73	889+94	888+35	887+55	886+75	885+94
80	891+99	891+20	890+41	889+62	888+83	888+04	887+24	886+45	885+65	884+85	884+05
81	889+28	888+49	887+70	886+90	885+11	885+31	884+52	883+72	882+92	882+12	881+31
82	886+53	885+74	884+94	884+15	883+35	882+55	881+75	880+95	880+15	879+34	878+54
83	883+75	882+95	882+15	881+35	880+55	879+75	878+95	878+14	877+34	876+53	875+72
84	880+92	880+12	879+32	878+52	877+72	876+91	876+10	875+30	874+49	873+68	872+86
85	878+06	877+25	876+45	875+64	874+83	874+02	873+21	872+40	871+59	870+77	869+96
86	875+14	874+33	873+52	872+71	871+90	871+08	870+27	869+46	868+64	867+82	867+00
87	872+16	871+35	870+54	869+72	868+91	868+09	867+27	866+45	865+63	864+81	863+99
88	869+13	868+33	867+54	866+74	865+95	865+03	864+21	863+39	862+57	861+74	860+92
89	866+01	865+19	864+37	863+55	862+73	861+90	860+08	859+25	859+43	858+60	857+77
90	862+81	861+99	861+17	860+34	859+51	858+69	857+86	857+03	856+20	855+38	854+55
91	859+51	858+69	857+86	857+04	856+21	855+38	854+55	853+72	852+89	852+06	851+23
92	856+10	855+27	854+45	853+62	852+79	851+96	851+13	850+30	849+47	848+64	847+81
93	852+65	851+73	850+91	850+08	849+25	848+43	847+00	846+27	845+44	845+11	844+26
94	848+46	848+04	847+22	846+40	845+57	844+75	843+92	843+10	842+27	841+44	840+61
95	845+01	844+29	843+38	842+56	841+74	840+92	840+10	839+27	838+45	837+62	836+80
96	840+98	840+18	839+37	838+55	837+74	836+92	836+10	835+26	834+46	833+64	832+82
97	836+78	835+97	835+17	834+36	833+55	832+74	831+92	831+11	830+29	829+47	828+65
98	832+39	831+59	830+78	829+97	829+16	828+26	827+45	826+72	825+90	825+08	824+26
99	827+03	827+02	826+20	825+38	824+56	823+74	822+92	822+10	821+27	820+44	819+62
100	823+12	822+27	821+43	820+58	819+71	818+89	818+04	817+19	816+35	815+50	814+65

	-10	-9	-8	-7	-6	-5	-4	-3	-2	-1	0	
56	951+67	950+99	950+38	949+51	949+92	948+23	947+53	946+83	946+13	945+43	944+73	56
51	949+09	949+20	948+51	947+81	947+11	946+41	945+71	945+01	944+30	943+59	942+88	51
52	948+07	947+38	946+67	945+97	945+27	944+56	943+85	943+14	942+43	941+71	941+00	52
53	946+21	945+51	944+80	944+09	943+38	942+67	941+95	941+23	940+52	939+79	939+07	53
54	944+31	943+60	942+88	942+17	941+45	940+73	940+01	939+29	938+57	937+84	937+11	54
55	942+17	941+65	940+92	940+21	939+49	938+76	938+04	937+31	936+58	935+85	935+12	55
56	940+39	939+67	938+94	938+27	937+54	936+76	936+03	935+30	934+56	933+83	933+09	56
57	938+38	937+65	936+92	936+19	935+46	934+73	933+99	933+25	932+51	931+77	931+03	57
58	936+33	935+61	934+87	934+13	933+40	932+66	931+92	931+18	930+43	929+69	928+94	58
59	934+26	933+52	932+78	932+04	931+30	930+56	929+82	929+07	928+32	927+57	926+82	59
60	932+16	931+41	930+67	929+93	929+18	928+43	927+69	926+94	926+18	925+43	924+68	60
61	930+02	929+27	928+53	927+78	927+03	926+28	925+53	924+77	924+02	923+26	922+50	61
62	927+46	927+11	926+36	925+61	925+85	924+10	923+34	922+58	921+83	921+06	920+30	62
63	925+47	924+72	924+16	923+41	922+65	921+89	921+13	920+37	919+61	918+84	918+07	63
64	923+45	922+70	921+94	921+18	920+42	919+66	918+89	918+13	917+35	916+59	915+82	64
65	921+21	920+45	919+69	918+92	918+16	917+39	916+63	915+86	915+09	914+32	913+54	65
66	918+78	918+18	917+41	916+54	915+86	915+11	914+33	913+56	912+79	912+01	911+24	66
67	916+44	915+87	915+11	914+34	913+58	912+79	912+02	911+24	910+46	909+69	908+91	67
68	914+12	913+55	912+77	912+08	911+22	910+45	909+67	908+89	908+11	907+33	906+55	68
69	911+95	911+19	910+41	909+64	908+86	908+08	907+30	906+52	905+73	904+95	904+18	69
70	909+48	908+80	908+02	907+24	906+46	905+68	904+90	904+11	903+33	902+54	901+75	70
71	907+17	906+39	905+61	904+82	904+04	903+26	902+47	901+68	900+89	900+10	899+31	71
72	904+73	903+94	903+16	902+37	901+59	900+80	900+01	899+22	898+43	897+63	896+84	72
73	902+25	901+47	900+68	899+90	898+11	898+31	897+52	896+73	895+94	895+14	894+34	73
74	899+75	898+95	898+17	897+38	896+59	895+80	895+00	894+21	893+41	892+61	891+81	74
75	897+22	896+43	895+64	894+84	894+05	893+25	892+46	891+66	890+86	890+06	889+25	75
76	894+45	893+66	893+06	892+27	891+47	890+67	889+87	889+07	888+27	887+47	886+66	76
77	892+15	891+26	890+46	889+66	888+85	888+06	887+26	886+46	885+65	884+85	884+04	77
78	889+42	888+52	887+82	887+02	886+22	885+42	884+62	883+81	883+01	882+21	881+38	78
79	886+75	885+95	885+15	884+35	883+55	882+74	881+94	881+13	880+32	879+51	878+69	79
80	884+55	883+25	882+45	881+64	880+84	880+03	879+22	878+41	877+60	876+78	875+97	80
81	881+31	880+51	879+70	878+90	878+19	877+39	876+57	875+66	874+84	874+03	873+21	81
82	878+54	877+73	876+92	875+11	875+30	874+49	873+68	872+86	872+05	871+23	870+41	82
83	875+72	874+91	874+10	873+29	872+48	871+66	870+85	870+03	869+21	868+39	867+57	83
84	872+66	872+05	871+24	870+42	869+61	868+79	867+97	867+15	866+33	865+51	864+68	84
85	869+46	869+14	868+33	867+51	866+69	865+87	865+05	864+23	863+40	862+58	861+75	85
86	867+06	866+19	865+37	864+54	863+72	862+90	862+08	861+25	860+42	859+60	858+77	86
87	863+69	863+17	862+85	861+52	860+70	859+87	859+05	858+22	857+39	856+56	855+73	87
88	860+92	860+09	859+27	858+44	857+61	856+78	855+95	855+13	854+28	853+46	852+63	88
89	857+77	856+94	856+12	855+29	854+49	853+63	852+79	851+96	851+13	850+29	849+46	89
90	854+55	853+72	852+89	852+05	851+22	850+39	849+56	848+72	847+89	847+05	846+21	90
91	851+23	850+40	849+57	848+73	847+90	847+07	846+23	845+39	844+56	843+72	842+88	91
92	847+81	846+96	846+15	845+31	844+48	843+64	842+81	841+97	841+13	840+29	839+45	92
93	844+28	843+44	842+61	841+78	840+94	839+11	839+27	838+43	837+60	836+76	835+92	93
94	840+61	839+78	838+95	838+11	837+28	836+45	835+61	834+77	833+94	832+10	832+26	94
95	836+80	835+97	835+14	834+31	833+47	832+64	831+81	830+97	830+13	829+29	828+45	95
96	832+82	831+99	831+16	830+33	829+50	828+67	827+84	827+00	826+17	825+33	824+49	96
97	828+65	827+82	827+00	826+17	825+34	824+51	823+68	822+84	822+01	821+17	820+33	97
98	824+26	823+44	822+61	821+78	820+95	820+12	819+29	818+46	817+62	816+78	815+95	98
99	819+62	818+79	817+96	817+13	816+29	815+46	814+62	813+79	812+95	812+11	811+27	99
100	814+66	813+81	812+97	812+12	811+28	810+44	809+59	808+75	807+90	806+22	806+00	100

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	999+44	999+40	999+94	999+36	999+97	999+96	999+98	999+90	999+86	999+78	999+70
1	998+33	998+38	998+42	998+45	998+45	998+44	998+42	998+38	998+33	998+26	998+18
2	998+87	998+93	998+97	998+90	998+99	998+98	998+96	998+92	998+87	998+80	998+72
3	995+48	995+53	995+57	995+58	995+59	995+58	995+55	995+51	995+45	995+39	995+38
4	994+13	994+18	994+22	994+23	994+23	994+22	994+19	994+15	994+09	994+02	993+93
5	992+44	992+89	992+92	992+93	992+93	992+91	992+88	992+83	992+77	992+70	992+61
6	991+60	991+64	991+58	991+57	991+67	991+64	991+61	991+56	991+49	991+41	991+32
7	990+41	990+44	990+46	990+46	990+45	990+42	990+38	990+33	990+26	990+17	990+08
8	989+76	989+29	989+31	989+30	989+28	989+25	989+20	989+14	989+06	988+97	988+87
9	988+17	988+19	988+19	988+18	988+15	988+11	988+06	987+99	987+90	987+81	987+70
10	987+12	987+13	987+12	987+10	987+07	987+02	986+96	986+88	986+79	986+68	986+58
11	986+12	986+12	986+10	986+07	986+03	985+97	985+89	985+80	985+70	985+59	985+48
12	985+16	985+15	985+12	985+08	985+02	984+95	984+87	984+77	984+65	984+53	984+39
13	984+24	984+22	984+18	984+12	984+05	983+97	983+87	983+76	983+64	983+50	983+35
14	983+37	983+33	983+29	983+23	983+12	983+02	982+91	982+79	982+65	982+50	982+34
15	982+53	982+47	982+40	982+32	982+27	982+11	981+98	981+84	981+69	981+53	981+35
16	981+72	981+65	981+56	981+46	981+35	981+22	981+08	980+92	980+76	980+58	980+39
17	980+95	980+88	980+75	980+63	980+50	980+25	980+19	980+02	979+84	979+65	979+44
18	980+20	980+09	979+96	979+82	979+67	979+51	979+32	979+14	978+94	978+73	978+51
19	979+47	979+33	979+19	979+03	978+06	978+06	978+06	978+27	978+06	977+83	977+59
20	978+75	978+60	978+43	978+25	978+06	977+86	977+64	977+42	977+18	976+93	976+68
21	978+05	977+87	977+08	977+48	977+27	977+04	976+82	976+57	976+31	976+04	975+77
22	977+35	977+15	976+94	976+71	976+48	976+24	975+98	975+72	975+44	975+16	974+66
23	976+66	976+43	976+19	975+95	975+69	975+42	975+15	974+86	974+57	974+26	973+95
24	975+06	975+71	975+44	975+10	974+90	974+61	974+31	974+00	973+69	973+36	973+03
25	975+24	974+87	974+69	974+39	974+09	973+78	973+46	973+13	972+79	972+45	972+09
26	974+52	974+22	973+91	973+59	973+27	972+94	972+59	972+24	971+88	971+52	971+14
27	973+77	973+45	973+12	972+78	972+43	972+07	971+71	971+34	970+96	970+57	970+18
28	973+03	972+86	972+30	971+94	971+56	971+19	970+50	970+41	970+01	969+60	969+18
29	972+21	971+83	971+45	971+07	970+67	970+27	969+96	969+45	969+03	968+60	968+16
30	971+38	970+98	970+58	970+17	969+75	969+33	968+90	968+46	968+02	967+57	967+12
31	970+51	970+09	969+66	969+23	968+79	968+35	967+90	967+44	966+98	966+51	966+04
32	969+61	969+16	968+71	968+26	967+89	967+33	966+66	966+39	965+90	965+41	964+92
33	968+66	968+19	967+72	967+24	966+76	966+28	965+79	965+29	964+79	964+28	963+77
34	967+66	967+17	966+68	966+19	965+69	965+18	964+67	964+15	963+63	963+11	962+58
35	966+62	966+11	965+69	965+08	964+56	964+04	963+51	962+97	962+43	961+89	961+34
36	965+53	965+00	964+47	963+93	963+39	962+85	962+30	961+75	961+19	960+63	960+07
37	964+38	963+84	963+29	962+73	962+18	961+61	961+05	960+48	959+91	959+33	958+75
38	963+18	962+62	962+05	961+48	960+91	960+33	959+75	959+16	958+57	957+98	957+38
39	961+93	961+35	960+77	960+18	959+50	959+00	958+40	957+80	957+19	956+58	955+97
40	960+63	960+03	959+43	958+03	958+23	957+62	957+00	956+39	955+77	955+14	954+52
41	959+27	959+65	958+64	957+43	956+81	955+56	954+93	954+29	953+66	953+02	951+41
42	957+66	957+23	956+60	955+97	955+34	954+70	954+06	953+42	952+77	952+12	951+47
43	956+39	955+75	955+11	954+47	953+82	953+17	952+52	951+86	951+21	950+54	949+85
44	954+47	954+22	953+57	952+91	952+25	951+59	950+93	950+26	949+59	948+92	948+25
45	953+30	952+64	951+98	951+31	950+64	949+97	949+29	948+62	947+94	947+25	946+57
46	951+68	951+01	950+34	949+66	948+98	948+30	947+61	946+92	946+23	945+54	944+05
47	950+01	949+33	948+65	947+98	947+27	946+58	945+89	945+19	944+49	943+79	943+08
48	948+38	947+51	946+91	946+22	945+52	946+02	944+12	943+41	942+71	941+99	941+28
49	946+53	945+84	945+14	944+43	943+73	943+02	942+31	941+60	940+88	940+16	939+44
50	944+73	944+02	943+32	942+60	941+09	941+10	940+45	939+74	939+02	938+29	937+56

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
50	944+73	944+32	943+32	942+60	941+89	941+18	940+46	939+74	939+52	938+29	937+56
51	942+88	942+17	941+5	940+74	940+82	939+38	938+57	937+84	937+12	936+38	935+55
52	941+80	940+28	939+56	938+83	938+21	937+38	936+65	935+91	935+18	934+44	933+70
53	939+17	938+35	937+62	936+89	936+16	935+42	934+69	933+95	933+21	932+46	931+72
54	937+11	936+38	935+85	934+91	934+18	933+44	932+69	931+95	931+20	930+46	929+70
55	935+12	934+38	933+64	932+98	932+16	931+42	930+67	929+92	929+17	928+42	927+66
56	933+79	932+35	931+61	930+46	930+11	929+26	928+61	927+86	927+10	926+35	925+59
57	931+13	930+28	929+54	928+79	928+04	927+28	926+53	925+77	925+01	924+25	923+48
58	928+94	928+19	927+44	926+69	925+93	925+17	924+41	923+65	922+89	922+12	921+35
59	926+82	926+07	925+31	924+56	923+80	923+03	922+27	921+51	920+74	919+97	919+19
60	924+88	923+92	923+16	922+40	921+63	920+87	920+10	919+33	918+56	917+79	917+01
61	922+48	921+76	920+98	920+21	919+45	918+68	917+91	917+13	916+36	915+58	914+80
62	920+30	919+54	918+77	918+00	917+23	916+48	915+68	914+91	914+13	913+35	912+57
63	918+07	917+31	916+54	915+76	914+99	914+22	913+44	912+66	911+88	911+09	910+31
64	915+2	915+95	914+28	913+50	912+72	911+95	911+18	910+38	909+60	908+81	908+02
65	913+54	912+77	911+99	911+21	910+43	909+65	908+87	908+08	907+29	906+50	905+71
66	911+24	910+48	909+68	908+90	908+11	907+33	906+54	905+75	904+96	904+17	903+37
67	908+91	908+12	907+34	906+56	905+77	904+98	904+19	903+40	902+60	901+81	901+01
68	906+55	905+76	904+96	904+19	903+40	902+61	901+81	901+02	900+22	899+42	898+62
69	904+16	903+38	902+59	901+80	901+00	900+21	899+41	898+61	897+81	897+01	896+20
70	901+75	900+46	900+17	899+37	898+58	897+78	896+98	896+18	895+38	894+57	893+76
71	899+31	898+52	897+72	896+92	896+13	895+32	894+52	893+72	892+91	892+10	891+29
72	896+84	896+04	895+25	894+45	893+64	892+84	892+04	891+23	890+42	889+61	888+79
73	894+34	893+54	892+74	891+94	891+11	890+33	889+52	888+71	887+90	886+08	885+27
74	891+81	891+01	890+21	889+41	888+59	887+79	886+97	885+16	884+35	883+53	882+71
75	889+25	888+45	887+64	886+81	885+02	885+21	884+40	883+58	882+77	881+95	881+13
76	886+66	885+86	885+05	884+24	883+42	882+61	881+79	880+96	880+16	879+33	878+51
77	884+04	883+23	882+42	881+61	880+79	879+97	879+16	878+33	877+51	876+69	875+86
78	881+38	880+57	879+76	878+94	876+13	877+31	876+49	875+66	874+84	874+01	873+18
79	878+69	877+88	877+06	876+25	875+43	874+60	873+78	872+95	872+13	871+30	870+47
80	875+97	875+15	874+33	873+51	872+69	871+87	870+10	870+21	869+38	868+55	867+72
81	873+21	872+39	871+57	870+74	869+92	869+09	868+27	867+46	866+60	865+77	864+93
82	870+41	869+59	868+76	867+94	867+11	866+28	865+45	864+62	863+79	862+95	862+11
83	867+57	866+74	865+92	865+09	864+26	863+43	862+60	861+76	860+93	860+09	859+25
84	864+68	863+86	863+03	862+20	861+37	860+53	859+70	858+86	858+03	857+19	856+34
85	861+75	860+92	860+09	859+76	858+43	857+59	856+76	855+92	855+08	854+24	853+39
86	858+77	857+94	857+10	856+27	855+44	854+60	853+76	852+92	852+08	851+24	850+39
87	855+73	854+90	854+06	853+23	852+39	851+55	850+71	849+87	849+03	848+18	847+33
88	852+63	851+79	850+96	850+12	849+29	848+46	847+60	846+76	845+91	845+07	844+22
89	849+46	848+52	847+78	846+95	846+11	845+28	844+42	843+58	842+73	841+88	841+03
90	846+21	845+38	844+54	843+70	842+85	842+01	841+17	840+32	839+47	838+62	837+77
91	842+88	842+04	841+20	840+36	839+52	838+07	837+03	836+98	836+13	835+28	834+43
92	839+45	838+61	837+77	836+93	835+09	835+24	834+39	833+55	832+70	831+85	830+99
93	835+92	835+08	834+23	833+39	832+55	831+70	830+85	829+16	828+30	827+45	826+59
94	832+26	831+42	830+57	829+73	828+88	828+04	827+19	826+34	825+49	824+64	823+79
95	828+45	827+61	826+77	825+93	824+08	824+24	823+39	822+54	821+69	820+84	819+98
96	824+49	823+65	822+81	821+96	821+12	820+27	819+42	818+58	817+72	816+87	816+02
97	820+33	819+49	818+65	817+81	816+98	816+12	815+27	814+42	813+57	812+72	811+87
98	815+45	815+11	814+26	813+42	812+56	811+73	810+88	810+04	809+19	808+33	807+48
99	811+27	810+43	809+59	808+74	807+90	807+05	806+21	805+36	804+51	803+66	802+81
100	806+22	805+37	804+53	803+66	802+84	801+99	801+14	800+30	799+45	798+60	797+76

	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
0	949,70	999,69	999,69	999,17	999,24	999,19	998,94	998,77	998,59	998,46	998,20
1	998,18	998,97	997,98	997,86	997,73	997,59	997,43	997,26	997,09	996,90	996,70
2	996,72	996,62	996,52	996,40	995,27	996,12	995,97	995,80	995,62	995,43	995,23
3	995,30	995,21	995,10	994,98	994,85	994,70	994,55	994,38	994,20	994,01	993,81
4	993,93	993,84	993,73	993,60	993,47	993,32	993,16	992,99	992,81	992,62	992,41
5	992,61	992,51	992,39	992,27	992,13	991,98	991,82	991,64	991,46	991,26	991,06
6	991,32	991,22	991,10	990,97	990,83	990,67	990,51	990,33	990,14	989,94	989,73
7	989,08	989,97	989,84	989,71	989,56	989,40	989,23	989,05	988,85	988,65	988,43
8	988,87	988,75	988,62	988,48	988,33	988,16	987,99	987,80	987,60	987,39	987,16
9	987,70	987,57	987,44	987,29	987,13	986,96	986,77	986,59	986,37	986,15	985,92
10	986,56	986,43	986,29	986,13	985,96	985,78	985,59	985,39	985,17	984,95	984,71
11	985,46	985,32	985,17	985,00	984,82	984,64	984,43	984,22	984,00	983,77	983,52
12	984,39	984,24	984,08	983,90	983,71	983,52	983,31	983,08	982,85	982,61	982,35
13	983,35	983,19	983,02	982,83	982,63	982,42	982,20	981,97	981,73	981,47	981,21
14	982,34	982,17	981,98	981,78	981,57	981,35	981,12	980,87	980,62	980,36	980,08
15	981,15	981,16	980,97	980,75	980,53	980,30	980,05	979,80	979,53	979,26	978,97
16	980,39	979,19	979,97	979,75	979,51	979,26	979,01	978,74	978,46	978,17	977,87
17	979,66	979,72	979,00	978,76	978,51	978,24	977,97	977,69	977,40	977,10	976,79
18	978,41	978,28	978,03	977,74	977,51	977,24	976,95	976,65	976,35	976,03	975,71
19	977,59	977,34	977,00	976,81	976,53	976,23	975,93	975,62	975,30	974,97	974,63
20	976,58	976,41	976,13	975,84	975,55	975,24	974,92	974,59	974,26	973,91	973,56
21	975,77	975,48	975,19	974,88	974,57	974,24	973,91	973,57	973,21	972,85	972,48
22	974,66	974,56	974,26	973,47	973,59	973,24	972,99	972,53	972,16	971,79	971,40
23	973,95	973,62	973,29	972,45	972,50	972,24	971,97	971,61	970,72	970,31	970,23
24	973,43	972,68	972,33	971,47	971,60	971,22	970,94	970,64	970,34	969,63	969,21
25	972,19	971,73	971,36	970,96	970,59	970,20	969,79	969,38	968,96	968,53	968,10
26	971,14	970,76	970,37	969,47	969,47	969,15	968,73	968,38	967,86	967,42	966,97
27	970,18	969,77	969,36	968,94	968,52	968,09	967,65	967,29	966,75	966,28	965,81
28	968,18	968,76	966,33	967,49	967,45	967,00	966,54	966,08	965,60	965,13	964,64
29	966,15	967,72	967,27	966,87	966,36	965,99	965,61	964,93	964,44	963,96	963,44
30	967,12	966,65	966,19	965,71	965,23	964,74	964,25	963,75	963,24	962,73	962,21
31	966,94	965,59	965,07	964,59	964,08	963,57	963,00	962,54	962,02	961,49	960,95
32	966,92	964,42	963,92	963,44	962,44	962,26	961,04	961,30	960,76	960,21	959,66
33	963,77	963,25	962,73	962,21	961,06	961,17	960,58	960,03	959,47	958,91	958,34
34	962,58	962,04	961,50	960,65	960,40	959,66	959,28	958,71	958,14	957,56	956,98
35	961,34	960,79	960,23	959,67	959,10	958,51	957,45	957,17	956,78	956,18	955,59
36	960,67	959,50	958,92	958,34	957,78	957,17	956,58	955,98	955,37	954,77	954,15
37	958,75	958,16	957,57	956,97	956,37	955,77	955,18	954,55	953,93	953,31	952,09
38	957,38	956,78	956,17	955,56	954,95	954,33	953,71	953,08	952,45	951,62	951,18
39	955,97	955,36	954,74	954,11	953,64	952,65	952,22	951,58	950,93	950,28	949,43
40	954,52	953,89	953,25	952,62	951,97	951,33	950,64	950,03	949,37	948,71	948,05
41	953,42	952,37	951,73	951,48	950,42	949,76	949,18	948,44	947,77	947,10	946,42
42	951,47	950,81	950,16	949,49	948,63	948,15	947,46	946,81	946,13	945,44	944,76
43	949,88	949,21	946,54	947,87	947,19	946,51	945,83	945,14	944,45	943,75	943,06
44	948,25	947,57	946,88	946,20	945,51	944,62	944,13	943,43	942,73	942,02	941,32
45	946,57	945,88	945,19	944,49	943,79	943,04	942,39	941,68	940,97	940,26	939,56
46	944,85	944,15	943,45	942,74	942,04	941,32	940,61	939,90	939,18	938,46	937,73
47	943,58	942,38	941,67	940,95	939,24	939,52	938,80	938,07	937,35	936,62	935,88
48	941,28	940,57	939,85	939,11	938,40	937,68	936,95	936,22	935,48	934,74	934,00
49	939,44	938,72	937,99	937,76	936,93	936,90	935,66	934,32	933,58	932,84	932,09
50	937,56	936,82	936,10	935,31	934,63	933,49	933,14	932,40	931,65	930,90	930,14

	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
50	937+56	936+83	936+10	935+36	934+53	933+87	933+14	932+40	931+65	930+90	929+14	50
51	935+45	934+91	934+17	933+63	932+69	931+91	931+19	930+44	929+68	928+92	928+16	51
52	933+70	932+86	932+21	931+46	930+71	929+96	929+20	928+45	927+69	926+92	926+16	52
53	931+72	930+97	930+22	929+67	928+71	927+95	927+19	926+43	925+66	924+99	924+12	53
54	924+70	928+95	928+19	927+44	926+67	925+91	925+14	924+38	923+61	922+83	922+08	54
55	927+66	926+99	926+14	925+38	924+61	923+84	923+07	922+30	921+52	920+74	919+96	55
56	925+59	924+82	924+00	923+29	922+52	921+75	920+97	920+19	919+41	918+63	917+84	56
57	923+48	922+72	921+95	921+17	920+40	919+62	918+86	918+06	917+28	916+49	915+70	57
58	921+35	920+58	919+81	919+03	918+26	917+47	916+69	915+96	915+11	914+32	913+53	58
59	919+19	918+42	917+64	916+86	915+08	914+30	913+72	912+93	912+13	911+33	911+59	59
60	917+01	916+23	915+45	914+67	913+88	913+09	912+30	911+51	910+71	909+92	909+11	60
61	914+90	914+02	913+23	912+45	911+66	910+87	910+07	909+28	908+48	907+67	906+87	61
62	912+57	911+76	910+99	910+20	909+41	908+61	907+82	907+02	906+21	905+41	904+60	62
63	910+31	909+52	908+73	907+93	907+14	906+34	905+54	904+73	903+93	903+12	902+31	63
64	908+02	907+23	906+43	905+64	904+84	904+04	903+23	902+43	901+62	900+81	899+99	64
65	905+71	904+91	904+12	903+32	902+51	901+71	900+90	899+09	898+28	897+47	897+65	65
66	903+37	902+57	901+77	900+97	900+16	899+36	899+55	897+74	896+92	896+10	895+28	66
67	901+01	899+21	899+40	898+60	897+79	896+96	896+17	895+35	894+53	893+72	892+89	67
68	896+62	897+02	897+01	896+28	895+29	894+58	893+75	892+94	892+12	891+30	890+48	68
69	896+20	895+40	894+59	893+78	892+96	892+15	891+33	890+51	889+68	888+86	888+03	69
70	893+76	892+95	892+14	891+33	890+51	889+69	888+07	886+45	887+22	886+39	885+56	70
71	891+29	891+48	890+65	888+85	886+03	887+21	886+38	885+56	884+73	883+90	882+06	71
72	888+79	887+98	887+16	886+34	885+52	884+69	883+87	883+04	882+21	881+37	880+54	72
73	886+27	885+49	884+69	883+87	882+08	881+25	880+43	880+69	879+86	878+02	877+99	73
74	883+71	882+90	882+07	881+24	880+43	879+59	878+75	877+92	877+08	876+24	875+49	74
75	881+13	880+30	879+48	878+65	877+82	876+99	876+15	875+32	874+46	873+64	872+79	75
76	878+51	877+68	876+85	875+02	875+19	874+36	873+52	872+68	871+84	870+00	870+15	76
77	875+86	875+03	874+20	873+37	872+53	871+70	870+86	870+02	869+17	868+33	867+48	77
78	873+18	872+35	871+52	870+68	869+84	869+00	868+18	867+32	866+47	865+63	864+78	78
79	870+47	869+63	868+86	867+96	867+12	866+26	865+44	864+59	863+74	862+89	862+04	79
80	867+72	866+88	866+05	865+21	864+36	863+52	862+67	861+82	860+98	860+12	859+27	80
81	864+93	864+10	863+26	862+41	861+57	860+72	859+88	859+03	858+17	857+32	856+46	81
82	862+11	861+27	860+43	859+59	858+74	857+89	857+04	856+19	855+34	854+48	853+62	82
83	859+25	858+41	857+56	856+72	855+87	855+02	854+17	853+32	852+46	851+60	850+74	83
84	856+34	855+50	854+65	853+81	852+96	852+11	851+25	850+40	849+54	848+68	847+82	84
85	853+39	852+55	851+70	850+85	849+00	849+15	848+29	847+44	846+58	845+72	844+85	85
86	850+29	849+54	848+70	847+84	846+99	846+14	845+28	844+42	843+56	842+70	841+84	86
87	847+53	846+69	845+84	844+78	843+93	843+07	842+22	841+39	840+50	839+63	838+77	87
88	844+22	843+37	842+52	841+66	840+81	839+95	839+09	838+23	837+37	836+51	835+64	88
89	841+03	840+18	839+33	838+48	837+62	836+76	835+90	835+04	834+16	833+31	832+45	89
90	837+77	836+92	836+07	835+21	834+36	833+50	832+64	831+78	830+91	830+05	829+18	90
91	836+43	833+58	832+73	831+87	831+01	830+15	829+29	828+43	827+57	826+70	825+83	91
92	830+99	830+18	829+29	828+43	827+57	826+71	825+85	824+99	824+13	823+26	822+39	92
93	827+45	826+60	825+74	824+89	824+03	823+17	822+31	821+44	820+58	819+71	818+85	93
94	823+79	822+93	822+08	821+22	820+36	819+50	818+64	817+78	816+91	816+05	815+18	94
95	819+98	819+13	818+27	817+42	816+56	815+70	814+84	813+97	813+11	812+25	811+38	95
96	816+52	815+17	814+31	813+45	812+59	811+73	810+87	810+01	809+15	808+28	807+42	96
97	811+47	811+61	810+16	809+30	808+44	807+58	806+72	805+86	805+00	804+14	803+27	97
98	807+48	806+63	805+77	804+92	804+06	803+20	802+34	801+48	800+62	799+76	798+90	98
99	802+61	801+96	801+11	800+25	799+40	798+54	797+68	796+83	795+97	795+11	794+25	99
100	797+76	796+91	796+06	795+21	794+36	793+51	792+65	791+80	790+95	790+09	789+24	100

	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	
0	998,21	997,99	997,77	997,54	997,32	997,14	996,78	996,51	995,23	995,96	995,65	0
1	996,70	996,49	996,28	996,03	995,79	995,54	995,28	995,01	994,73	994,44	994,14	1
2	995,73	995,62	994,91	994,57	994,32	994,07	993,81	993,54	993,25	992,96	992,56	2
3	993,43	993,59	993,37	993,14	992,69	992,54	992,37	992,16	991,91	991,52	991,21	3
4	992,41	992,20	991,97	991,76	991,49	991,23	990,97	990,69	990,40	990,10	989,80	4
5	991,06	990,84	990,61	990,37	990,12	989,86	989,59	989,31	989,02	988,72	988,41	5
6	989,73	989,51	989,27	989,03	988,77	988,51	988,24	987,95	987,66	987,35	987,04	6
7	988,43	988,20	987,97	987,72	987,46	987,19	986,91	986,62	986,32	986,02	985,70	7
8	987,16	986,93	986,69	986,43	986,17	985,89	985,61	985,32	985,01	984,70	984,38	8
9	985,92	985,68	985,43	985,17	984,90	984,62	984,33	984,03	983,72	983,41	983,08	9
10	984,71	984,46	984,21	983,94	983,66	983,37	983,08	982,77	982,45	982,13	981,79	10
11	982,42	982,27	982,00	982,73	982,44	982,14	981,84	981,53	981,20	980,87	980,53	11
12	982,35	982,09	981,42	981,53	981,24	980,93	980,62	980,30	979,97	979,63	979,28	12
13	981,23	980,94	980,65	980,36	980,05	979,74	979,42	979,09	978,75	978,40	978,04	13
14	980,16	979,80	979,50	979,20	978,88	978,56	978,23	977,89	977,54	977,18	976,81	14
15	978,97	978,67	978,37	978,05	977,73	977,39	977,05	976,70	976,34	975,97	975,59	15
16	977,47	977,56	977,25	976,92	976,58	976,24	975,88	975,52	975,15	974,77	974,38	16
17	976,79	976,46	976,13	975,79	975,44	975,09	974,72	974,34	973,96	973,57	973,17	17
18	975,71	975,37	975,03	974,67	974,31	973,94	973,56	973,17	972,78	972,37	971,96	18
19	974,53	974,28	973,92	973,56	973,14	972,80	972,40	972,00	971,59	971,18	970,75	19
20	973,46	973,19	972,82	972,44	972,05	971,65	971,24	970,83	970,41	969,98	969,54	20
21	972,46	972,10	971,72	971,32	970,91	970,53	970,08	969,65	969,22	968,77	968,32	21
22	971,68	971,01	970,60	970,19	969,77	969,35	968,91	968,47	968,02	967,56	967,09	22
23	970,33	969,98	969,48	969,08	968,62	968,18	967,73	967,27	966,80	966,33	965,05	23
24	969,21	968,79	968,35	967,91	967,46	967,00	966,53	966,06	965,58	965,09	964,60	24
25	968,16	967,65	967,20	966,75	966,28	965,81	965,32	964,84	964,34	963,84	963,33	25
26	966,97	966,51	966,04	965,56	965,08	964,59	964,10	963,59	963,08	962,57	962,04	26
27	965,61	965,34	964,45	964,36	963,87	963,26	962,65	962,33	961,80	961,27	960,73	27
28	964,64	964,15	963,65	963,14	962,63	962,10	961,58	961,04	960,50	959,96	959,40	28
29	963,44	962,93	962,41	961,89	961,36	960,82	960,28	959,73	959,18	958,62	958,05	29
30	962,71	961,68	961,15	960,61	960,07	959,52	958,98	958,40	957,83	957,25	956,67	30
31	960,95	960,41	959,86	959,31	958,75	958,18	957,61	957,03	956,45	955,66	955,26	31
32	959,66	959,10	958,54	957,97	957,40	956,82	956,23	955,64	955,04	954,42	953,02	32
33	958,74	957,77	957,19	956,60	956,01	955,42	954,62	954,21	953,60	952,98	952,36	33
34	956,98	956,39	955,88	955,28	954,60	953,99	953,37	952,75	952,13	951,50	950,86	34
35	955,59	954,98	954,38	952,76	953,14	952,52	951,69	951,26	950,62	949,98	949,33	35
36	954,15	953,54	952,92	952,29	951,66	951,02	950,38	949,74	949,08	948,43	947,77	36
37	952,49	952,05	951,42	950,78	950,14	949,49	948,83	948,16	947,51	946,85	946,18	37
38	951,18	950,53	949,89	949,23	948,58	947,92	947,25	946,56	945,91	945,23	944,55	38
39	949,33	948,97	948,31	947,65	946,98	946,31	945,63	944,95	944,27	943,58	942,89	39
40	946,95	947,38	946,70	946,03	945,35	944,67	943,98	943,29	942,59	941,89	941,19	40
41	946,42	945,74	945,08	944,37	943,68	942,99	942,29	941,59	940,88	940,17	939,46	41
42	944,76	944,97	943,37	942,68	941,98	941,27	940,58	939,85	939,14	938,42	937,79	42
43	943,76	942,36	941,65	940,94	940,23	939,52	938,80	938,08	937,36	936,62	935,90	43
44	941,12	940,61	939,89	939,18	938,46	937,74	937,01	936,28	935,55	934,81	934,08	44
45	939,54	938,82	938,10	937,38	936,65	935,92	935,18	934,44	933,70	932,96	932,22	45
46	937,73	937,08	936,27	935,54	934,80	934,06	933,32	932,58	931,83	931,08	930,33	46
47	935,48	935,15	934,41	933,67	932,92	932,18	931,43	930,68	929,92	929,16	928,48	47
48	934,08	933,24	932,51	931,77	931,01	930,26	929,58	928,74	927,98	927,22	926,45	48
49	932,19	931,34	930,59	929,83	929,07	928,31	927,55	926,78	926,02	925,25	924,47	49
50	930,14	929,39	928,63	927,88	927,10	926,33	925,56	924,79	924,02	923,29	922,47	50

N	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	
50	920+14	920+39	920+63	920+66	920+10	920+33	920+56	920+79	920+02	920+24	920+47	50
51	920+16	920+46	920+64	920+73	920+10	920+31	920+55	920+77	920+99	920+21	920+43	51
52	920+16	920+39	920+62	920+84	920+07	920+29	920+51	920+73	920+94	920+16	920+37	52
53	920+12	920+35	920+57	920+79	920+01	920+23	919+44	918+65	917+86	917+07	916+28	53
54	920+76	920+28	920+50	919+71	919+93	918+14	917+25	916+56	915+76	914+96	914+16	54
55	919+96	919+18	918+29	917+61	916+82	916+02	915+23	914+43	913+63	912+83	912+03	55
56	917+66	917+06	916+27	915+43	914+68	913+08	912+28	911+48	910+67	909+86	909+06	56
57	915+70	914+91	914+21	913+32	912+52	911+72	910+91	910+11	909+30	908+49	907+68	57
58	913+53	912+73	911+34	911+13	910+33	909+63	908+72	907+91	907+10	906+28	905+47	58
59	911+32	910+53	909+73	908+03	908+12	907+31	906+50	905+69	904+87	904+05	903+23	59
60	909+11	908+31	907+51	906+70	905+89	905+08	904+26	903+44	902+62	901+80	900+98	60
61	906+87	906+06	905+26	904+44	903+63	902+81	902+00	901+17	900+35	899+53	898+70	61
62	904+86	903+79	902+58	902+17	901+35	900+53	899+71	898+88	898+06	897+23	896+40	62
63	902+31	901+58	900+58	899+86	899+04	898+22	897+40	896+57	895+74	894+91	894+07	63
64	899+99	899+18	898+36	897+54	896+71	895+89	895+06	894+23	893+40	892+56	891+72	64
65	897+65	896+83	895+01	895+19	894+36	893+53	892+70	891+87	890+03	889+19	889+35	65
66	895+26	894+44	893+64	892+81	891+98	891+15	890+32	889+48	888+64	887+80	886+96	66
67	892+89	892+07	891+28	890+41	889+58	888+75	887+91	886+70	885+23	885+38	884+54	67
68	889+68	889+65	888+82	887+49	887+15	886+31	885+47	884+63	883+79	882+94	882+09	68
69	888+13	887+20	886+37	885+53	884+70	883+86	882+92	882+17	881+32	880+48	879+62	69
70	885+56	884+71	883+89	883+07	882+22	881+37	880+53	879+68	878+83	877+98	877+13	70
71	883+96	882+23	881+39	880+55	879+71	878+66	878+02	877+17	876+32	875+46	874+61	71
72	880+54	879+70	878+06	878+42	877+17	876+31	875+48	874+63	873+77	872+92	872+06	72
73	877+99	877+15	876+30	875+46	874+61	873+76	872+91	872+06	871+23	870+34	869+48	73
74	875+40	874+56	873+72	872+87	872+02	871+17	870+31	869+46	868+60	867+74	866+88	74
75	872+79	871+95	871+10	870+25	869+42	868+55	867+69	866+83	865+97	865+11	864+25	75
76	870+15	869+30	868+45	867+60	866+75	865+89	865+04	864+18	863+31	862+45	861+59	76
77	867+48	866+63	865+78	864+92	864+07	863+21	862+35	861+49	860+62	859+76	859+89	77
78	864+18	863+92	863+07	862+21	861+36	860+50	859+63	858+77	857+90	857+04	856+17	78
79	862+14	861+19	860+33	859+47	858+61	857+75	856+89	856+02	855+15	854+29	853+41	79
80	854+27	854+41	853+56	853+70	853+83	853+97	853+10	853+24	852+37	851+49	850+62	80
81	856+18	855+61	854+75	853+48	853+02	852+16	851+29	850+42	849+55	848+67	847+80	81
82	852+42	852+76	851+91	851+04	850+17	849+30	848+43	847+56	846+69	845+81	844+94	82
83	850+74	849+88	849+02	848+15	847+28	846+42	845+54	844+67	843+80	842+92	842+04	83
84	847+82	846+96	846+79	845+22	844+36	843+48	842+61	841+74	840+86	839+98	839+10	84
85	844+85	843+99	843+12	842+25	841+38	840+51	839+64	838+76	837+89	837+00	836+12	85
86	841+88	840+97	840+10	839+23	838+36	837+49	836+61	835+74	834+86	833+97	833+09	86
87	838+77	837+90	837+03	836+16	835+29	834+41	833+54	832+66	831+78	830+90	830+01	87
88	835+64	834+77	833+90	833+03	832+15	831+28	830+41	829+53	828+64	827+76	826+88	88
89	832+45	831+58	830+71	829+84	828+96	828+09	827+21	826+33	825+45	824+56	823+69	89
90	829+18	828+31	827+44	826+57	825+70	824+82	823+94	823+06	822+18	821+30	820+41	90
91	825+03	824+96	824+09	823+22	822+35	821+47	820+59	819+71	818+83	817+95	817+06	91
92	822+39	821+52	820+65	819+78	818+91	818+03	817+16	816+28	815+40	814+51	813+63	92
93	816+85	817+98	817+11	816+24	815+36	814+49	813+61	812+74	811+86	810+98	810+09	93
94	815+18	814+31	813+45	812+57	811+70	810+83	809+96	809+08	808+20	807+32	806+44	94
95	811+38	810+51	809+65	808+78	807+91	806+03	806+16	805+29	804+41	803+54	802+66	95
96	807+42	806+55	805+69	804+82	803+95	803+08	802+21	801+34	800+47	799+60	798+72	96
97	803+27	802+41	801+54	800+68	799+81	798+94	798+08	797+21	796+34	795+47	794+60	97
98	798+90	798+04	797+17	796+31	795+45	794+58	793+72	792+85	791+99	791+12	790+25	98
99	794+25	793+39	792+53	791+67	790+81	789+95	788+08	787+21	786+36	785+49	785+63	99
100	789+24	788+38	787+53	786+67	785+81	784+95	783+09	782+23	781+37	781+51	780+65	100

	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
0	995,45	995,34	995,02	994,70	994,37	994,03	993,68	993,33	992,96	992,59	992,21
1	994,14	994,03	993,51	992,18	992,05	992,03	992,15	991,79	991,42	991,05	990,68
2	992,48	992,35	992,03	991,70	991,36	991,32	990,68	990,30	989,92	989,54	989,15
3	991,21	990,90	990,59	990,25	989,91	989,36	989,20	988,83	988,45	988,07	987,68
4	989,00	989,48	989,16	988,82	988,48	988,13	987,77	987,40	987,02	986,63	986,23
5	988,41	988,09	987,76	987,42	987,08	986,72	986,38	985,99	985,60	985,22	984,82
6	987,44	986,72	986,39	986,05	985,70	985,34	984,97	984,60	984,22	983,82	983,42
7	985,70	985,37	985,04	984,69	984,34	983,98	983,61	983,23	982,85	982,45	982,05
8	984,18	984,05	983,71	983,36	983,03	982,64	982,26	981,88	981,49	981,09	980,69
9	983,18	982,74	982,46	982,04	981,68	981,31	980,93	980,55	980,15	979,75	979,34
10	981,19	981,15	981,10	980,74	980,37	980,00	979,62	979,22	978,83	978,42	978,01
11	980,53	980,16	979,82	979,48	979,08	979,70	979,31	977,91	977,51	977,10	976,68
12	979,28	978,92	978,56	978,18	977,80	977,41	977,01	976,61	976,20	975,78	975,36
13	978,14	977,67	977,30	976,92	976,53	976,13	975,73	975,32	974,90	974,47	974,04
14	976,43	976,44	976,05	975,66	975,26	974,86	974,45	974,03	973,60	973,17	972,73
15	975,49	975,21	974,81	974,41	974,00	973,59	973,17	972,74	972,38	971,96	971,41
16	974,38	974,39	973,58	973,17	972,75	972,32	971,89	971,45	971,00	970,55	970,09
17	973,17	972,76	972,35	971,92	971,49	971,06	970,61	970,16	969,70	969,24	968,77
18	971,96	971,54	971,11	970,68	970,24	969,79	969,33	968,87	968,40	967,93	967,44
19	970,75	970,32	969,88	969,43	968,98	968,52	968,05	967,57	967,09	966,60	966,11
20	969,56	969,39	968,64	968,18	967,71	967,21	966,76	966,27	965,78	965,28	964,77
21	968,32	967,86	967,39	966,92	966,44	965,95	965,46	964,96	964,45	963,94	963,42
22	967,09	966,52	966,18	965,65	965,15	964,65	964,15	963,63	963,11	962,58	962,05
23	965,45	965,38	964,87	964,37	963,66	963,34	962,82	962,29	961,76	961,22	960,67
24	964,60	964,10	963,59	963,07	962,55	962,12	961,48	960,94	960,48	959,84	959,28
25	963,33	962,61	962,29	961,76	961,22	960,68	960,13	959,57	959,01	958,45	957,87
26	962,14	961,51	960,97	960,43	959,98	959,32	958,76	958,19	957,61	957,03	956,44
27	960,73	960,19	959,64	959,08	958,51	957,94	957,37	956,78	956,19	955,00	955,00
28	959,68	958,64	958,29	957,71	957,13	956,54	955,95	955,36	954,75	954,14	953,53
29	958,15	957,67	956,89	956,31	955,72	955,12	954,51	953,91	953,29	952,67	952,04
30	956,67	956,08	955,49	954,99	954,28	953,67	953,05	952,43	951,80	951,17	950,53
31	955,76	954,66	954,05	953,44	952,82	952,20	951,57	950,93	950,29	949,65	948,99
32	953,12	953,21	952,59	951,96	951,33	950,70	950,05	949,41	948,75	948,10	947,43
33	952,16	951,73	951,10	950,66	950,22	949,17	948,51	947,85	947,19	946,52	945,85
34	950,76	950,22	949,58	948,92	948,27	947,61	946,94	946,27	945,60	944,92	944,24
35	949,33	948,68	948,02	947,36	946,69	946,02	945,35	944,66	943,98	943,29	942,60
36	947,77	947,11	946,44	945,76	945,09	944,40	943,72	943,03	942,33	941,63	940,93
37	946,16	945,59	944,62	944,14	943,45	942,76	942,06	941,38	940,65	939,94	939,23
38	944,55	943,88	943,17	942,48	941,78	941,08	940,37	939,65	938,95	938,23	937,51
39	942,69	942,19	941,49	940,78	940,08	939,37	938,65	937,93	937,21	936,48	935,75
40	941,19	940,48	939,77	939,06	938,34	937,62	936,90	936,17	935,44	934,71	933,97
41	939,46	938,75	938,03	937,30	936,58	935,85	935,12	934,38	933,64	932,90	932,18
42	937,70	936,97	936,29	935,52	934,78	934,05	933,31	932,58	931,82	931,07	930,32
43	935,90	935,17	934,44	933,70	932,96	932,21	931,46	930,71	929,96	929,21	928,45
44	934,28	933,43	932,59	931,85	931,12	930,25	929,59	928,83	928,08	927,31	926,55
45	932,22	931,47	930,72	929,96	929,21	928,45	927,69	926,93	926,18	925,39	924,62
46	930,33	929,57	928,81	928,05	927,29	926,52	925,76	924,99	924,22	923,44	922,67
47	928,40	927,64	926,88	926,11	925,34	924,57	923,80	923,02	922,24	921,46	920,68
48	926,45	925,69	924,91	924,14	923,37	922,59	921,81	921,03	920,25	919,46	918,67
49	924,67	923,70	922,92	922,14	921,36	920,58	919,79	919,01	918,22	917,42	916,62
50	922,47	921,68	920,98	920,12	919,33	918,54	917,75	916,96	916,17	915,37	914,57

L	31	31	32	31	34	35	36	37	38	39	40
51	922+17	921+68	920+92	920+12	919+33	918+54	917+75	916+56	916+17	915+37	914+57
51	920+43	919+64	918+86	918+07	917+27	916+48	915+68	914+89	914+29	913+29	912+48
52	916+37	917+58	916+78	915+99	915+19	914+39	913+59	912+79	911+98	911+18	910+37
53	916+28	915+48	914+68	913+48	913+06	912+26	911+47	910+66	909+85	909+04	908+23
54	914+16	913+36	912+56	911+76	910+95	910+14	909+33	908+52	907+79	906+89	905+07
55	912+13	911+22	910+41	909+48	908+79	907+98	907+16	906+35	905+53	904+71	903+88
56	909+64	908+85	908+24	907+43	906+61	905+79	904+97	904+15	903+33	902+50	901+67
57	907+48	906+68	906+05	905+23	904+41	903+58	902+76	901+93	901+11	900+20	899+44
58	905+47	904+65	903+83	903+40	902+15	901+35	900+53	899+65	898+86	898+03	897+19
59	903+23	902+41	901+59	900+76	899+93	898+16	898+27	897+43	896+60	895+76	894+91
60	890+46	890+15	890+32	890+49	890+66	890+83	890+99	890+15	890+31	890+46	890+62
61	890+70	890+87	890+04	890+20	890+37	890+53	890+69	890+84	890+00	890+15	890+30
62	890+48	890+56	890+73	890+89	890+05	890+21	890+36	890+52	890+67	889+82	887+96
63	890+07	890+24	890+40	890+56	890+71	890+87	890+02	890+17	887+31	886+46	885+60
64	890+72	890+88	890+04	890+20	890+35	890+50	890+65	890+80	890+94	889+08	889+22
65	889+35	888+51	887+67	886+82	885+97	885+12	884+26	883+40	882+54	881+68	880+81
66	886+56	886+11	885+26	884+41	883+56	882+71	881+85	880+99	880+12	879+26	878+39
67	884+54	883+69	882+84	881+09	881+13	880+27	879+41	878+55	877+68	876+81	875+94
68	882+48	881+24	880+39	879+53	878+18	877+41	876+95	876+08	875+22	874+34	873+47
69	879+62	878+77	877+91	877+06	876+20	875+33	874+47	873+60	872+73	871+85	870+98
70	872+13	871+27	870+41	870+55	870+69	870+83	871+96	871+09	870+21	869+34	868+48
71	870+11	870+39	870+03	870+15	870+29	869+42	868+55	867+67	866+80	865+91	871
72	870+06	870+20	870+24	869+47	868+60	867+73	866+86	865+99	865+11	864+23	863+34
73	869+42	868+62	867+76	866+89	866+02	865+15	864+27	863+40	862+52	861+63	860+75
74	868+88	866+01	865+15	864+28	863+41	862+53	861+66	860+78	859+90	859+01	858+13
75	864+75	863+39	862+51	861+64	860+77	859+89	859+01	858+13	857+25	856+36	855+48
76	861+58	860+71	859+65	858+47	857+62	856+34	855+46	854+57	853+69	852+80	851+93
77	859+69	858+02	857+15	856+27	855+40	854+52	853+64	852+75	851+87	850+98	850+09
78	856+17	855+29	854+42	853+54	852+67	851+18	850+90	850+02	849+13	848+24	847+34
79	853+41	852+54	851+66	850+78	849+90	849+02	848+13	847+25	846+36	845+47	844+57
80	850+62	849+75	848+87	847+99	847+11	846+22	845+33	844+45	843+55	842+66	841+76
81	847+50	846+12	846+04	845+14	844+27	843+39	842+50	841+61	840+72	839+82	838+92
82	844+94	844+06	843+18	842+29	841+41	840+52	839+63	838+74	837+84	836+94	836+04
83	842+14	841+16	840+28	839+39	838+50	837+61	836+72	835+82	834+93	834+03	833+12
84	839+16	838+22	837+33	836+45	835+56	834+66	833+77	832+87	831+97	831+07	830+17
85	836+12	835+24	834+35	833+46	832+57	831+67	830+78	829+88	828+98	828+07	827+16
86	831+79	830+21	830+32	830+43	829+53	828+64	827+74	826+84	825+94	825+03	824+12
87	828+01	829+12	828+24	827+34	826+45	825+55	824+65	823+75	822+85	821+94	821+03
88	826+89	825+99	825+10	824+21	823+31	822+41	821+51	820+61	819+70	818+79	817+88
89	823+48	822+79	821+90	820+11	819+21	818+31	817+41	816+50	815+59	814+68	813
90	820+41	819+52	818+63	817+76	816+84	815+95	815+04	814+14	813+23	812+32	811+41
91	817+06	816+18	815+29	814+40	813+50	812+60	811+70	810+80	809+90	808+99	808+08
92	813+13	812+74	811+86	810+97	810+07	809+18	808+28	807+38	806+48	805+57	804+66
93	810+09	809+21	808+32	807+44	806+55	805+66	804+76	803+86	802+96	801+16	801
94	806+44	805+56	804+68	803+80	802+91	801+02	801+13	800+24	799+34	798+45	797+55
95	802+66	801+78	800+90	799+14	798+26	797+37	796+49	795+60	794+71	793+81	792
96	798+72	797+85	796+97	796+10	795+22	794+34	793+46	792+58	791+70	790+82	789+93
97	794+46	793+73	792+66	791+49	791+11	790+24	789+37	788+49	787+62	786+74	785+86
98	790+25	789+39	788+52	787+65	786+78	785+92	784+18	783+31	782+43	781+56	780
99	785+63	784+77	783+93	783+04	782+17	781+30	780+44	779+57	778+70	777+83	776+95
100	780+65	779+76	778+92	778+05	777+18	776+31	775+44	774+57	773+69	772+81	771+93

Aneks III.**FORMULA PO KOJOJ SU IZRAČUNATE VRIJEDNOSTI UNESENE U TABLICU ALKOHOLNIH JAKOSTI MJEŠAVINE ETANOL-VODA**

Gustoća (ρ) u kilogramima po metru kubnom (kg/m^3) mješavine etanol-voda na temperaturi t u $^{\circ}\text{C}$ odredena je formulom koja je niže navedena kao funkcija:

- alkoholne jakosti po težini (p) izražena kao decimalni broj ⁽¹⁾,
- temperature (t) u $^{\circ}\text{C}$ (EIPT 68),
- brojevanih koeficijenata koji su navedeni u tablici.

(1) = npr. za alkoholnu jakost od 12% po težini, $p = 0,12$.

Formula vrijedi za temperature između – 20 $^{\circ}\text{C}$ i + 40 $^{\circ}\text{C}$

$$\rho = A_0 + \sum_{k=2}^{12} A_k p^{k-1} + \sum_{i=1}^6 B_i (t - 20)^i + \sum_{i=1}^6 \sum_{k=1}^m C_{i,k} p^{k(t-20)}$$

gdje je: $n = 5$; $m_1 = 11$; $m_2 = 10$; $m_3 = 9$; $m_4 = 4$; $m_5 = 2$.

Brojevani koeficijenti u formuli:

k	A_k kg/m^3	B_k	$C_{1,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C})$	$C_{2,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C}^2)$	$C_{3,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C}^3)$	$C_{4,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C}^4)$	$C_{5,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C}^5)$
1	$9,982012300 \times 10^2$	$-2,0618513 \times 10^{-1}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C})$	$1,69344346153 \times 10^{-1}$	$1,193013005057 \times 10^{-2}$	$6,8029957335038 \times 10^{-4}$	$4,0753766756220 \times 10^{-6}$	$2,788074354782 \times 10^{-8}$
2	$-1,929769496 \times 10^2$	$-5,2682542 \times 10^{-3}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C}^2)$	$1,04691474345 \times 10^{-1}$	$2,517399633803 \times 10^{-1}$	$1,8768377902896 \times 10^{-2}$	$8,7630585734711 \times 10^{-4}$	$1,34561288349 \times 10^{-5}$
3	$3,891238958 \times 10^2$	$3,6130013 \times 10^{-5}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C}^3)$	$7,19635346954 \times 10^{-1}$	$2,170575700536 \times 10^{-3}$	$2,0025618137341 \times 10^{-1}$	$6,5150313600993 \times 10^{-6}$	
4	$-1,668103923 \times 10^3$	$-3,8957702 \times 10^{-7}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C}^4)$	$7,04747805427 \times 10^{-1}$	$1,353034988843 \times 10^{-1}$	$1,0229929667192 \times 10^{-20}$	$1,5157848369872 \times 10^{-6}$	
5	$1,352215441 \times 10^4$	$7,1693540 \times 10^{-9}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C}^5)$	$3,92409043003 \times 10^{-2}$	$5,029988758547 \times 10^{-1}$	$2,8956964839036 \times 10^{-38}$		
6	$-8,829278388 \times 10^4$	$-9,9739231 \times 10^{-11}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times {}^{\circ}\text{C}^6)$	$1,21016465906 \times 10^{-4}$	$1,096355666577 \times 10^{-2}$	$4,8100605843006 \times 10^{-75}$		
7	$3,062874042 \times 10^5$		$2,24864655040 \times 10^{-4}$	$1,422753946421 \times 10^{-2}$	$4,6721474407946 \times 10^{-83}$		
8	$-6,138381234 \times 10^5$		$2,60556298218 \times 10^{-4}$	$1,08043594285 \times 10^{-2}$	$2,4580431059034 \times 10^{-61}$		

9	$7,470172998 \times 10^5$		$1,85237392206 \times 10^4$	$4,414153236817 \times 10^1$	$5,4112276214368 \times 10^{-1}$		
10	$-5,478461354 \times 10^5$		$7,42020143343 \times 10^3$	$7,442971530188 \times 10^1$			
11	$2,234460334 \times 10^5$		$1,28561784199 \times 10^3$				
12	$-3,903285426 \times 10^4$						

(1) = npr. za alkoholnu jakost od 12% po težini, p = 0,12.

Aneks IV.

Tablica I.:

Faktor F, s kojim se množi masa vode u piknometru od Pyrex stakla pri $t = 20^{\circ}\text{C}$ za izračun volumena piknometra pri 20°C

$t^{\circ}\text{C}$	F												
10,0	1,000398	13,0	1,000691	16,0	1,001097	19,0	1,001608	22,0	1,002215	25,0	1,002916	28,0	1,003704
,1	1,000408	,1	1,000703	,1	1,001113	,1	1,001627	,4	1,002238	,1	1,002941	,1	1,003731
,2	1,000414	,2	1,000714	,2	1,001128	,2	1,001646	,2	1,002260	,2	1,002966	,2	1,003759
,3	1,000422	,3	1,000726	,3	1,001144	,3	1,001665	,3	1,002282	,3	1,002990	,3	1,003787
,4	1,000430	,4	1,000738	,4	1,001159	,4	1,001684	,4	1,002304	,4	1,003015	,4	1,003815
10,5	1,000439	13,5	1,000752	16,5	1,001175	19,5	1,001703	22,5	1,002326	25,5	1,003041	28,5	1,003843
,6	1,000447	,6	1,000764	,6	1,001181	,6	1,001722	,6	1,002346	,6	1,003066	,6	1,003871
,7	1,000456	,7	1,000777	,7	1,001207	,7	1,001741	,7	1,002372	,7	1,003082	,7	1,003890
,8	1,000465	,8	1,000789	,8	1,001223	,8	1,001761	,8	1,002394	,8	1,003117	,8	1,003926
,9	1,000474	,9	1,000803	,9	1,001239	,9	1,001780	,9	1,002417	,9	1,003143	,9	1,003956
11,0	1,000483	14,0	1,000816	17,0	1,001257	20,0	1,001800	23,0	1,002439	26,0	1,003168	29,0	1,003984
,1	1,000492	,1	1,000829	,1	1,001273	,1	1,001819	,1	1,002462	,1	1,003194	,1	1,004013
,2	1,000501	,2	1,000842	,2	1,001289	,2	1,001839	,2	1,002485	,2	1,003222	,2	1,004042
,3	1,000511	,3	1,000855	,3	1,001306	,3	1,001859	,3	1,002508	,3	1,003247	,3	1,004071
,4	1,000520	,4	1,000868	,4	1,001323	,4	1,001880	,4	1,002531	,4	1,003273	,4	1,004099
11,5	1,000530	14,5	1,000882	17,5	1,001340	20,5	1,001900	23,5	1,002555	26,5	1,003299	29,5	1,004126
,6	1,000540	,6	1,000895	,6	1,001357	,6	1,001920	,6	1,002578	,6	1,003326	,6	1,004155
,7	1,000550	,7	1,000909	,7	1,001374	,7	1,001941	,7	1,002602	,7	1,003352	,7	1,004187
,8	1,000560	,8	1,000923	,8	1,001391	,8	1,001961	,8	1,002625	,8	1,003379	,8	1,004218
,9	1,000570	,9	1,000937	,9	1,001409	,9	1,001982	,9	1,002649	,9	1,003405	,9	1,004245
12,0	1,000580	15,0	1,000951	18,0	1,001427	21,0	1,002002	24,0	1,002672	27,0	1,003432	30,0	1,004275
,1	1,000591	,1	1,000965	,1	1,001445	,1	1,002023	,1	1,002696	,1	1,003458		
,2	1,000601	,2	1,000979	,2	1,001462	,2	1,002044	,2	1,002720	,2	1,003485		
,3	1,000612	,3	1,000993	,3	1,001480	,3	1,002065	,3	1,002745	,3	1,003513		
,4	1,000623	,4	1,001008	,4	1,001498	,4	1,002086	,4	1,002769	,4	1,003540		
12,5	1,000634	15,5	1,001022	18,5	1,001516	21,5	1,002107	24,5	1,002793	27,5	1,003567		
,6	1,000645	,6	1,001037	,6	1,001534	,6	1,002129	,6	1,002817	,6	1,003594		
,7	1,000656	,7	1,001052	,7	1,001552	,7	1,002151	,7	1,002842	,7	1,003621		
,8	1,000668	,8	1,001067	,8	1,001570	,8	1,002172	,8	1,002865	,8	1,003649		
,9	1,000679	,9	1,001082	,9	1,001589	,9	1,002194	,9	1,002891	,9	1,003676		

ANEKS V
MEDUNARODNA TABELA ZA ALKOHOLNE JAKOSTI PRI 20^o
Tabela gustoča mješavine etanol-voda (Pyrex piknometar).

Gustota pri 1^oC korigirana za održavanje u zraku

T ^o	Alkoholna jakost u % vol										
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0 999,64	1,50	996,14	1,44	996,70	1,40	995,30	1,35	993,95	1,30	992,65	1,24
1 999,71	-0,07	-0,06	-0,05	-0,05	-0,05	-0,05	-0,05	-0,05	-0,05	-0,05	-0,05
2 999,76	1,51	998,20	1,44	996,76	1,40	995,36	1,35	994,01	1,30	992,71	1,24
3 999,79	-0,05	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04
4 999,81	1,51	998,28	1,45	996,83	1,41	995,42	1,35	994,07	1,30	992,77	1,25
5 999,81	-0,02	-0,02	-0,01	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02	-0,02
6 999,80	1,51	998,30	1,46	996,84	1,40	995,44	1,36	994,08	1,30	992,78	1,26
7 999,77	1,51	998,26	1,46	996,80	1,41	995,39	1,37	994,02	1,32	992,70	1,27
8 999,72	1,50	998,22	1,46	996,76	1,42	995,34	1,37	993,97	1,32	992,65	1,27
9 999,67	1,51	998,16	1,46	996,70	1,42	995,28	1,37	993,91	1,32	992,58	1,26
10 999,60	1,51	998,09	1,46	996,63	1,42	995,21	1,37	993,64	1,33	992,51	1,28
11 999,51	1,51	998,02	1,46	996,54	1,41	995,13	1,38	993,75	1,33	992,42	1,29
12 999,41	1,50	997,91	1,46	996,45	1,42	995,03	1,38	993,65	1,34	992,31	1,29
13 999,30	1,50	997,86	1,46	996,34	1,42	994,92	1,38	993,64	1,34	992,20	1,20
14 999,15	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12
15 899,05	1,51	997,54	1,46	996,06	1,42	994,65	1,38	993,26	1,35	991,93	1,30
16 998,90	1,50	997,40	1,46	995,94	1,43	994,51	1,39	992,13	1,35	990,47	1,27
17 998,74	1,50	997,24	1,46	995,78	1,43	994,35	1,38	992,97	1,38	991,61	1,31
18 998,57	1,50	997,07	1,46	995,61	1,42	994,19	1,39	992,60	1,36	991,44	1,32
19 998,39	1,50	996,89	1,46	995,43	1,43	994,00	1,39	992,61	1,36	991,25	1,32
20 898,20	1,50	996,70	1,46	995,24	1,43	993,81	1,39	992,42	1,35	991,03	1,33

		Alkoholna jakos u % vol.																						
#		10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21											
0	985,93	1,00	985,93	0,95	984,98	0,92	984,06	0,88	983,18	0,84	982,34	0,80	981,54	0,78	980,76	0,75	980,01	0,73	979,26	0,72	978,56	0,70	977,86	0,70
-0,02	-0,01	-0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,03	0,04	0,07	0,08	0,10	0,12	0,14	0,16	0,18	0,19	0,20	0,21	0,22	0,23	0,24	0,25		
1	988,95	1,01	985,94	0,97	984,97	0,92	984,05	0,80	983,15	0,85	982,30	0,83	981,47	0,79	980,69	0,77	979,91	0,75	979,18	0,74	978,42	0,73	977,69	0,72
-0,01	0,00	0,01	0,07	0,07	0,07	0,07	0,04	0,07	0,08	0,10	0,12	0,14	0,16	0,18	0,19	0,20	0,21	0,22	0,23	0,24	0,25	0,26		
2	985,95	1,02	985,94	0,98	984,96	0,94	984,02	0,91	983,11	0,88	982,23	0,84	981,39	0,81	980,58	0,79	979,75	0,77	979,02	0,76	978,26	0,75	977,51	0,74
0,01	0,02	0,02	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06	0,07	0,09	0,11	0,13	0,15	0,17	0,19	0,20	0,21	0,22	0,23	0,24	0,25	0,26	0,27		
3	986,95	1,03	985,92	1,00	984,92	0,95	983,97	0,92	983,05	0,89	982,16	0,85	981,30	0,83	980,47	0,81	979,68	0,79	978,87	0,78	978,09	0,77	977,32	0,77
0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06	0,07	0,09	0,10	0,12	0,14	0,16	0,18	0,20	0,22	0,24	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34		
4	986,92	1,04	985,86	1,00	984,83	0,97	983,91	0,93	982,98	0,91	982,07	0,87	981,20	0,85	980,35	0,83	979,52	0,81	978,71	0,80	977,91	0,79	977,12	0,79
0,04	0,05	0,05	0,05	0,05	0,06	0,06	0,07	0,09	0,10	0,12	0,14	0,15	0,17	0,19	0,22	0,24	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36		
5	986,88	1,05	985,83	1,01	984,82	0,98	983,84	0,95	982,89	0,92	981,97	0,89	981,08	0,87	980,21	0,84	979,37	0,83	978,54	0,87	977,72	0,82	976,90	0,80
0,05	0,06	0,06	0,06	0,08	0,08	0,08	0,09	0,10	0,12	0,13	0,14	0,17	0,19	0,21	0,22	0,24	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36		
6	986,83	1,06	985,77	1,03	984,74	0,99	983,75	0,95	982,79	0,94	981,85	0,90	980,95	0,88	980,07	0,87	979,20	0,85	978,35	0,84	977,51	0,83	976,68	0,83
0,08	0,08	0,08	0,09	0,10	0,12	0,13	0,13	0,14	0,15	0,15	0,16	0,18	0,19	0,21	0,23	0,25	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36		
7	986,75	1,07	985,66	1,03	984,65	1,00	983,65	0,98	982,67	0,95	981,72	0,92	980,80	0,89	979,91	0,89	978,02	0,86	977,30	0,85	976,45	0,85	975,60	0,85
0,05	0,06	0,06	0,06	0,07	0,08	0,11	0,13	0,13	0,14	0,15	0,16	0,18	0,19	0,21	0,23	0,25	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36		
8	986,57	1,06	985,59	1,05	984,54	1,02	983,52	0,98	982,54	0,96	981,56	0,93	980,65	0,92	979,73	0,90	978,83	0,88	977,97	0,87	976,20	0,87	975,30	0,87
0,10	0,11	0,11	0,11	0,12	0,12	0,12	0,14	0,14	0,16	0,16	0,18	0,19	0,21	0,22	0,24	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38		
9	986,57	1,09	985,48	1,06	984,42	1,02	983,40	1,00	982,40	0,98	981,42	0,95	980,47	0,93	979,54	0,92	978,62	0,89	977,73	0,90	976,83	0,89	975,94	0,89
0,11	0,12	0,12	0,12	0,12	0,14	0,14	0,16	0,17	0,18	0,20	0,20	0,20	0,20	0,23	0,24	0,26	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38		
10	986,46	1,10	985,36	1,06	984,30	1,04	983,26	1,02	982,24	0,99	981,25	0,96	980,29	0,95	979,34	0,92	978,42	0,92	977,50	0,91	976,59	0,91	975,66	0,91
0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,16	0,16	0,16	0,18	0,19	0,19	0,20	0,20	0,23	0,24	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38		
11	986,34	1,11	985,23	1,07	984,16	1,05	983,10	1,02	982,08	1,00	981,06	0,98	980,10	0,96	979,14	0,95	978,18	0,94	977,25	0,93	976,32	0,93	975,39	0,92
0,13	0,14	0,14	0,16	0,16	0,16	0,18	0,18	0,19	0,21	0,21	0,22	0,24	0,24	0,25	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38		
12	986,21	1,12	985,09	1,09	984,00	1,06	982,94	1,04	981,90	1,01	980,89	1,00	979,89	0,97	978,92	0,97	977,95	0,95	977,00	0,95	976,05	0,94	975,11	0,95
0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,18	0,18	0,18	0,20	0,20	0,21	0,23	0,24	0,24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38		
13	986,06	1,13	984,83	1,09	983,84	1,08	982,76	1,05	981,71	1,02	980,69	1,01	979,69	0,99	978,69	0,98	977,71	0,97	976,74	0,97	975,77	0,96	974,81	0,96
0,16	0,16	0,16	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,20	0,20	0,22	0,23	0,24	0,24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38		
14	985,90	1,13	984,77	1,11	983,86	1,08	982,56	1,07	981,51	1,04	980,47	1,02	979,45	1,00	978,45	0,99	977,45	0,98	976,47	0,98	975,49	0,98	975,51	0,98
0,17	0,18	0,18	0,19	0,19	0,19	0,20	0,20	0,21	0,22	0,22	0,24	0,24	0,25	0,26	0,28	0,29	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38	0,40		
15	985,73	1,14	984,56	1,12	983,47	1,09	982,38	1,08	981,30	1,05	980,25	1,04	979,21	1,01	978,20	1,01	977,19	1,00	976,19	1,00	975,19	1,00	974,19	1,00
0,18	0,19	0,19	0,20	0,20	0,20	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38		
16	985,55	1,15	984,40	1,13	983,27	1,11	982,16	1,08	981,08	1,07	980,01	1,04	978,97	1,04	977,93	1,02	976,91	1,02	975,89	1,01	974,88	1,01	973,87	1,02
0,19	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,24	0,25	0,25	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,32	0,34	0,36	0,38	0,40		
17	985,36	1,16	984,20	1,14	983,03	1,12	981,94	1,09	980,85	1,08	979,77	1,06	978,71	1,05	977,66	1,04	976,62	1,03	975,59	1,03	974,56	1,02	973,54	1,04
0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,25	0,25	0,26	0,27	0,27	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,33	0,34	0,35	0,36	0,38		
18	985,15	1,17	983,96	1,14	982,84	1,13	981,71	1,11	980,60	1,09	979,51	1,07	978,44	1,06	977,38	1,05	976,33	1,05	975,28	1,04	974,24	1,05	973,19	1,05
0,21	0,22	0,22	0,24	0,24	0,24	0,25	0,25	0,26	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,31	0,32	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,39		
19	984,94	1,18	983,76	1,16	982,60	1,13	981,47	1,12	980,35	1,10	979,25	1,09	978,18	1,07	977,09	1,07	976,02	1,06	975,90	1,06	974,84	1,06	973,76	1,06
0,23	0,24	0,24	0,26	0,26	0,27	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,32	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,39	0,40		
20	984,71	1,19	983,52	1,16	982,36	1,15	981,21	1,13	980,08	1,11	978,97	1,10	977,87	1,08	976,79	1,08	975,71	1,06	974,63	1,07	973,56	1,06	972,48	1,06

		Alkoholna jakost % vol.																				
i ^o	20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,14	966,98	1,15	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	
20	0,36	0,37	0,37	0,38	0,39	0,40	0,42	0,44	0,45	0,45	0,46	0,46	0,46	0,46	0,46	0,46	0,46	0,46	0,46	0,46	0,46	
21	972,20	1,08	972,11	1,08	971,02	1,11	969,91	1,12	968,79	1,13	967,66	1,15	966,51	1,16	965,39	1,20	964,15	1,21	962,94	1,25	961,68	1,29
22	0,36	0,37	0,37	0,40	0,41	0,42	0,44	0,45	0,46	0,46	0,47	0,47	0,47	0,47	0,47	0,48	0,48	0,49	0,49	0,49	0,49	
23	972,84	1,10	971,74	1,12	970,62	1,12	969,50	1,13	968,37	1,15	967,22	1,16	966,06	1,19	964,91	1,21	963,66	1,23	962,43	1,26	961,17	1,29
24	0,37	0,39	0,40	0,42	0,43	0,43	0,45	0,45	0,46	0,46	0,47	0,47	0,47	0,47	0,47	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,51	
25	972,47	1,12	971,35	1,13	970,22	1,14	969,08	1,14	967,94	1,17	966,77	1,18	965,59	1,20	964,39	1,22	963,17	1,25	961,92	1,28	960,64	1,33
26	0,38	0,40	0,41	0,42	0,42	0,43	0,44	0,45	0,45	0,46	0,47	0,47	0,47	0,47	0,48	0,48	0,49	0,49	0,51	0,52	0,52	
27	972,09	1,14	970,95	1,14	969,81	1,15	968,66	1,16	967,50	1,16	966,32	1,20	965,12	1,22	963,90	1,24	962,66	1,25	961,40	1,30	960,10	1,35
28	0,39	0,40	0,41	0,42	0,42	0,43	0,43	0,44	0,45	0,45	0,46	0,46	0,46	0,46	0,47	0,47	0,48	0,49	0,51	0,53	0,54	
29	971,70	1,15	970,55	1,16	969,39	1,16	968,23	1,16	967,05	1,20	965,85	1,21	964,64	1,23	963,41	1,26	962,15	1,28	960,87	1,31	959,56	1,37
30	0,40	0,41	0,41	0,42	0,42	0,43	0,44	0,44	0,45	0,45	0,46	0,47	0,47	0,48	0,48	0,49	0,49	0,50	0,51	0,53	0,54	
31	971,30	1,16	970,14	1,17	968,97	1,18	967,79	1,20	966,59	1,21	965,38	1,23	964,15	1,24	962,91	1,27	961,64	1,30	960,34	1,32	959,02	1,38
32	0,40	0,42	0,42	0,43	0,43	0,44	0,45	0,45	0,46	0,46	0,47	0,47	0,47	0,47	0,48	0,48	0,49	0,49	0,50	0,51	0,51	
33	970,90	1,18	969,72	1,18	968,54	1,20	967,34	1,21	966,12	1,23	964,90	1,24	963,68	1,26	962,40	1,29	961,11	1,31	959,80	1,34	958,46	1,40
34	0,41	0,43	0,43	0,45	0,45	0,46	0,47	0,47	0,48	0,48	0,49	0,49	0,49	0,50	0,50	0,51	0,51	0,52	0,52	0,53	0,53	
35	967,38	1,29	966,09	1,30	964,79	1,31	963,48	1,32	962,16	1,34	960,82	1,36	959,48	1,38	958,08	1,40	956,68	1,42	955,26	1,45	953,81	1,49

36	966,61	0,47	965,61	0,48	964,29	1,32	962,97	1,34	961,63	1,35	960,28	1,37	958,91	1,40	957,51	1,41	956,10	1,44	954,69	1,46	953,20	1,4	951,71	1,51
37	966,43	0,49	965,12	0,49	963,75	1,34	962,45	1,35	961,10	1,37	959,73	1,38	958,35	1,41	956,94	1,43	955,51	1,45	954,06	1,47	952,59	1,49	951,09	1,53
38	966,49	0,50	965,12	0,50	963,75	1,34	962,45	1,35	961,10	1,37	959,73	1,38	958,35	1,41	956,94	1,43	955,51	1,45	954,06	1,47	952,59	1,49	951,09	1,53
39	965,94	1,32	964,62	1,34	963,28	1,35	961,93	1,37	960,56	1,38	959,16	1,40	957,78	1,42	956,38	1,44	954,92	1,46	953,48	1,49	951,97	1,50	950,45	1,54
40	964,95	1,35	963,61	1,37	962,24	1,38	960,86	1,39	959,47	1,41	958,06	1,43	956,63	1,44	955,19	1,47	953,72	1,49	952,23	1,51	950,72	1,52	949,18	1,57