

## BROJ UZORAKA KOJI SE UZIMAJU ZA FIZIČKO-HEMIJSKU ANALIZU

Jaka alkoholna pića	Količina od koje se uzima uzorak	Broj uzoraka
Uzimanje uzoraka u originalnom pakovanju		
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

## METODE ZA FIZIČKO-HEMIJSKU ANALIZU JAKIH ALKOHOLNIH PIĆA

## I. ODREĐIVANJE ALKOHOLNE JAČINE U JAKIM ALKOHOLNIM PIĆIMA

## Uvod

Referentna metoda uključuje dva dodatka:

Dodatak I: Priprema destilata

Dodatak II: Mjerenje gustine destilata

## 1. Područje primjene

Ova metoda je pogodna za određivanje stvarne alkoholne jačine u jakim alkoholnim pićima.

## 2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za upotrebu u analitičkim laboratorijima – Zahtjevi i test metode.

## 3. Izrazi i definicije

## 3.1. Referentna temperatura:

Referentna temperatura za određivanje alkoholne jačine, gustine i relativne gustine alkoholnih pića je 20°C.

Napomena 1.: Izraz »na t °C« je namijenjen za sva određivanja (gustine ili alkoholne jačine) izražen na temperaturi različitoj od referentne temperature od 20°C.

## 3.2. Gustina:

Gustina je masa po jedinici zapremine jakih alkoholnih pića na 20°C u vakuumu. Izražava se u kilogramima po kubnom metru i njen simbol je

$\rho_{20^\circ\text{C}}$  ili  $\rho_{20}$ .

## 3.3. Relativna gustina:

Relativna gustina je odnos, izražen kao decimalni broj, gustine jakih alkoholnih pića na 20°C i gustine vode na istoj temperaturi. Označava se simbolom  $d_{20^\circ\text{C}/20^\circ\text{C}}$  ili  $d_{20/20}$ , ili jednostavno  $d$  kada ne postoji mogućnost zabune. Karakteristika koja je mjerena mora biti navedena na sertifikatu samo uz korišćenje gore navedenih simbola.

Napomena 2.: Moguće je dobiti relativnu gustinu iz gustine  $\rho_{20}$  na 20°C:

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

gdje je 998,203 gustina vode na 20°C.

## 3.4. Stvarna alkoholna jačina:

Stvarna alkoholna jačina u alkoholnim pićima je jednaka broju litara etil alkohola sadržanog u 100 l mješavine voda-alkohol koja ima istu gustinu kao i alkohol ili alkoholno piće nakon destilacije. Referentne vrijednosti za alkoholnu jačina (% vol) na 20°C u odnosu na gustinu na 20°C za različite mješavine voda-alkohol, koje se moraju koristiti, su one date u Prilogu 2.

Opštajednačina koja se odnosi na alkoholnu jačinu i gustinu mješavine voda-alkohol na datoj temperaturi je data u Prilogu 3.

Napomena 3.: Za likere i emulzione likere kod kojih je vrlo teško izmjeriti tačnu zapreminu uzorak se mora prvo izvagati i alkoholna jačina se prvo računa po masi.

Jednačina za konverziju:

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

gdje je AJM = alkoholna jačina po masi

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

## 4. Princip

Nakon destilacije, alkoholna jačina u destilatu određuje se piknometrijom, elektronskom denzimetrijom ili denzimetrijom uz korišćenje hidrostatske vage.

## DODATAK I: PRIPREMA DESTILATA

## 1. Područje primjene

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

## 2. Princip

Alkoholna pića se destiluju zbog odvajanja etil alkohola i drugih isparljivih jedinjenja iz ekstrakta (materija koje se ne destiluju).

## 3. Reagensi

- 3.1. Kuglice za ravnomjerno ključanje
- 3.2. Koncentrovana emulzija protiv pjenušanja (za emulzije likere)

## 4. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

- 4.1. Vodeno kupatilo koje može održavati temperaturu između 10 i 15°C.  
Vodeno kupatilo koje može održavati temperaturu na 20°C ( $\pm 0,2^\circ\text{C}$ ).
- 4.2. Odmjerne tikvice klase A, od 100 ml i 200 ml, koje su etalonirane na 0,1 % odnosno na 0,15 %.
- 4.3. Aparatura za destilaciju:

### 4.3.1. Opšti zahtjevi

Aparatura za destilaciju mora zadovoljavati sljedeće zahtjeve:

– broj spojeva ne smije biti veći od strogo određenog minimuma koji je potreban da se osigura nepropusnost sistema,  
– ima uređaj namijenjen sprječavanju burnog vrenja (gubitak vrele tečnosti isparavanjem) i regulisanju brzine destilacije para bogatih alkoholom,

- omogućava brzu i potpunu kondenzaciju alkoholnih para,
- omogućava skupljanje prvih frakcija destilacije u vodenom mediju.

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

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

- tikvica sa okruglim dnom od 1 l i šlifom,
- rektifikaciona kolona visine najmanje 20 cm (npr. Vigreux kolona),
- koljenasti konektor sa približno 10 cm dugim hladnjakom sa ravnom ivicom (hladnjak tipa West) koji je postavljen vertikalno,
- spiralna cijev za hlađenje duga 40 cm,
- ispusna cijev kojom se destilat dovodi do dna prihvatne graduisane tikvice u kojoj se nalazi mala količina vode.

Napomena: Gore opisana aparatura je namijenjena za uzorak od najmanje 200 ml. Međutim, manja količina uzorka (100 ml) se može destilisati uz upotrebu manje tikvice za destilaciju, pod uslovom da se koristi stakleni balon za destilaciju ili neki drugi uređaj koji sprečava prelazak smjese tečnosti i pare u hladnjak.

## 5. Skladištenje uzoraka za ispitivanje

Uzorci se skladište na sobnoj temperaturi prije analize.

## 6. Postupak

Uvodna napomena:

Destilacija se takođe može sprovesti 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 rastvora 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 jačina manja od 50 % vol.

Odmjeri se 200 ml alkoholnog pića u odmjernu tikvicu.

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

Uzorak se prenese u tikvicu sa okruglim dnom aparature za destilaciju, a odmerna tikvica se ispere sa tri alikvota od kojih svaki sadrži približno 20 ml destilovane vode. Svaki alikvot vode za ispiranje doda se sadržaju tikvice za destilaciju.

Napomena: Razblaženje od 60 ml je dovoljno za alkoholna pića koja sadrže manje od 250 g suvog ekstrakta po litru. U protivnom, da bi se spriječila piroliza, zapremina vode za ispiranje mora biti najmanje 70 ml ako je koncentracija suvog ekstrakta 300 g/l, 85 ml za 400 g/l suvog ekstrakta i 100 ml za 500 g/l suvog ekstrakta (neki voćni i emulzijski likeri). Ovezapremine se podese proporcionalno različitim zapreminama uzorka.

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

Ulije se 20 ml destilovane vode u originalnu odmjernu tikvicu koja će se koristiti za prihvatanje destilata. Ta tikvica se zatim mora staviti u hladno vodeno kupatilo (4.1) (10 do 15°C za alkoholna pića saukusom anisa).

Destilacija se vrši izbjegavajući burno vrenje i karbonizaciju, povremeno miješajući sadržaj tikvice, sve dok nivo destilata ne bude nekoliko milimetara ispod kalibracione oznake odmjerne tikvice.

Kada temperatura ovog destilata padne za približno 0,5°C početne temperature tečnosti, dopuni se do oznake destilovanom vodom i dobro promiješa.

Takav destilat se koristi za određivanje alkoholne jačine (Dodatak II).

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

Odmjeri se 100 ml alkoholnog pića u odmjernu tikvicu od 100 ml i izlije u tikvicu sa okruglim dnom aparature za destilaciju.

Odmerna tikvica se ispere nekoliko puta destilovanom vodom i taj sadržaj se dodaje sadržaju tikvice za destilaciju sa okruglim dnom. Mora se koristiti dovoljno vode da sadržaj tikvice dostigne približno 230 ml.

Ulije se 20 ml destilovane vode u odmjernu tikvicu od 200 ml koja će se koristiti za prihvatanje destilata. Ta tikvica se zatim mora staviti u hladno vodeno kupatilo (4.1) (10 do 15°C za alkoholna pića saukusom anisa).

Destilacija se vrši, uz povremeno miješanje sadržaja, sve dok nivo destilata ne bude nekoliko milimetara ispod kalibracione oznake odmjerne tikvice od 200 ml.

Kada temperatura ovog destilata padne za približno 0,5°C početne temperature tečnosti, dopuni se do oznake destilovanom vodom i dobro promiješa.

Takav destilat se koristi za određivanje alkoholne jačine (Dodatak II).

Napomena: Alkoholna jačina alkoholnih pića je dva puta jača od alkoholne jačine destilata.

## DODATAK II.

### MJERENJE GUSTINE DESTILATA

#### METODA A: ODREĐIVANJE STVARNE ALKOHOLNE JAČINE U ALKOHOLNIM PIĆIMA – MJERENJE PIKNOMETROM

##### A.1. Princip

Alkoholna jačina se dobija iz gustine destilata izmjerene piknometrijom.

##### A.2. Reagensi

Tokom analize, osim ako nije drugačije određeno, koriste se samo reagensi potvrđenog analitičkog kvaliteta i voda čiji stepenkvalitet je najmanje 3 u skladu sa definicijom iz standarda ISO 3696:1987.

##### A.2.1. Rastvor natrijumhlorida (2 % m/V)

Za pripremu 1 litra odvaga se 20 g natrijumhlorida i rastvori u 1 litru vode.

##### A.3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

A.3.1. Analitička vaga sa preciznošću čitanja od 0,1 mg.

A.3.2. Termometar sa šlifom, kalibrisan na desetine stepena od 10 do 30°C. Ovaj termometar se mora etalonirati ili provjeriti u odnosu na etalonirani termometar.

A.3.3. Piknometar od Pyrex stakla, čiji kapacitet je približno 100 ml, opremljen sa odvojivim brušenim termometrom (A.3.2.). Piknometar ima bočnu cijev dužine 25 mm i unutrašnjeg prečnika 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.

A.3.4. Tara posuda iste zapremine (do 1 ml) kao i piknometar i sa masom jednakom masi piknometra napunjenog tečnošću gustine 1,01 (rastvor natrijumhlorida A.2.1.).

A.3.5. Toplotnoizolovana posuda koja tačno pristaje uz tijelo piknometra.

Napomena 1.: Metoda za određivanje gustine alkoholnih pića u vakuumu zahtijeva upotrebu vage sadva tasa, piknometra i tara posude iste zapremine kako bi se poništio uticaj pritiskavazduha u bilo kojem trenutku. Ova jednostavna tehnika može se primijeniti upotrebom vage sajednim tasom, pod uslovom da se tara posuda izvaga ponovo kako bi se pratile promjene pritiskavazduhatokom vremena.

##### A.4. Postupak

Uvodne napomene:

Sljedeći postupak opisan za upotrebu piknometra za određivanje alkoholne jačine daje najveću tačnost. Međutim, takođe je moguće koristiti manji piknometar, na primjer od 50 ml.

##### A.4.1. Kalibrisanje piknometra

Piknometar se baždari određivanjem sljedećih parametara:

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

##### A.4.1.1. Kalibrisanje upotrebom vage sajednim tasom:

Odredi se:

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

##### A.4.1.1.1. Izvaga se čisti, suvi piknometar (P).

##### A.4.1.1.2. Piknometar se pažljivo napuni destilovanom vodom na sobnoj temperaturi i namjesti se termometar.

Piknometar se pažljivo obriše i stavi u toplotnoizolovanu posudu. Miješa se okretanjem posude dok očitavanje temperature na termometru ne bude konstantno.

Poravna se nivo vode na vrhu bočne cjevčice. Pažljivo se očita temperatura t°C i ako je potrebno koriguje obzirom na tačnost skale termometra.

Izvaga se piknometar napunjen vodom (P1).

##### A.4.1.1.3. Izvaga se tara posuda (T0).

##### A.4.1.1.4. Izračunavanje

– Tara praznog piknometra = P – m

gdje je m masa vazduha u piknometru.

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

Napomena 2.: 0,0012 je gustinasuvogvazduha na 20°C pri pritisku od 760 mmHg

– Zapremina piknometra na 20°C:

$$V_{20^{\circ}\text{C}} = [P1 - (P - m)] \times F_T1$$

V<sub>20°C</sub> se mora odrediti satačnošću 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 gustina vode na 20°C.

##### A.4.1.2. Metoda za umjeravanje uz upotrebu vage sadva tasa:

A.4.1.2.1. Tara posuda se stavi na lijevi tas, a čisti, suvi piknometar sa prihvatnim čepom na desni tas. Balansiraju se stavljanjem utega na stranu piknometra: p grami.

A.4.1.2.2. Piknometar se pažljivo napuni destilovanom vodom na sobnoj temperaturi i namjesti termometar; piknometar se pažljivo obriše i stavi u toplotnoizolovanu posudu; miješa se okretanjem posude dok očitavanje temperature na termometru ne bude konstantno.

Poravna se nivo vode na vrhu bočne cjevčice. Očisti se bočna cijev, namjesti prihvatni čep; pažljivo se očita temperatura  $t^{\circ}\text{C}$  i ako je potrebno koriguje se s obzirom na tačnost skale termometra.

Izvaga se piknometar napunjen s vodom, s  $p'$  težinom u gramima koja uspostavlja ravnotežu.

A.4.1.2.3. Izračunavanje

– Tara praznog piknometra =  $p + m$

gdje je  $m$  masa vazduha u piknometru.

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

– Zapremina piknometra na  $20^{\circ}\text{C}$ :

$$V_{20^{\circ}\text{C}} = (p + m - p') \times F_{v1}$$

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

– Masa vode u piknometru na  $20^{\circ}\text{C}$ :

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

gdje je 0,998203 gustina vode na  $20^{\circ}\text{C}$ .

#### A.4.2. Određivanje alkoholne jačine test uzorka

##### A.4.2.1. Upotreba vage sajednim tasom

A.4.2.1.1. Izvaga se tara posuda, masa  $T1$ .

A.4.2.1.2. Izvaga se piknometar sa pripremljenim destilatam (vidi Dodatak I),  $P2$  je njegova težina na  $t^{\circ}\text{C}$ .

A.4.2.1.3. Izračunavanje

$$- dT = T1 - T0$$

– Masa praznog piknometra u trenutku mjerenja =  $P - m + dT$

– Masa tečnosti u piknometru na  $t^{\circ}\text{C}$

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

– Gustina na  $t^{\circ}\text{C}$  u g/ml

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

– Gustina na  $t^{\circ}\text{C}$  se izražava u kilogramima po  $\text{m}^3$  množenjem  $\rho_{t^{\circ}\text{C}}$  sa 1000, vrijednost koja je poznata kao  $\rho_t$ .

–  $\rho_t$  se koriguje na  $20^{\circ}\text{C}$ . korišćenjem tabele gustinap<sub>t</sub> za mješavinu voda-alkohol (Prilog 3). U vodoravnoj koloni te tabele koja odgovara temperaturi T u cijelim stepenima neposredno ispod  $t^{\circ}\text{C}$ , pronađe se najmanja gustina koja je veća od  $\rho_t$ . Tabela razliku ispod ove gustine upotrijebimo za izračunavanje gustine  $\rho_t$  alkoholnih pića pri temperaturi T u cijelim stepenima.

– Korišćenjem cijele temperaturne linije, izračunava se razlika između gustine  $p'$  iz tabele odmah iznad  $\rho_t$  i izračunavanje gustine  $t$ . Ta se razlika podjeli sa tabelarnom razlikom koja se nalazi desno od gustine  $p'$ . Količnik je decimalni odnos alkoholne jačine, dok se cijeli broj alkoholne jačine nalazi na vrhu kolone u kojem se nalazi gustinap' ( $Dt$ , alkoholna jačina).

Napomena 4: Alternativno se piknometar može držati u vodenom kupatilu na  $20^{\circ}\text{C}$  ( $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ) kada se dopunjava do oznake.

A.4.2.1.4. Rezultat

Korišćenjem gustine  $p_{20}$  izračunavanje se stvarna alkoholna jačina upotrebom tabele sa alkoholnim jačinama koje su niže navedene:

Tabela koja navodi vrijednost alkoholne jačine (% vol) na  $20^{\circ}\text{C}$  kao funkciju gustine na  $20^{\circ}\text{C}$  mješavine voda-alkohol data je u Prilogu 3.

##### A.4.2.2. Metoda uz upotrebu vage sajednim tasom

A.4.2.2.1. Izvaga se piknometar sa pripremljenim destilatam (vidi dio I),  $p''$  je masa na  $t^{\circ}\text{C}$ .

A.4.2.2.2. Izračunavanje

– Masa tečnosti u piknometru na  $t^{\circ}\text{C}$

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

– Gustina na  $t^{\circ}\text{C}$  u g/ml

$$\rho_{t^{\circ}\text{C}} = (p + m - p'') / V_{20^{\circ}\text{C}}$$

– Gustina na  $t^{\circ}\text{C}$  se izrazi u kilogramima po  $\text{m}^3$  i sprovodi se korekcija temperature u cilju izračunavanja alkoholne jačine na  $20^{\circ}\text{C}$ , kako je to navedeno ranije kod upotrebe vage sajednim tasom.

## A.5. Karakteristike performansi metode (preciznost)

### A.5.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog poređenja

Sljedeći podaci su dobijeni iz međunarodnog istraživanja sprovođenja metode koje je sprovedeno u skladu sa međunarodno dogovorenim postupcima [1] [2].

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997.

Broj laboratorija 20

Broj uzoraka 6

Uzorci	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	40,29	39,20 42,93*	42,24 45,73*	57,03 63,03*
Standardna ponovljivost ( $S_r$ ) % vol	0,106	0,176	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	0,236	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; nivorazdvajanja (*).						
B = brandy; dvostruke slijepe probe.						
C = whisky; dvostruke slijepe probe.						
D = grapa; nivorazdvajanja (*).						
E = akvavit; nivorazdvajanja (*).						
F = rum; nivorazdvajanja(*).						

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

### B.1. Princip

Gustinatečnosti se određuje elektronskim mjerenjem oscilacija vibrirajuće U-cijevi. Da bi se sprovedo ovo mjerenje uzorak se dodaje oscilirajućem sistemu čija je specifična oscilacijska frekvencija tako modifikovana zbog dodate mase.

### B.2. Reagensi

Tokom analize, osim ako nije drugačije određeno, koriste se samo reagensi potvrđenog analitičkog kvaliteta i voda čiji stepenkvaliteta je najmanje 3 u skladu s definicijom iz standarda ISO 3696:1987.

B.2.1. Aceton (CAS 666-52-4) ili apsolutni alkohol

B.2.2. Suvivazduh.

### B.3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

B.3.1. Digitalni denzimetar

Elektronski denzimetar za vršenje takvih mjerenja mora imati mogućnost iskazivanja gustine u g/ml na 5 decimalnih mjesta.

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

B.3.2. Regulacija temperature

Rad denzimetra je validan samo ako je mjerni modul spojen sa ugrađenim regulatorom temperature koji može postići stabilnost temperature od  $\pm 0,02^\circ\text{C}$  ili bolju.

Napomena 2: Precizno podešavanje i praćenje temperature u mjernom modulu su vrlo važni jer greška od  $0,1^\circ\text{C}$  može dovesti do varijacije u gustini od otprilike  $0,1 \text{ kg/m}$ .

B.3.3. Špric za injektiranje (injektovanje ili ubrizgavanje) uzorka ili automatski uzorkivač

### B.4. Postupak

B.4.1. Kalibrisanje denzimetra

Uređaj mora biti kalibrisan u skladu sauputstvom proizvođača prilikom prve upotrebe. Nakon toga se mora redovno kalibrirati i provjeravati u odnosu na referentni standard ili internu laboratorijski referentan rastvor pripremljen od sertifikovanog referentnog standarda.

B.4.2. Određivanje gustine uzorka

- B.4.2.1. Ako je potrebno, prije mjerenja modul se očisti acetonom ili apsolutnim alkoholom i osuši suvim vazduhom. Ispere se uzorkom.
- B.4.2.2. Uzorak se ubrizgava u modul (korišćenjem šprica ili automatskog uzorkivača) tako da je modul potpuno napunjen. Tokom postupka punjenja mora se paziti da se potpuno uklone mjehurići vazduha. Uzorak mora biti homogen i ne smije sadržavati krute čestice. Sve suspendovane čestice trebaju se ukloniti filtracijom prije analize.
- B.4.2.3. Kada se vrijednost očitavanja stabilizuje, zabilježi se gustinap<sub>20</sub> ili alkoholna jačina prikazana na denzimetru.

#### B.4.3. Rezultat

Kada se koristi gustinap<sub>20</sub>, izračunava se stvarna alkoholna jačina upotrebom tabela sa alkoholnim jačinama koje su niže navedene:

Tabela koja navodi vrijednosti alkoholne jačine (% vol) na 20°C kao funkciju gustine na 20°C mješavine voda-alkohol data je u Prilogu 2.

#### B.5. Karakteristike performansi metode (preciznost)

##### B.5.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog poređenja

Sljedeći podaci su dobijeni iz međunarodnog istraživanja sprovođenja metode koje je sprovedeno u skladu sa međunarodno dogovorenim postupcima [1] [2].

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997.

Broj laboratorija 16

Broj uzoraka 6

Uzorci	A	B	C	D	E	F
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	11	13	15	16	14	13
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	2	3	1	-	1	2
Broj prihvaćenih rezultata	22	26	30	32	28	26
Srednja vrijednost (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 <sub>r</sub> ) % vol	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	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 <sub>R</sub> ) % vol	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	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; nivo-raspodjele (*). B = brandy; dvostruke slijepo probe. C = whisky; dvostruke slijepo probe. D = grapa; nivo-raspodjele (*). E = akvavit; nivo-raspodjele (*). F = rum; nivo-raspodjele (*).						

#### METODA C: ODREĐIVANJE STVARNE ALKOHOLNE JAČINE U ALKOHOLNIM PIĆIMA – MJERENJE DENZIMETRIJOM UZ UPOTREBU HIDROSTATIČKE VAGE

##### C.1. Princip

Alkoholna jačina u alkoholnim pićima može se mjeriti denzimetrijom uz upotrebu hidrostatičke vage koja se zasniva na Arhimedovom zakonu po kojem svako tijelo uronjeno u vodu istisne masu vode proporcionalnu masi tog tijela.

##### C.2. Reagensi

Tokom analize, osim ako nije drugačije određeno, koriste se samo reagensi potvrđenog analitičkog kvaliteta i voda čiji stepenkvalitet je najmanje 3 u skladu sa definicijom iz standarda ISO 3696:1987.

##### C.2.1. Rastvor za čišćenje plovka (natrijum hidroksid, 30 % m/V)

Za pripremu 100 ml, odvaga se 30 g natrijum hidroksida i dopuni do oznake 96% vol etanolom.

##### C.3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

##### C.3.1. Hidrostatička vaga sajednim tasom i osjetljivosti 1 mg.

C.3.2. Plovak zapremine najmanje 20 ml, posebno prilagođen vagi, obješen na niti čiji prečnik ne prelazi 0,1 mm.

C.3.3. Mjerni cilindar sa oznakama nivoa. Plovak mora biti u mogućnosti potpuno zauzeti zapreminu cilindra ispod oznake; kroz površinu tečnosti može prolaziti samo nit. Mjerni cilindar mora imati unutrašnji prečnik najmanje 6 mm veći od unutrašnjeg prečnika plovka.

C.3.4. Termometar (ili sonda za mjerenje temperature) označen u stepenima i desetinkama stepeni od 10 do 40°C, kalibrisan na 0,05°C.

C.3.5. Tegovi, kalibrisani od strane priznatog sertifikovanog tijela.

Napomena 1: Korišćenje vage sadva tasa je takođe moguće u skladu sa međunarodno važećim metodama.

##### C.4. Postupak

Plovak i mjerni cilindar se moraju čistiti između svakog mjerenja destilovanom vodom, osušiti mekanim laboratorijskim papirom koji ne ostavlja vlakna i isprati rastvorom čija gustina se određuje. Mjerenje se mora izvršiti čim se postigne stabilnost uređaja kako bi se ograničio gubitak alkohola isparavanjem.

#### C.4.1. Kalibrisanje vage

Iako vage obično imaju unutrašnji sistem kalibrisanja, hidrostatička vaga mora imati sposobnost kalibrisanja sategovima koje je baždarilo službeno sertifikovano tijelo.

#### C.4.2. Kalibrisanje plovka

C.4.2.1. Mjerni cilindar se napuni do oznake redestilovanom vodom (ili vodom ekvivalentne čistoće, npr. mikrofiltriranom vodom čija provodljivost iznosi 18,2 MΩ/cm) na temperaturi između 15 i 25°C, ali najbolje na 20°C.

C.4.2.2. Uroni se plovak i termometar, promiješa, očita gústinatečnosti sa uređaja te, ako je potrebno, ispravi očitana vrijednost tako da bude jednaka vrijednosti vode pri mjerenju temperature.

#### C.4.3. Provjera korišćenjem rastvora voda-alkohol

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

C.4.3.2. Uroni se plovak i termometar, promiješa, očita gústinatečnosti (ili alkoholna jačina ako je to moguće) sa uređaja. Alkoholna jačina, utvrđena na taj način, će biti jednaka prethodno utvrđenoj alkoholnoj jačine.

Napomena 2: Ovaj rastvor poznate alkoholne jačine također se može koristiti za kalibrisanje plovka umjesto redestilovane vode.

#### C.4.4. Mjerenje gústine destilata (ili njegove alkoholne jačine, ako to uređaj omogućava).

C.4.4.1. Uzorak za testiranje se ulije u mjerni cilindar do graduisane oznake.

C.4.4.2. Uroni se plovak i termometar, promiješa, očita gústinatečnosti (ili alkoholna jačina ako je to moguće) sa uređaja. Zabilježi se temperatura ako je gústina mjerena na t°C (P<sub>t</sub>).

C.4.4.3. Ispravi se ρ<sub>t</sub> na 20 korišćenjem tabele sa vrijednostima gústine ρ<sub>T</sub> za smjese vode i alkohola (Prilog 3).

#### C.4.5. Čišćenje plovka i mjernog cilindra

C.4.5.1. Plovak se uroni u rastvor za čišćenje plovka u mjernom cilindru.

C.4.5.2. Plovak se ostavi uronjen sat vremena uz periodično okretanje.

C.4.5.3. Ispere se velikom količinom vode za piće, a nakon toga destilovanom vodom.

C.4.5.4. Osuši se mekanim laboratorijskim papirom koji ne ostavlja vlakna.

Ovaj postupak se vrši prilikom prve upotrebe plovka, a zatim redovno po potrebi.

#### C.4.6. Rezultat

Kada se koristi gústina ρ<sub>20</sub>, izračunava se stvarna alkoholna jačina upotrebom tabele sa alkoholnim jačinama koje su niže navedene:

Tablica koja navodi vrijednosti alkoholne jačine (% vol) na 20°C kao funkciju gústine na 20°C mješavine voda-alkohol data je u Prilogu 2.

#### C.5. Karakteristike performansi metode (preciznost)

##### C.5.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog poređenja

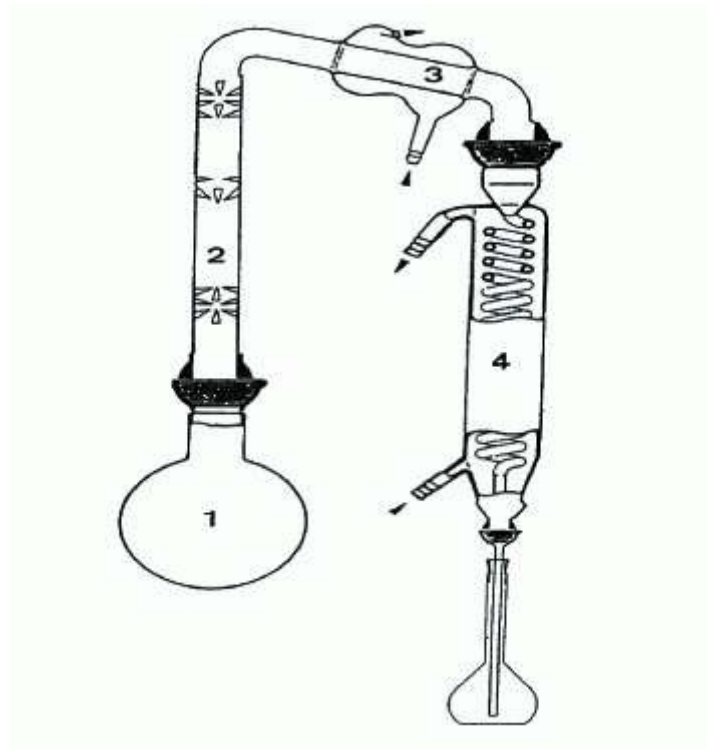
Sljedeći podaci su dobijeni iz međunarodnog istraživanja sprovođenja metode koje je sprovedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima [1] [2].

Godina međulaboratorijskog 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 (x̄) % vol	23,80 26,51*	40,09	40,29	39,26 43,09*	42,38 45,89*	57,16 63,44*
Standardna devijacija ponovljivosti (S <sub>r</sub> ) % vol	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	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 <sub>R</sub> ) % vol	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	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; nivo raspodjele (*). B = brandy; dvostruke slijepe probe. C = whisky; dvostruke slijepe probe. D = grapa; nivo raspodjele (*). E = akvavit; nivo raspodjele (*). F = rum; nivo raspodjele (*).						



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

1. Tikvica sa okruglim dnom od 1 l sa standardizovanim šlifom;
2. Vigreux rektificirajuća kolona duga 20 cm;
3. West hladnjak sa ravnom ivicom dugom 10 cm;
4. Spiralna cijev za hlađenje duga 40 cm.

## II. ODREĐIVANJE UKUPNOG SUVOG EKSTRAKTA U ALKOHOLNIM PIĆIMA GRAVIMETRIJOM

### 1. Područje primjene

Ova metoda primjenjuje se samo za akvavit u kojem je suvi ekstrakt ograničen na 15 g/l.

### 2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za upotrebu u analitičkoj laboratoriji – Zahtjevi i test metode

### 3. Definicija

Ukupni suvi ekstrakt ili ukupna suva materija uključuje sve materije koje nijesu isparljive pod specifičnim fizičkim uslovima.

### 4. Princip

Vaganje ostatka zaostalog nakon isparavanja alkoholnog pića na parnom vodenom kupatilu i sušenja u sušnici.

### 5. Aparature i pribor

- 5.1. Cilindrična posuda za isparavanje sa ravnim dnom prečnika 55 mm.
- 5.2. Parno vodeno kupatilo.
- 5.3. Pipeta od 25 ml, klase A.
- 5.4. Sušnica.
- 5.5. Eksikator.
- 5.6. Analitička vaga sa preciznošću od 0,1 mg.

### 6. Uzorkovanje i uzorci

Uzorci se čuvaju na sobnoj temperaturi prije analize.

### 7. Postupak

7.1. Odupetira se 25 ml alkoholnog pića koje sadrži manje od 15 g/l suve materije u prethodno izvaganu cilindričnu posudu za isparavanje sa ravnim dnom prečnika 55 mm. Tokom prvog sata isparavanja, posuda za isparavanje je smještena na poklopcu parnog vodenog kupatila tako da tečnost ne vri jer bi to moglo dovesti do gubitka uslijed prskanja. Ostavi se još sat vremena u direktnom kontaktu sa parom parnog vodenog kupatila.

7.2. Sušenje se završi stavljanjem posude za isparavanje u sušnicu na  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  dva sata. Posuda za isparavanje se stavi u eksikator na hlađenje i izvaga se sa sadržajem.

### 8. Izračunavanje

Masa ostatka pomnožena sa 40 jednaka je suvom ekstraktu u alkoholnom piću i mora se izraziti u g/l na jedno decimalno mjesto.

### 9. Karakteristike performansi metode (preciznost)

#### 9.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog poređenja

Sljedeći podaci su dobijeni iz međunarodnog istraživanja sprovođenja metode koje je sprovedeno u skladu sa međunarodno dogovorenim postupcima [1] [2].

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997.

Broj laboratorija	10
Broj uzoraka	4



Uzorci	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 (x) g/l	9,0	9,1 7,8	10,0 9,4	11,8 11,1
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	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 <sub>n</sub> ) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>n</sub> ) (%)	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; dvostruke slijepe probe.				
B = rum; nivoa raspodjele				
C = grapa; nivooraspodjele.				
D = akvavit; nivooraspodjele.				

### III. ODREĐIVANJE ISPARLJIVIH KOMPONENATA I METANOLA U ALKOHOLNIM PIĆIMA

#### III.1. OPŠTE NAPOMENE

##### 1. Definicije

Zakon o jakim alkoholnim pićima (»Sl.list CG« br. 53/16) određuje količinu isparljivih materija kao količinu svih isparljivih materija, osim etil alkohola i metanola sadržanih u jakom alkoholnom piću dobijenom isključivo destilacijom, kao rezultat destilacije ili redestilacije korištenih sirovina i to:

- isparljivih kiselina izraženih kao sircetna kiselina;
  - aldehida izraženih kao etanal sabiranjem etanala (acetaldehida) i frakcije etanala sadržane u 1,1-dietoksietanu (acetalu);
  - sljedećih viših alkohola: propan-1-ol, butan-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 zbir dva alkohola;
  - etil-acetata.

Sljedeće metode su konvencionalne metode za mjerenje isparljivih jedinjenja:

- isparljive kiseline pomoću isparljive kiselosti,
- aldehidi (etanal i acetal), etil acetat i alkoholi pomoću gasnehromatografije (GC).

##### 2. Analiza isparljivih jedinjenjagasnog hromatografijom

Analiza isparljivih jedinjenja gasnom hromatografijom, osim jedinjenja koji su navedeni u prethodnom tekstu, može se pokazati posebno zanimljivom kao sredstvo za određivanje, kako porijekla sirovine koja se koristi u destilaciji, tako i stvarnih uslova destilacije.

Neka alkoholna pića sadrže druge isparljive komponente, kao što su aromatičnaja jedinjenja, koji su karakteristični za sirovine koje se koriste za dobijanje alkohola, aromu alkoholnih pića i specifičnosti pripreme alkoholnog pića.

#### III.2. ODREĐIVANJE ISPARLJIVIH SRODNIH JEDINJENJAGASNOM HROMATOGRFIJOM: ALDEHIDA, VIŠIH ALKOHOLA, ETIL ACETATA I METANOLA

##### 1. Područje primjene

Ova metoda je prikladna za određivanje 1,1-dietoksietana (acetala), 2-metilbutan-1-ola (aktivnog amilnog alkohola), 3-metilbutan-1-ola (izoamilnog alkohola), metanola (etil 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 etanala (acetaldehida) u alkoholnim pićima upotrebom gasnehromatografije. U ovoj se metodi koristi interni standard, na primjer pentan-3-ol. Koncentracije analita se izražavaju u gramima na 100 litara apsolutnog alkohola; alkoholna jačina 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 upotrebu u analitičkoj laboratoriji – Zahtjevi i test metode

##### 3. Definicija

Srodnajedinjenja su isparljivematerije koje se zajedno s etanolom stvaraju tokom fermentacije, destilacije i zrenja alkoholnih pića.

##### 4. Princip

Srodna jedinjenja u alkoholnim pićima se određuju direktnim injektiranjem alkoholnog pića, ili odgovarajuće razblaženog alkoholnog pića, u sistem za gasnehromatografiju (GC). Odgovarajući interni standard treba se dodati alkoholnom piću prije injektovanja. Srodnajedinjenja se odvajaju temperaturnim programiranjem na odgovarajućoj koloni i detektuju se primjenom plamenoionizacijskog detektora (FID). Koncentracija svakog srodnog jedinjenja se određuje u odnosu na interni standard iz faktora odziva detektora, koji se dobiju tokomkalibrisanja pod istim hromatografskim uslovima kakvi se primjenjuju i u analizi alkoholnih pića.

## 5. Reagensi

Ako nije drugačije navedeno, koriste se samo reagensi čija čistoća je veća od 97 %, kupljeni od ovlaštenog dobavljača koji posjeduje ISO sertifikat s potvrdom o čistoći, bez drugih srodnih jedinjenja pri test razblaženju (to se može potvrditi injektiranjem pojedinih standarda srodnih jedinjenja pri test razblaženju uz hromatografske uslove kao pod 6.4.), te voda čiji je kvalitet najmanje 3 u skladu sa standardom ISO 3696. Acetal i acetaldehid moraju biti skladišteni na tamnom mjestu i na temperaturi < 5°C, svi 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. Prihvatljivi 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 rastvor etanola

Za pripremu 400 ml/l rastvora etanola, ulije se 400 ml etanola (5.1.) u normalni sud od 1 litra, dopuni do oznake destilovanom vodom i promiješa.

- 5.14. Priprema i skladištenje standardnih rastvora (postupak koji se koristi za validnu metodu).

Svi standardne rastvori moraju se skladištiti na < 5°C i pripremati se svježe jednom mjesečno. Mase komponenti i rastvor moraju se zaokružiti na 0,1 mg.

### 5.14.1. Standardnirastvor – A

Otpipetiraju se sljedeći reagensi u normalni sud od 100 ml, koji sadrži približno 60 ml rastvora etanola (5.13.) kako bi se smanjilo isparavanje komponenti, dopuni se do oznake rastvorom etanola i dobro promiješa. Zabilježi se težina normalnog suda, svake dodate komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

Komponenta	Zapremina (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. Standardnirastvor – B

Otpipetira se 3 ml pentan-3-ola ili drugog odgovarajućeg internog standarda (5.5.) u normalni sud od 100 ml, koja sadrži približno 80 ml rastvora etanola (5.13.), dopuni se do oznake rastvorom etanola i dobro promiješa.

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

### 5.14.3. Standardnirastvor – C

Otpipetira se 1 ml rastvora A (5.14.1.) i 1 ml rastvora B (5.14.2.) u normalni sud od 100 ml koja sadrži približno 80 ml rastvora etanola (5.13.), dopuni se do oznake rastvorom etanola i dobro promiješa.

Zabilježi se težina normalnog suda, svake dodate komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

### 5.14.4. Standardnirastvor – D

U cilju da se zadrži analitički kontinuitet, pripremi se standard za provjeru rada sistema upotrebom prethodno pripremljenog standarda A (5.14.1.).

Otpipetira se 1 ml rastvora A u normalni sud od 100 ml koja sadrži približno 80 ml rastvora etanola (5.13.), dopuni se do oznake rastvorom etanola i dobro promiješa.

Zabilježi se težina normalnog suda, svake dodate komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

### 5.14.5. Standardnirastvor – E

Otpipetira se 10 ml rastvora B (5.14.2.) u normalni sud od 100 ml koja sadrži približno 80 ml rastvora etanola (5.13.), dopuni se do oznake rastvorom etanola i dobro promiješa.

Zabilježi se težina normalnog suda, svake dodate komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

### 5.14.6. Rastvori standarda koji se koriste za provjeru linearnosti odziva plamenoionizacijskog detektora (FID)

U odvojene normalne sudove od 100 ml koje sadrže približno 80 ml rastvora etanola (5.13.), otpipetira se 0; 0,1; 0,5; 1,0; 2,0 ml rastvora A (5.14.1.) i 1 ml rastvora B (5.14.2.), dopuni se do oznake rastvorom etanola i dobro promiješa.

Zabilježi se težina normalnog suda, svake dodate komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

5.14.7. Rastvor standarda za provjeru rada sistema (QC)

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

Zabilježi se težina normalnog suda, svake dodate komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

## 6. Aparatura

6.1. Uređaj za mjerenje gustine i alkoholne jačine.

6.2. Analitička vaga s mogućnošću očitavanja do četiri decimalna mjesta.

6.3. Temperaturno programiran gasnihromatograf opremljen plamenoionizacijskim detektorom i integratorom ili drugim sistemom za obradu podataka koji može mjeriti površine ili visine pikova.

6.4. Kolona gasnoghromatografa 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 uslovgasnehromatografije su 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 (stabilizujući polietilen glikol), te zatim kolonu Carbowax 400 (50 m × 0,32 mm) i debljine filma od 0,2 μm. (Kolone su spojene korišćenjem press-fit konektora.)

Noseći gas i pritisak: helijum (135 kPa)

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

Temperatura injektora: 150°C

Temperatura detektora: 250°C

Zapreminainjektovanja: 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 (stabilizujući polietilen glikol). (Predkolona je spojena korišćenjem press-fit konektora.)

Noseći gas i pritisak: helijum (65 kPa)

Temperatura kolone: 35°C tokom 10 min., 35-110 po 5°C/min., 110-190°C po 30°C/min., zadržavanje na 190°C tokom 2 min.

Temperatura injektora: 260°C

Temperatura detektora: 300°C

Zapreminainjektovanja: 1 μl, split 55:1

3. Napunjena kolona (5 % CW 20M, Carbopak B) 2 m × 2 mm.

Temperatura kolone: 65°C tokom 4 min., 65-140°C po 10°C/min., zadržavanje na 140°C tokom 5 min., 140-150°C po 5°C/min., zadržavanje na 150°C tokom 3 min.

Temperatura injektora: 65°C

Temperatura detektora: 200°C

Zapreminainjektovanja: 1 μl

## 7. Uzorkovanje i uzorci

7.1. Laboratorijski uzorak

Po prijemu, alkoholna jačina svakog uzorka se mjeri. (6.1.).

## 8. Postupak (koji se koristi za validnu metodu)

8.1. Dio testa

8.1.1. Izvaga se odgovarajuća 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 standardnog rastvora E (5.14.5.) i zabilježi težina ( $m_{IS}$ ).

8.1.4. Test materijal se dobro promućka (najmanje 20 puta). Uzorci moraju biti skladišteni na manje od 5°C prije analize u cilju smanjivanja gubitka isparavanjem.

8.2. Slijepa proba

8.2.1. Upotrebom vage s mogućnošću očitavanja do četiri decimalna mjesta (6.2.), izvaga se zatvorena posuda za vaganje i zabilježi težina.

8.2.2. Otpipetira se 9 ml 400 ml/l rastvora etanola (5.13.) u posudu i zabilježi težina.

8.2.3. Doda se 1 ml standardnog rastvora E (5.14.5.) i zabilježi težina.

8.2.4. Test materijal se dobro promućka (najmanje 20 puta). Uzorci moraju biti skladišteni na manje od 5°C prije analize u cilju smanjivanja gubitka isparavanjem.

8.3. Uvodni test

Injektuje se standardni rastvor 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. Kalibracija

Kalibracija se mora provjeriti upotrebom sljedećeg postupka. Provjerava se linearnost odziva detektora sukcesivnom analizom svakog rastvora standarda za provjeru linearnosti (5.14.6.) koja sadrži interni standard (IS) u triplikatu. Iz površine pika integratora ili visina pika za svako injektovanje izračuna se odnos R za svako srodno jedinjenje i napravi grafički prikaz R u odnosu na odnos koncentracije srodnog jedinjenja i internog standarda (IS), C. Treba se dobiti linearna kriva, s koeficijentom korelacije od najmanje 0,99.

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

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

8.5. Određivanje

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

## 9. Izračunavanje

Može se koristiti automatizovani sistem za obradu podataka, pod uslovom da se podaci mogu provjeriti upotrebom načela opisanih u dolje navedenoj metodi.

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

9.1. Izračunavanje faktora odziva detektora.

Iz hromatograma s injektiranim standardnim rastvorom C (5.14.3.), izračunava se faktor odziva detektora za svaki srodno jedinjenje primjenom jednačine (1).

(1) Faktor odziva detektora =

$$\frac{\text{Površina ili visina pika IS}}{\text{Površina ili visina pika srodnog jedinjenja}} \times \frac{\text{Konzentracija srodnog jedinjenja } (\mu\text{g/g})}{\text{Konzentracija IS } (\mu\text{g/g})}$$

Gdje je:

IS = interni standard;

Konc. srodnog jedinjenja = Koncentracija srodnog jedinjenja u rastvoru C (5.14.3.);

Konc. IS = Koncentracija internog standarda u rastvoru C.

9.1.2. Analiza uzorka

Primjenom donje jednačine (2), izračunava se koncentracija svakog srodnog jedinjenja u uzorcima.

(2) Koncentracije srodnih jedinjenja ( $\mu\text{g/g}$ ) =

$$= \frac{\text{Površina ili visina pika srodnog jedinjenja}}{\text{Površina ili visina pika IS}} \times \frac{m_{\text{IS}}(\text{g})}{m_{\text{uzorka}}(\text{g})} \times \text{Konc. IS } (\mu\text{g/g}) \times \text{RF}$$

Gdje je:

$m_{\text{uzorka}}$  = masa uzorka (8.1.2.);

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

Konc. IS = Koncentracija internog standarda u rastvoru E (5.14.5.);

RF = Faktor odziva detektora izračunava se korišćenjem jednačine 1.

9.1.3. Analiza rastvora standarda za provjeru rada sistema

Primjenom donje jednačine (3), izračunava se postotak iskorištenja ciljane vrijednosti za svaki srodno jedinjenje u rastvorima standarda za provjeru rada sistema (5.14.7.).

(3) % iskorištenja uzorka za provjeru rada sistema =

$$\frac{\text{Konzentracija analita u standardu za provjeru rada sistema}}{\text{Konzentracija analita u rastvoru D}}$$

$\times 100$

Konzentracija analita u standardu za provjeru rada sistema se izračunava primjenom gore navedene jednačine (1) i (2).

9.2. Konačni prikaz rezultata

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

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

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

Gdje je:

$\rho$  = gustina u  $\text{kg/m}^3$ .

Rezultati se izraavaju do 3 značajne cifre i maksimalno jednog decimalnog mjesta, npr. 11,4 g na 100 l apsolutnog alkohola.

## 10. Osiguranje kvaliteta i kontrole (korišćeni za validnu metodu)

Primjenom gore navedene jednačine (2), izračunava se koncentracija svakog srodnog jedinjenja u rastvorma standarda za provjeru rada sistema koje su pripremljene kako je opisano od 8.1.1. do 8.1.4. Primjenom jednačine (3), izračunava se postotak iskorištenja ciljane vrijednosti. Ako su analitički rezultati unutar  $\pm 10\%$  njihovih teoretskih vrijednosti za svaki srodno jedinjenje, analiza se može nastaviti. Ako nisu, mora se istražiti uzrok odstupanja, te preuzeti potrebne korektivne mjere.

## 11. Karakteristike performansi metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog 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.

Sljedeći podaci su dobijeni iz studija međunarodnog testiranja metode koje je sprovedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija	32
Broj uzoraka	5
Analit	etanal

Uzorci	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 (x) µg/g	63,4	71,67	130,4	38,4 13,8(*)	28,6 52,2(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Granica ponovljivosti (r) µg/g	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) µg/g	12	14	22	6,8	8,9
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Granica obnovljivosti (R) µg/g	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1
Vrste uzoraka A = brandy; dvostruke slijepo probe. B = kirsch; dvostruke slijepo probe. C = grapa; dvostruke slijepo probe. D = whisky; nivoaraspodjele(*). E = rum; nivoaraspodjele(*).					

Godina međulaboratorijskog 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 (x) µg/g	96,8	1046	120,3	112,5 91,8(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	2,2	15	2,6	2,1
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	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 <sub>R</sub> ) (%)	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; dvostruke slijepo probe. B = kirsch; dvostruke slijepo probe. C = grapa; dvostruke slijepo probe. D = whisky; nivoaraspodjele(*). E = rum; nivoaraspodjele(*).				

Godina međulaboratorijskog 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 prihvaćenih rezultata	40	42	44	34	42
Srednja vrijednost (x) µg/g	35,04	36,46	68,5	20,36 6,60(*)	15,1 28,3(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (S <sub>r</sub> ) µg/g	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Granica ponovljivosti (r) µg/g	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Standardna devijacija obnovljivosti (S <sub>R</sub> ) µg/g	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Granica obnovljivosti (R) µg/g	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = whisky; nivoaraspodjele (*). E = rum; nivoaraspodjele (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit 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 (x) µg/g	76,5	85,3	156,5	45,4 15,8(*)	32,7 61,8(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (S <sub>r</sub> ) µg/g	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Granica ponovljivosti (r) µg/g	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Standardna devijacija obnovljivosti (S <sub>R</sub> ) µg/g	13	15	24,1	7,3	9,0
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Granica obnovljivosti (R) µg/g	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = whisky; nivoaraspodjele (*). E = rum; nivoaraspodjele (*).					

## Godina međulaboratorijskog 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 (*) $\mu\text{g/g}$	319,8	2 245	1 326	83,0 61,5(*)	18,6 28,9(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) $\mu\text{g/g}$	4,4	27	22	1,5	1,3
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = whisky; nivoaraspodjele(*). E = rum; nivoaraspodjele(*).					

## 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 (*) $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83 14,12(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) $\mu\text{g/g}$	0,40	2,2	0,87	0,64
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
Standardna devijacija obnovljivosti (S <sub>R</sub> ) $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. E = rum; nivoaraspodjele(*).				

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit propan-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 prihvaćenih rezultata	58	54	54	58	58
Srednja vrijednost (x) µg/g	86,4	3 541	159,1	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 devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
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 <sub>R</sub> ) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Granica obnovljivosti (R) µg/g	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = whisky; nivoaraspodjele (*). E = rum; nivoaraspodjele(*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 3

Analit butan-1-ol

Uzorci	A	B	C
Broj laboratorija preostalih nakon 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 <sub>r</sub> ) (%)	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 <sub>R</sub> ) (%)	15,7	9,8	10,8
Granica obnovljivosti (R) µg/g	1,7	1,5	2,3
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe (*).			



## Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit 2-metilpropan-1-ol

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	28	31	30	26	25
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	3	0	1	5	6
Broj prihvaćenih rezultata	56	62	60	52	50
Srednja vrijednost ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7	185,0	291,0 246,8(*)	115,99 133,87(*)
Standardna devijacija ponovljivosti ( $S_r$ ) $\mu\text{g/g}$	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Standardna devijacija obnovljivosti ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = whisky; nivoaraspodjele(*). E = rum; nivoaraspodjele(*).					

## Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit 2-metil-butan-1-ol

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	25	26	25	27	25
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	3	2	3	1	2
Broj prihvaćenih rezultata	50	52	50	54	50
Srednja vrijednost ( $\bar{x}$ ) $\mu\text{g/g}$	113,0	48,3	91,6	72,1 45,2(*)	39,5 61,5(*)
Standardna devijacija ponovljivosti ( $S_r$ ) $\mu\text{g/g}$	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Standardna devijacija obnovljivosti ( $S_R$ ) $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = whisky; nivoaraspodjele(*). E = rum; nivoaraspodjele (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997  
 Broj laboratorija 32  
 Broj uzoraka 5  
 Analit 3-metil-butan-1-ol

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	23	23	24	27	21
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	5	5	4	1	6
Broj prihvaćenih rezultata	46	46	48	54	42
Srednja vrijednost (x) 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 <sub>n</sub> ) µg/g	29,8	13	21	8,5	6,7
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>n</sub> ) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Granica obnovljivosti (R) µg/g	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = whisky; nivoaraspodjele(*). E = rum; nivoaraspodjele(*).					

#### IV. ANETOL. ODREĐIVANJE TRANS-ANETOLA GASNOMHROMATOGRAFIJOM U ALKOHOLNIM PIĆIMA

##### 1. Područje primjene

Ova metoda je prikladna za određivanje trans-anetola u alkoholnim pićima s aromom anisa primjenom gasnehromatografije.

##### 2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za upotrebu u analitičkim laboratorijima – Zahtjevi i test metode.

##### 3. Princip

Koncentracija trans-anetola u alkoholnim pićima se određuje gasnomhromatografijom (GC). Ista količina internog standarda, npr. 4-alilanzola (estragola) kada estragol nije prirodno prisutan u uzorku, dodaje se test uzorku i referentnom rastvoru trans-anetola poznate koncentracije te se oba razblaže pomoću 45 %-tne rastvora etanola i injektuju direktno u GC sistem. Prije pripreme uzorka i analize likera koji sadrže velike količine šećera potrebna je ekstrakcija.

##### 4. Reagensi

Tokom analize koriste se samo reagensi čija čistoća je najmanje 98 %. Mora se koristiti voda čiji stepenkvaliteta je najmanje 3 prema definiciji standarda ISO 3696.

Referentne hemikalije se trebaju čuvati na hladnom mjestu (na 4°C), bez prisustva svjetlosti, u aluminijskim posudama ili u bočicama za reagense od obojenog (čilibarnog) stakla. Zatvarači trebaju imati aluminijskizaptivač. Trans-anetol je neophodno rastopiti prije upotrebe, ali u ovom slučaju njegova temperatura ne smije nikad preći 35°C.

- 4.1. Etanol 96 % vol. (CAS 64-17-5)
- 4.2. 1-metoksi-4-(1-propenil) benzen; (trans-anetol) (CAS 4180-23-8)
- 4.3. 4-alilanzol, (estragol) (CAS 140-67-0), preporučeni interni standard (IS)
- 4.4. Etanol 45 % vol.

Doda se 560 g destilovane vode u 378 g etanola 96 % vol.

##### 4.5. Priprema standardnih rastvora

Sve standardne rastvore treba čuvati na sobnoj temperaturi (15 do 35°C), udaljene od svjetlosti u aluminijskim posudama ili u bočicama za reagense od obojenog (čilibarnog) stakla. Poželjno je da zatvarači imaju aluminijskizaptivač.

Trans-anetol i 4-alilanzol su praktično nerastvorivi u vodi, pa je stoga potrebno rastvoriti trans-anetol i 4-alilanzol u 96 %-tnom etanolu (4.1.) prije dodatka 45 %-tnog etanola (4.4.).

Matičnirastvori se moraju pripremati svježih svake sedmice.

##### 4.5.1. Standardnirastvor A

Osnovni rastvor trans-anetola (koncentracije: 2 g/l)

Izvaga se 40 mg trans-anetola (4.2.) u normalni sud od 20 ml (ili 400 mg u 200 ml, itd.). Doda se nešto 96 %-tnog etanola (4.1.) i dopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

#### 4.5.2. Interni standardni rastvor B

Osnovni rastvor internog standarda, npr. estragola (koncentracije: 2 g/l)

Izvaga se 40 mg estragola (4.3.) u normalni sud od 20 ml (400 mg u 200 ml, itd.). Doda se nešto 96 % vol etanola (4.1.), dopuni do oznake 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

#### 4.5.3. Rastvori koji se koriste za provjeru linearnosti odziva plamenoionizacijskog detektora (FID)

Linearnost odziva plamenoionizacijskog detektora mora se provjeriti za analizu uzimajući u obzir raspon koncentracija trans-anetola u alkoholnim pićima od 0 g/l do 2,5 g/l. U postupku analize, nepoznati uzorci alkoholnih pića koji se moraju analizirati razblaže se 10 puta (8.3.). Za uslove analize opisane u metodi, osnovnog rastvora koji odgovaraju koncentracijama 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 i 0,25 g/l trans-anetola u uzorcima koji se analiziraju su pripremljeni na sljedeći način: uzme se 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 i 2,5 ml osnovnog rastvora A (4.5.1.) i otpipetira u odvojene normalne sudove od 20 ml; u svaki sud se otpipetira po 2 ml internog standardnog rastvora B (4.5.2.), dopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

Slijepa probe (8.4.) se koriste kao rastvor s 0 g/l.

#### 4.5.4. Standardni rastvor C

Uzme se 2 ml standardnog rastvora A (4.5.1.) i otpipetira u normalni sud od 20 ml, tada se doda 2 ml internog standardnog rastvora B (4.5.2.) i nadopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

### 5. Aparatura

5.1. Gasnihromatograf opremljen s kapilarnom kolonom i plamenoionizacijskim detektorom (FID) i integratorom ili drugim sistemom 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, na primjer:

Dužina: 50 m

Unutrašnji prečnik: 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 posuđe, analitička vaga (preciznost: ± 0,1 mg).

### 6. Hromatografski uslovi

Vrsta kolone i dimenzije te uslovi gasnehromatografije moraju biti takvi da se anetol i interni standard odvajaju jedan od drugog i od bilo kojih interferirajućih materija. Tipični uslovi za kolonu koja je data kao primjer pod 5.3., su:

6.1. Noseći gas: analitički helij

6.2. Brzina protoka: 2 ml/min

6.3. Temperatura injektora: 250°C

6.4. Temperatura detektora: 250°C

6.5. Temperaturni uslovi termostiranog prostora: izotermalni, 180°C, trajanje analize 10 min

6.6. Zapreminainjektovanja: 1 l, split 1:40.

### 7. Uzorci

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

### 8. Postupak

8.1. Analiza uzorka na estragol

Da bi se osiguralo da estragol nije prirodno prisutan u uzorku, treba se uraditi slijepa proba bez dodatka bilo kojeg internog standarda. Ako je estragol prirodno prisutan u uzorku tada se mora odabrati drugi interni standard (na primjer mentol).

Otpipetira se 2 ml uzorka u normalni sud od 20 ml i dopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

8.2. Priprema nepoznatih uzoraka

Otpipetira se 2 ml uzorka u normalni sud od 20 ml, zatim se doda 2 ml interne standardne rastvora B (4.5.2.) i dopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

8.3. Slijepa proba

Otpipetira se 2 ml interne standardne rastvora B (4.5.2.) u normalni sud od 20 ml i dopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

8.4. Test linearnosti

Prije početka analize, linearnost odziva plamenoionizacijskog detektora mora se provjeriti sukcesivnom analizom u triplikatu svakog standardnog rastvora za provjeru linearnosti (4.5.3.).

Iz površine ili visine pika integratora za svako se injektiranje napravi grafički prikaz koncentracija njihovog osnovnog rastvora u g/l u odnosu na odnos R za svaku.

R = visina ili površina pika trans-anetola podijeljena s visinom ili površinom pika estragola.

Mora se dobiti linearna kriva.

8.5. Određivanje

Injektuje se slijepa proba (8.3.), zatim standardni rastvor C (4.5.4.), zatim jedan od rastvora standarda za provjeru linearnosti (4.5.3.) koje će djelovati kao uzorak za provjeru rada sistema (može se odabrati s obzirom na vjerovatnu koncentraciju trans-anetola u nepoznatom uzorku), zatim pet nepoznatih uzoraka (8.2.); umetne se uzorak za provjeru linearnosti (provjeru rada sistema) nakon svakog petog nepoznatog uzorka da se osigura analitička stabilnost.

### 9. Izračunavanje faktora odgovora detektora

Izmjere se ili površine pikova (korišćenjem integratora ili drugog sistema za obradu podataka) ili visine pikova (ručna integracija) za pikove trans-anetola ili internog standarda.

9.1. Izračunavanje faktora odziva detektora (RF)

Faktor odziva detektora se izračunava na sljedeći način:

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

Gdje je:

$C_i$  = koncentracija trans-anetola u standardnom rastvoru A (4.5.1.)

$C_{IS}$  = koncentracija internog standarda u standardnom rastvoru B (4.5.2.)

$\text{Površina}_i$  = površina (ili visina) pika trans-anetola

$\text{Površina}_{IS}$  = površina (ili visina) pika internog standarda

$RF_i$  se računa iz pet uzoraka rastvora C (4.5.4.).

9.2. Analiza linearnosti odziva detektora test rastvorom

Injektuje se test rastvor za provjeru linearnosti odziva detektora (4.5.3.).

### 9.3. Analiza uzorka

Injektuje se nepoznatirastvor uzorka (8.2.).

### 10. Izračunavanje rezultata

Formula za izračunavanje koncentracije trans-anetola je sljedeća:

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

Gdje je:

$c_i$  = nepoznata koncentracija trans-anetola

$C_{IS}$  = koncentracija internog standarda u nepoznatom rastvoru (4.5.2.)

$\text{Površina ili visina}_i$  = površina ili visina pika trans-anetola

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

$RF_i$  = koeficijent odziva detektora (izračunavanje kao u 9.1.)

Koncentracija trans-anetola se izražava u gramima po litri s jednim decimalnim mjestom.

### 11. Osiguranje kvaliteta i kontrola

Hromatogrami moraju biti takvi da su anetol i interni standard odvojeni jedan od drugog i od bilo kojih interferirajućih materija. Vrijednost  $RF_i$  se izračunavanje iz rezultata za pet injektovanjarastvora C (4.5.4.). Ako je koeficijent varijacije [ $CV \% = (\text{standardna devijacija/srednja vrijednost}) * 100$ ] unutar plus ili minus 1 %, prosječna vrijednost  $RF_i$  je prihvatljiva.

Gornji račun se mora koristiti za izračunavanje koncentracije trans-anetola u uzorku izabranom za provjeru rada sistema iz rastvora za kontrolu linearnosti (4.5.3.).

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

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

Ekstrakcija alkohola iz alkoholnih pića koja sadrže velike količine šećera, da bi se mogla odrediti koncentracija trans-anetola primjenom gasnehromatografije.

#### 12.1. Princip

Uzme se alikvot uzorka likera i doda se interni standard, u koncentraciji koja je slična koncentraciji analita (trans-anetola) u liker. Tome se dodaje natrijum fosfat dodekahidrat i bezvodni amonijum sulfat. Dobijena mješavina se dobro promućka i ohladi, nastaju dva sloja, a gornji alkoholni sloj se odvoji. Uzme se alikvot tog alkoholnog sloja i razrijedi s 45 % rastvorom etanola (4.4.). (Napomena: Interni standard se ne dodaje u ovoj fazi jer je već dodan.). Dobijenarastvor se analizira gasnom hromatografijom.

#### 12.2. Reagensi

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

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

12.2.2. Natrijum 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 razdvajanje, hladnjak.

#### 12.4. Postupak

##### 12.4.1. Analiza uzoraka na estragol

Da bi se osiguralo da estragol nije prirodno prisutan u uzorku, treba se provesti ekstrakcija (12.6.2.) i analiza slijepa probe bez dodatka 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 tikvicu, odvaga se 50 mg internog standarda (4.3.) u istu tikvicu, i doda 50 ml uzorka. Zatim se doda 12 g amonijum sulfata, bezvodnog (12.2.1.), i 8,6 g dibazičnog natrijum fosfata, dodekahidrata (12.2.2.). Konusna tikvica se začepi.

Tikvica se mućka najmanje 30 minuta. Može se koristiti mehanički uređaj za mućkanje, ali ne i magnetska poluga za miješanje obložena teflonom jer teflon apsorbira neke analite. Treba uočiti da se dodate soli neće potpuno rastvoriti.

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

Nakon tog vremena, trebaju postojati dva odvojena tečna sloja i čvrsti 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 alikvot (npr. 10 ml), bez diranja vodenog sloja, stavi se u bočicu s ćilibarnim staklom i zatvori sigurnosnim zatvaračem.

##### 12.4.3. Priprema ekstrahovanog 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 normalni sud od 20 ml, dopuni se do oznake s 45 %-tnim etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

#### 12.5. Određivanje

Slijedi se postupak opisan pod 8.5.

#### 12.6. Izračunavanje rezultata

Za izračunavanje rezultata se koristi sljedeća formula:

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

Gdje je:

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

$V$  = zapremina nepoznatog uzorka (50 ml)

$RF_i$  = faktor odziva detektora (9.1.)

$\text{Površina}_i$  = površina pika trans-anetola

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

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

#### 12.7. Kontrola i osiguranje kvaliteta

Slijedi se postupak naveden gore pod 11.

### 13. Karakteristike performansi metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja:

sljedeće tabele daju vrijednosti za anetol.

Sljedeći podaci su dobijeni iz međunarodnog istraživanja sprovođenja metode koje je sprovedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina međulaboratorijskog testiranja 1998

Broj laboratorija

Broj uzoraka  
 Analit  
 Pastis:

10  
 anetol

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 (x) g/l	1,477	1,955	1,940	1,833	1,741	1,754
Standardna devijacija ponovljivosti (S <sub>r</sub> ) g/l	0,022	0,033	0,034	0,017	-	-
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,5	1,7	1,8	0,9	-	-
Granica ponovljivosti (r) g/l	0,062	0,093	0,096	0,047	-	-
Standardna devijacija obnovljivosti (S <sub>R</sub> ) g/l	0,034	0,045	0,063	0,037	0,058	0,042
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	2,3	2,3	3,2	2,0	3,3	2,4
Granica obnovljivosti (R) g/l	0,094	0,125	0,176	0,103	0,163	0,119
Vrste uzoraka A = pastis; dvostruke slijepo probe. B = pastis; dvostruke slijepo probe. C = pastis; dvostruke slijepo probe. D = pastis; dvostruke slijepo probe. E = pastis; jedno ponavljanje. F = pastis; jedno ponavljanje.						

Druga pića s ukusom anisa:

Uzorci	G	H	I	J
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	16	14	14	14
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	-	2	1	1
Broj prihvaćenih rezultata	32	28	28	28
Srednja vrijednost (x) g/l	0,778 0,530(*)	1,742	0,351	0,599
Standardna devijacija ponovljivosti (S <sub>r</sub> ) g/l	0,020	0,012	0,013	0,014
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	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 <sub>R</sub> ) g/l	0,031	0,029	0,021	0,030
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>R</sub> ) (%)	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; nivoa razdiobe (*). H = anis; dvostruke slijepo probe. I = liker s ukusom anisa; ponavljanje. J = liker s ukusom anisa; ponavljanje.				

#### V. GLICIRIZINSKA KISELINA. ODREĐIVANJE GLICIRIZINSKE KISELINE PRIMJENOM TEČNEHROMATOLOGRAFIJE VISOKIH PERFORMANSI

##### 1. Područje primjene

Ova metoda je prikladna za određivanje glicirizinske kiseline u alkoholnim pićima s aromom anisa primjenom tečnehromatografije visokih performansi (HPLC).

## 2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za upotrebu u analitičkoj laboratoriji – Zahtjevi i test metode

## 3. Princip

Koncentracija glicirizinske kiseline se određuje primjenom tečnehromatografije visokih performansi (HPLC) s UV detekcijom. Standardna rastvor i test uzorak se filtriraju i odvojeno injektuju direktno u sistem HPLC.

## 4. Reagensi

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

- 4.1. Etanol 96 % vol (CAS 64-17-5).
- 4.2. Amonijum glicirizinat (glicirizin)  $C_{42}H_{62}O_{16}.NH_3$  (amonijumova so glicirizinske kiseline) (Molekulska težina: 839,98) (CAS 53956-04-0): čistoće najmanje 90 % (Molekulska težina: glicirizinska kiselina 822,94).
- 4.3. Glacijalnasirćetna 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 HPLC rastvora za eluiranje

4.6.1. Rastvarač A za eluiranje (primjer)

80 dijelova (zapreminskih) vode (2.0.)

20 dijelova (zapreminskih) sirćetne kiseline (4.3.).

Rastvarač za eluiranje se degazira u trajanju od pet minuta.

Napomena: Ako voda koja se koristi nije mikrofiltrirana, preporučuje se filtrirati pripremljen rastvarač za (eluiranje) na filteru za organskerastvarače s veličinom pora koja je manja ili jednaka 0,45  $\mu m$ .

4.6.2. Rastvarač za (eluiranje) B

Metanol (4.4.).

4.7. Priprema standardnih rastvora

Svi standardni rastvori moraju biti svježije pripremljeni nakon dva mjeseca.

4.7.1. Referentni rastvor C

Izvaga se s preciznošću 0,1 mg, 25 mg amonijum glicirizinata (glicirizina), (4.2.) u normalni sud od 100 ml. Doda se nešto 50 % vol etanola (4.5.) i rastvori amonijum glicirizinat (glicirizin). Kada se rastvori normalni sud sedopuni do oznake s 50 % vol etanolom (4.5.).

Filtrira se kroz filter za organske rastvarače.

4.7.2. Standardni rastvori koji se koriste za provjeru linearnosti odziva detektora

1,0 g/l osnovnog rastvora se pripremi vaganjem, sa preciznošću 0,1 mg, 100 mg amonijum glicirizinata u normalnom sudu od 100 ml. Doda se nešto 50 % vol etanola (4.5.) i rastvori amonijum glicirizinat. Kada se rastvori normalni sud se dopuni do oznake 50 % vol etanolom (4.5.).

Pipetiranjem se pripreme najmanje četiri drugarastvora koje sadrže 0,05; 0,10; 0,25 i 0,50 g/l amonijum glicirizinata odnosno 5, 10, 25 i 50 ml 0,1 g/l osnovnog rastvora u odvojene normalne sudove od 100 ml. Zatim se dopuni do oznake s 50 % vol etanolom te dobro promiješa.

Svi rastvori se filtriraju kroz filter za organskerastvarače.

## 5. Aparatura

5.1. Sistem za razdvajanje

5.1.1. Tečnehromatograf visokih performansi.

5.1.2. Sistem pumpi koji omogućava postizanje i zadržavanje konstantne ili programirane brzine protoka s visokom preciznošću.

5.1.3. UV spektrofotometrijski sistem detekcije: mora biti postavljen na 254 nm.

5.1.4. Sistem za degaziranje rastvarača.

5.2. Računski integrator ili uređaj za snimanje čiji rad je kompatibilan s ostatkom sistema.

5.3. Kolona (primjer):

Materijal: nerđajući čelik ili staklo

Unutrašnji prečnik: 4 do 5 mm

Dužina: 100 do 250 mm

Stacionarna faza: umreženi silicijum s (poželjno sferičnom) oktadecilnom funkcionalnom grupom (C18), maksimalne veličine čestica: 5  $\mu m$ .

5.4. Laboratorijska oprema

5.4.1. Analitička vaga s preciznošću 0,1 mg

5.4.2. Odmjerno posuđe A klase

5.4.3. Mikromembranska filtracija pogodna za male zapremine.

## 6. Hromatografski uslovi

6.1. Karakteristike eluiranja (primjer):

– brzina protoka: 1 ml/min,

– rastvarač A = 30 %,

– rastvarač B = 70 %.

6.2. Detekcija:

– UV = 254 nm

## 7. Postupak

7.1. Priprema uzorka alkoholnog pića

Filtrira se, ako je potrebno, kroz filter za organskerastvarače (prečnik pora: 0,45  $\mu m$ ).

7.2. Određivanje

Kada se hromatografski uslovi stabilizuju,

– injektuje se 20  $\mu l$  referentnog rastvora C (4.7.1.),

– injektuje se 20  $\mu l$  rastvora uzorka,

– uporede se dva hromatograma. Identifikuju se pikovi glicirizinske kiseline na osnovu njihovih retencionih vremena. Izmjere se njihove površine (ili visine) i izračuna se koncentracija u g/l na dva decimalna mjesta primjenom sljedeće jednačine:

$$h \times P \times 823$$

$$c = C \times \frac{\text{-----}}{\text{-----}}$$

$$H \times 100 \times 840$$

gdje je:

c = koncentracija u gramima po litri glicirizinske kiseline u alkoholnom piću koje se analizira

C = koncentracija u gramima po litri amonijum glicirizinata u referentnom rastvoru

h = površina (ili visina) pika glicirizinske kiseline u alkoholnom piću koje se analizira

H = površina (ili visina) pika glicirizinske kiseline u referentnom rastvoru

P = čistoća referentnog amonijum glicirizinata (u %)

823 = masa jednog mola glicirizinske kiseline

840 = masa jednog mola amonijum glicirizina.

#### 8. Karakteristike performansi metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja:

sljedeća tabela daje vrijednosti za glicirizinsku kiselinu.

Sljedeći podaci su dobijeni iz studija međunarodnog testiranja metode koje je sprovedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina međulaboratorijskog testiranja 1998

Broj laboratorija 16

Broj uzoraka 5

Analit glicirizinska kiselina

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	13	14	15	16	16
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	3	2	1	-	-
Broj prihvaćenih rezultata	26	28	30	32	32
Srednja vrijednost ( $\bar{x}$ ) g/l	0,046	0,092 (*),0,099	0,089	0,249	0,493
Standardna devijacija ponovljivosti ( $S_r$ ) g/l	0,001	0,001	0,001	0,002	0,003
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	1,5	1,3	0,7	1,0	0,6
Granica ponovljivosti (r) g/l	0,002	0,004	0,002	0,007	0,009
Standardna devijacija obnovljivosti ( $S_n$ ) g/l	0,004	0,007	0,004	0,006	0,013
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD <sub>n</sub> ) (%)	8,6	7,2	4,0	2,5	2,7
Granica obnovljivosti (R) g/l	0,011	0,019	0,010	0,018	0,037
Vrsta uzorka A = pastis; dvostruke slijepe probe.  B = pastis; nivoa razdiobe (*).  C = pastis; dvostruke slijepe probe.  D = pastis; dvostruke slijepe probe.  E = pastis; dvostruke slijepe probe.					

#### VI. KALKONI. METODA TEČNEHROMATOGRAFIJE VISOKIH PERFORMANSI ZA PROVJERU PRISUSTVA KALKONA U PASTISU

##### 1. Područje primjene

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

##### 2. Referentni standardi

ISO 3696:1987, Voda za upotrebu u analitičkoj laboratoriji – Zahtjevi i test metode

##### 3. Princip

Pripremi se referentni rastvor ekstrakta slatkog korijena. Prisutnost ili odsutnost kalkona se određuje primjenom tečnehromatografije visokih performansi (HPLC) s UV detekcijom.

##### 4. Reagensi

Tokom analize koriste se samo reagensi za HPLC. Etanol mora biti 96 % vol. Treba se koristiti samo voda stepenakvaliteta 3 u skladu s definicijom standarda ISO 3696.

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

4.2. Acetonitril, CH<sub>3</sub>CN, (CAS 75-05-8)

4.3. Referentna supstanca: *Glycyrrhiza glabra*: slatki korijen

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

4.4. Natrijum acetat, CH<sub>3</sub>COONa, (CAS 127-09-3)

4.5. Glacijalna sirćetna kiselina, CH<sub>3</sub>COOH, (CAS 64-19-7)

#### 4.6. Priprema rastvora

##### 4.6.1. Etanol 50 % vola

Za 1000 ml na 20°C:

– 96 % vol etanol (4.1.): 521 ml,

– Voda (2.0.): 511 ml.

##### 4.6.2. Rastvarač A: acetonitril

Acetonitril (4.2.) HPLC analitičke čistoće.

Degazira se.

##### 4.6.3. Rastvarač B: 0,1 M pufer rastvor natrijum acetata, pH = 4,66.

U normalnom sudu od 1000 ml izvaga se 8,203 g natrijum acetata (4.4.), doda se 6,005 g glacijalne sirćetne kiseline (4.5.) i dopuni do oznake s vodom (2).

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

##### 5.1. Izvaga se 10 g mljevenog slatkog korijena (*Glycyrrhiza glabra*) (4.3.) i stavi u destilacijsku tikvicu s okruglim dnom

– doda se 100 ml 50 % vol etanola (4.6.1.),

– refluksira se sat vremena,

– filtrira se,

– filtrat se odloži za kasniju upotrebu.

##### 5.2. S filtra se skine ekstrakt slatkog korijena

– stavi se u destilacijsku tikvicu s okruglim dnom,

– doda se 100 ml 50 % vol etanola (4.6.1.),

– refluksira se sat vremena,

– filtrira se. Filtrat se odloži za kasniju upotrebu.

##### 5.3. Ekstrakcija slatkog korijena se mora provesti tri puta za redom.

##### 5.4. Spoje se tri filtrata.

##### 5.5. Na rotacionom vakuum uparivaču se ispari faza rastvarača (iz 5.4.).

##### 5.6. Zaostali ekstrakt (iz 5.5.) se pomiješa s 100 ml 50 % vol etanola (4.6.1.).

#### 6. Aparatura

##### 6.1. Sistem za razdvajanje.

###### 6.1.1. Tečni hromatograf visokih performansi.

6.1.2. Sistem za pumpanje koji može postići i održati konstantnu ili programiranu brzinu protoka pri visokom pritisku.

6.1.3. Sistem detekcije UV/vidljivim spektrofotometrom koji može biti postavljen na 254 i 370 nm.

###### 6.1.4. Sistem za degaziranje rastvarača:

6.1.5. Termostatirani prostor s kolonom temperiran na  $40 \pm 0,1^\circ\text{C}$ .

6.2. Računski integrator ili uređaj za bilježenje čiji rad je kompatibilan s ostatkom sistema za razdvajanje.

##### 6.3. Kolona

Materijal: nerđajući čelik ili staklo

Unutrašnji prečnik: 4 do 5 mm

Stacionarna faza: umreženi silicijum s oktadecilnom funkcionalnom grupom (C18), Veličine čestica: najviše 5  $\mu\text{m}$  (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 hladnjakom koji se sastoji od, na primjer:

– tikvice s okruglim dnom od 250 ml sa standardnim grlom od brušenog stakla,

– 30 cm dugog povratnog hladnjaka, i

– izvora toplote (bilo kakva pirogena reakcija koja uključuje ekstrakt mora se izbjeći upotrebom odgovarajućeg sistema).

###### 6.4.3. Rotacionovakuum uparivač.

###### 6.4.4. Pribor za filtriranje (tj. Buchnerov lijevak).

##### 6.5. Hromatografski uslovi (primjer).

###### 6.5.1. Karakteristike eluiranjarastvarača A (4.6.2.) i B (4.6.3.):

– promjena gradijenta sa 20/80 (V/V) na 50/50 (V/V) za 15 minuta,

– promjena gradijenta sa 50/50 (V/V) na 75/25 (V/V) za pet minuta,

– jednaka jačina na 75/25 (V/V) za pet minuta,

– stabilizacija kolone između injektovanja,

– jednaka jačina 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 prisustva kalkona i zatim na 254 nm za detekciju glicirizinske kiseline.

Napomena: Promjena talasne dužine (s 370 na 254 nm) mora biti sprovedena 30 sekundi prije početka pika eluiranja glicirizinske kiseline.

#### 7. Postupak

##### 7.1. Priprema uzorka alkoholnog pića

Filtrira se kroz filter za organske rastvarače (prečnik pora: 0,45  $\mu\text{m}$ ).

##### 7.2. Priprema rezidualnog ekstrakta slatkog korijena (5.6.)

Prije analize se napravi razrjeđenje jedan naprema deset s 50 % vol etanolom (4.6.1.).

##### 7.3. Određivanje

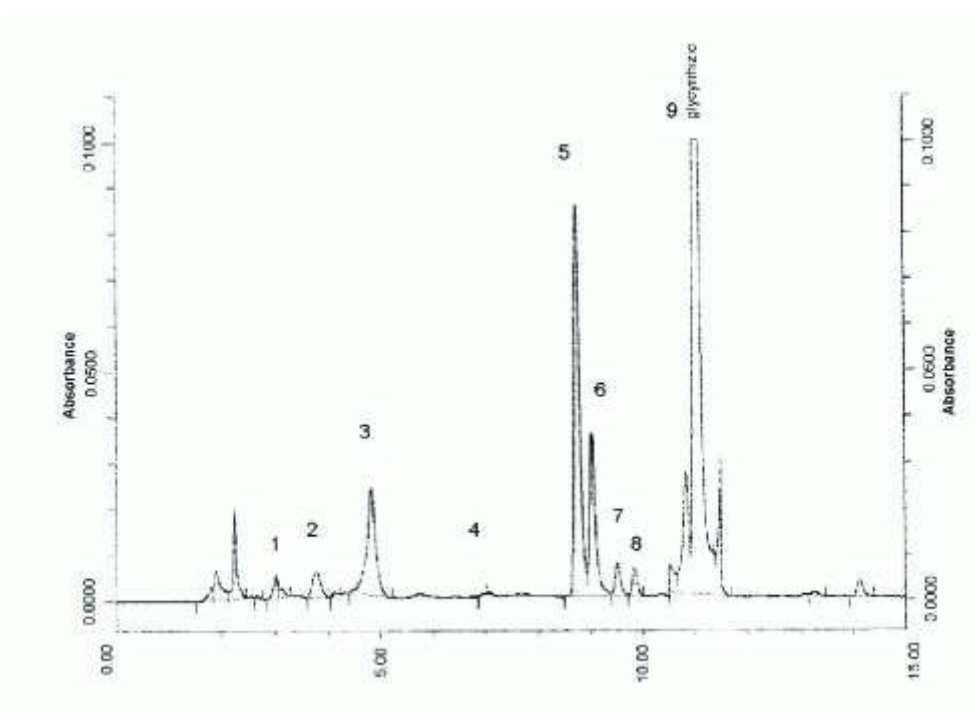
7.3.1. Injektuje se 20  $\mu\text{l}$  pripremljenog ekstrakta slatkog korijena (7.2.). Analiza se provodi primjenom hromatografskih uslova koji su gore opisani (6.5.).

7.3.2. Injektuje se 20  $\mu\text{l}$  uzorka (7.1.) (uzorak alkoholnog pića s ukusom anisa). Analiza se sprovodi primjenom hromatografskih uslova koji su gore opisani (6.5.).

7.3.3. Poređenje dva hromatograma. Mora postojati velika sličnost između dva hromatograma u zoni izlaza kalkona (tokom detekcije na 370 nm pod uslovima analize koji su gore opisani) (vidi Sliku 2.).



## 8. Karakteristični hromatogram za pastis



Slika 2.: HROMATOGRAM DOBIJEN GORE OPISANOM METODOM, PRIKAŽUJE PRISUSTVO KALKONA U »PASTISU«. PIKOVI 1 DO 8 SU KALKONI, A PIK 9 JE GLICIRIZINSKA KISELINA

## 9. Karakteristike performansi metode (preciznost)

Rezultati međulaboratorijskog testiranja:

sljedeća tabela daje rezultate za potvrđivanje prisutnosti ili odsutnosti kalkona u pastisu i alkoholnim pićima s ukusom anisa.

Sljedeći podaci su dobijeni iz studija međunarodnog testiranja metode koje je sprovedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina međulaboratorijskog 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
Procenat tačnih rezultata (%)	100	100	100	100	100	100
(*) Nedosljedni rezultati između dva duplikata koji se pripisuju grešci 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 prihvaćenih 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
Procenat tačnih rezultata (%)	100	100	100	100	100

Vrsta uzoraka:

A = pastis; dvostruke slijepe probe.

B = pastis; jedan uzorak.

C = pastis; jedan uzorak.

D = »pastis« (koji ne sadrži kalkone); dvostruke slijepe probe.

E = »pastis« (koji ne sadrži kalkone); dvostruke slijepe probe.

F = liker s ukusom anisa (koji ne sadrži kalkone); dvostruke slijepe probe.

G = liker s ukusom anisa (koji ne sadrži kalkone); dvostruke slijepe probe.

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

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

J = anis (koji ne sadrži kalkone); dvostruke slijepe probe.

K = »pastis« (koji ne sadrži kalkone); dvostruke slijepe probe.

## VII. ŽUMANCE. ODREĐIVANJE KONCENTRACIJE ŽUMANCA U ALKOHOLNIM PIĆIMA – FOTOMETRIJSKA METODA

### 1. Područje primjene

Ova metoda je prikladna za određivanje koncentracije žumanca u rasponu od 40 do 250 g/l u liker u od jaja i liker u sa jajima.

### 2. Referentni standardi

ISO 3696:1897 Voda za upotrebu u analitičkoj laboratoriji – Zahtjevi i test metode.

### 3. Princip

Fosforna jedinjenja rastvorljiva u etanolu koja su pronađena u žumancu se ekstrahuju i analiziraju fotometrijski kao kompleks fosfornog molibdata.

### 4. Reagensi

4.1. Redestilisana voda

4.2. Dijatomejska zemlja

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

4.4. 15% rastvor magnezijum acetata (CAS 16674-78-5)

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

4.6. 1 N sumporne kiselina

4.7. 0,16 g/l kalijum dihidrogen fosfata (CAS 778-77-0), rastvor  $\text{KH}_2\text{PO}_4$

4.8. Reagens za određivanje fosfata:

Rastvori se 20 g amonijum molibdata (CAS 12054-85-2),  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4 \text{H}_2\text{O}$  u 400 ml vode na 50°C;

Rastvori se, u drugoj posudi, 1 g amonijum vanadata (CAS 7803-55-6),  $\text{NH}_4\text{VO}_3$ , u 300 ml vruće vode, ostavi se da se ohladi, i zatim doda 140 ml koncentrovane azotne kiseline (CAS 7697-37-2). Ohlađenirastvori se spoje u odmjernu tikvicu od 1000 ml i dopuni do oznake.

### 5. Aparatura

5.1. Konusna tikvica od 100 ml

5.2. Ultrazvučno kupatilo (ili magnetna mješalica)

5.3. Odmjerna tikvica od 100 ml

5.4. Vodeno kupatilo na 20°C

5.5. Filter (Whatman br. 4 ili ekvivalentni)

5.6. Porcelanski (ili platinasti) lončić

5.7. Parno vodeno kupatilo

5.8. Zagrijana električna ploča sa regulacijom

5.9. Mufolna peć

5.10. Odmjerna tikvica od 50 ml

5.11. Odmjerna tikvica 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. Odvaga se 10 g uzorka u konusnu tikvicu od 100 ml (5.1.).

7.1.2. Postepeno se dodaje 70 ml etanola (4.3.) u malim količinama, promućka se nakon svakog dodavanja, i stavi u ultrazvučno kupatilo (5.2.) na 15 minuta (ili se promiješa s magnetnom mješalicom (5.2.) 10 minuta na sobnoj temperaturi).

7.1.3. Sadržaj se iz konusne tikvice prebaci u odmjernu tikvicu od 100 ml (5.3.) uz ispiranje etanolom (4.3.). Do kalibracione oznake se dopuni etanolom (4.3.) i tikvica se stavi u vodeno kupatilo na 20°C (5.4.). Podesi se do kalibracione 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 se prebaci u porcelanski (ili platinasti) lončić (5.6.). Filtrat se zatim mora koncentrisatilaganim isparavanjem u parnom vodenom kupatilu(5.7.), uz dodatak 5 ml 15% magnezijum acetata (4.4.).

7.1.6. Lončići se stave na zagrijanu električnu ploču sa regulacijom (5.8.) i zagrijavaju se dok se ne dobije suva materija.

7.1.7. Ostatak se spali na 600°C u mufolnoj peći (5.9.) dok pepeo ne pobijeli, najmanje 1,5 sat, ali se može ostaviti i preko noći.

7.1.8. Pepeo se rastvoru u 10 ml 10 % sumporne kiseline (4.5.) i prebaci se uz ispiranje destilovanom vodom u odmjernu tikvicu od 50 ml (5.10.), dopuni se do oznake destilovanom vodom na sobnoj temperaturi (4.1.). 5 ml alikvota rastvora pepela koristi se za pripremu rastvora uzorka za analizu fosfata fotometrijom.

7.2. Analiza fosfata fotometrijom

7.2.1. Komparativni rastvor

7.2.1.1. Stavi se 10 ml 10 % sumporne kiseline (4.5.) u odmjernu tikvicu od 50 ml (5.10.) i dopuni do oznake destilovanom vodom (4.1.).

7.2.1.2. U 5 ml alikvota tograstvora (7.2.1.1.) koji se nalazi u odmjernoj tikvici od 20 ml (5.11.), doda se 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 2 ml reagensa za određivanje fosfata (4.8.) i dopuni do oznake od 20 ml destilovanom vodom (4.1.).

7.2.1.3. Začepi se labavo umetnutim čepom, promućka, i zagrijava u parnom vodenom kupatilu (5.7.) 10 minuta, zatim se hladi u vodenom kupatilu na 20°C (5.4.) 20 minuta.

7.2.1.4. Napuni se kiveta od 1 cm (5.13.) komparativnim rastvorom.

7.2.2. Rastvor uzorka

7.2.2.1. U 5 ml alikvota rastvora pepela (7.1.8.) koji se nalazi u odmjerne tikvici od 20 ml (5.11.), doda se 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 2 ml reagensa za određivanje fosfata (4.8.) i dopuni do oznake od 20 ml destilovanom vodom (4.1.).

7.2.2.2. Začepi se labavo umetnutim čepom, promućka, i zagrijava u parnom vodenom kupatilu (5.7.) 10 minuta, zatim se hladi u vodenom kupatilu na 20°C (5.4.) 20 minuta.

7.2.2.3. Žuti rastvor koja se dobije se odmah analizira spektrofotometrijski (5.12.) u kiveti od 1 cm (5.13.) na 420 nm u odnosu na komparativni rastvor (7.2.1.4.).

7.2.3. Kalibraciona kriva

7.2.3.1. Da bi se konstruisala kalibracijska kriva, doda se po 2 ml alikvota reagensa za određivanje fosfata (4.8.) u odmjerne tikvice 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 rastvora kalijum dihidrogen fosfata (4.7.) i dopuni do oznake od 20 ml destilovanom vodom (4.1.).

7.2.3.2. Začepi se labavo umetnutim čepom, promućka, i zagrijava u parnom vodenom kupatilu (5.7.) 10 minuta, zatim se hladi u vodenom kupatilu na 20°C (5.4.) 20 minuta i analizira spektrofotometrijski u kiveti od 1 cm (5.13.) na 420 nm u odnosu na komparativnu rastvor (7.2.1.4.).

7.2.3.3. Konstruisanje kalibracione krive:

Rastvor dihidrogen fosfata (ml)	0	2	4	6	8	10
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (mg)	0	0,167	0,334	0,501	0,668	0,835

## 8. Izražavanje rezultata

Sadržaj žumanca u g/l se izračunava iz sljedeće formule:

$$\text{g/l žumanca} = \text{mg P}_2\text{O}_5 \times \frac{110 \times \text{gustina}}{E/40}$$

gdje je:

110 = faktor konverzije za ukupni P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> u g u 100 g žumanca

mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> = vrijednost utvrđena iz kalibracione krive

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

E = težina likera na bazi jaja u g

40 = faktor razblaženja za 5 ml alikvota rastvora pepela.

## 9. Karakteristike performansi metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog poređenja:

sljedeća tablica daje vrijednosti za žumanac.

Sljedeći podaci su dobijeni iz međunarodnog istraživanja sprovođenja metode koje je sprovedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina međulaboratorijskog testiranja 1998

Broj laboratorija 24

Broj uzoraka 5

Analit žumanjak

Uzorci	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 (x̄)	147,3	241,1	227,4	51,9(*) 72,8(*)	191,1
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) g/l	2,44	4,24	3,93	1,83	3,25
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD <sub>r</sub> ) (%)	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 <sub>R</sub> ) (%)	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; dvostruke slijepe probe.					
B = advocaat; dvostruke slijepe probe.					
C = advocaat; dvostruke slijepe probe.					
D = advocaat (razrijeđeni); nivoaraspodjele (*).					
E = advocaat; dvostruke slijepe probe.					

## VIII. ODREĐIVANJE UKUPNE KISELOSTI

### 1. Područje primjene

Metoda je validovana u međulaboratorijskom ispitivanju za rum, brandy, rakiju od komine i rakiju od voća na koncentracionim nivoima u rasponu od 30 mg/l do 641 mg/l.

### 2. Referentni standardi

ISO 3696: 1987 Voda za analitičku upotrebu – Specifikacija i metode ispitivanja.

### 3. Definicije

3.1. Isparljiva kiselost izračunava se oduzimanjem fiksne kiselosti od ukupne kiselosti.

3.2. Ukupna kiselost je zbir titracionih kiselosti.

3.3. Fiksna kiselost je kiselost rezidua preostalog nakon isparavanja jakog alkoholnog pića do suva.

### 4. Princip

Ukupna kiselost i fiksna kiselost utvrđuju se titracijom ili potenciometarskom titracijom.

### 5. Reagensi i materijali

Tokom analize, osim ako nije drugačije navedeno, upotrebljavaju se samo reagensi priznatog analitičkog kvaliteta i stepena kvaliteta vode od najmanje 3, kako je definisano u normi ISO 3696:1987.

5.1. 0,01 M rastvor natrijum hidroksida (NaOH)

5.2. Rastvor miješanog indikatora:

Odvaga se 0,1 g boje indigo carmine i 0,1 g fenol crvene.

Rastvori ih se u 40 ml vode i do 100 ml napuni etanolom.

### 6. Uređaji i oprema

Laboratorijska oprema, stakleni pribor A klase i ostalo:

6.1. Pumpa za vodu

6.2. Rotacioni vakuum uparivač ili ultrazvučno kupatilo

6.3. Oprema za potenciometrijsku titraciju (neobvezno)

### 7. Uzorkovanje i uzorci

Uzorci se skladište na sobnoj temperaturi prije analize.

### 8. Postupak

8.1. Ukupna kiselost

8.1.1. Priprema uzorka

Jako alkoholno piće degazira se ultrazvukom ili miješanjem dva minuta u vakuumu kako bi se iz njega uklonio ugljen-dioksid ako je to potrebno.

8.1.2. Titracija

U Erlenmeyerovu tikvicu od 500 ml pipetira se 25 ml jakog alkoholnog pića.

Doda se oko 200 ml ohlađene prokuvane destilivane vode (svakodnevno svježe pripremljene) i dvije do šest kapi rastvora miješanog indikatora (5.2.).

Titriše se s 0,01 M rastvorom natrijum hidroksida (5.1.) sve dok se boja ne promijeni iz žutozelene u ljubičastu kod bezbojnih jakih alkoholnih pića, odnosno iz žutosmeđe u crvenosmeđu u slučaju jakih alkoholnih pića smeđe boje.

Titracija može biti i potenciometarska, do pH od 7,5.

Zapremina 0,01 M dodatograstvora natrijum hidroksida označiti sa  $n_2$  ml.

8.1.3. Proračun

Ukupna kiselost (engl. total acidity, TA) izražena u miliekvivalentima po litru jakog alkoholnog pića odgovara  $0,4 \times n_2$ .

Ukupna kiselost (TA) izražena u miligramima sirćetne kiseline po litru jakog alkoholnog pića odgovara  $24 \times n_2$ .

8.2. Fiksna kiselost

8.2.1. Priprema uzorka

Upariti 25 ml jakog alkoholnog pića do suva.

Pipetirati 25 ml jakog alkoholnog pića u cilindričnoj posudi za isparavanje s ravnim dnom promjera 55 mm. Tokom prvog sata isparavanja, posuda za isparavanje stavi se na poklopac ključajućeg vodenog kupatila tako da tečnostne ključa, jer bi to moglo dovesti do gubitka zbog prskanja.

Sušenje se završi stavljanjem posude za isparavanje na dva sata u sušnicu na 105 °C. Posudu za isparavanje ostaviti da se ohladi u sušnici.

8.2.2. Titracija

Rastvoriti rezidue preostale nakon isparavanja ohlađenom prokuvanom destilovanom vodom (svakodnevno svježe pripremljenom) i dopuniti do približno 100 ml te dodati dvije do šest kapi rastvora miješanog indikatora (5.2.).

Titrisati sa 0,01 M rastvorom natrijum hidroksida (5.1.).

Titracija može biti i potenciometarska, do pH od 7,5.

Zapremina 0,01 M dodatograstvora natrijum hidroksida označiti sa  $n_2$  ml.

8.2.3. Proračun

Fiksna kiselost (engl. fixed acidity, FA) izražena u miliekvivalentima po litru jakog alkoholnog pića odgovara  $0,4 \times n_2$ .

Fiksna kiselost (FA) izražena u miligramima sirćetne kiseline po litru jakog alkoholnog pića odgovara  $24 \times n_2$ .

9. Proračun isparljive kiselosti

9.1. Izraženo u miliekvivalentima po litru:

Neka je:

TA = ukupna kiselost u miliekvivalentima po litru

FA = fiksna kiselost u miliekvivalentima po litru

Isparljiva kiselost, VA (engl. volatile acidity) u miliekvivalentima po litru odgovara:

TA – FA

9.2. Izraženo u miligramima sirćetne kiseline po litru:

Neka je:

TA' = ukupna kiselost u miligramima sirćetne kiseline po litru

FA' = fiksna kiselost u miligramima sirćetne kiseline po litru

Isparljiva kiselost, VA u miligramima sirćetne kiseline po litru odgovara:

TA' – FA'

9.3. Izraženo u gramima sirćetne kiseline po hektolitr čistog stopostotnog alkohola odgovara:

(TA'-FA')/A x 10

pri čemu je A alkoholna jačina po zapremini jakog alkoholnog pića.

#### 10. Svojstva metode (preciznost)

10.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog ispitivanja

Sledeći podaci su dobijeni iz međunarodnog ispitivanja svojstava metode koje je sprovedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina međulaboratorijskog ispitivanja 2000.

Broj laboratorija 18

Broj uzoraka 6

Uzorci	A	B	C	D	E	F
Broj laboratorija zadržan nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	16	18	18	14	18	18
Broj ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	2			4		
Broj prihvaćenih rezultata	32	36	36	28	36	36
Srednja vrijednost ( $\bar{x}$ ) [mg/l]	272* 241*	30	591* 641*	46	107	492
Standardna devijacija ponovljivosti, $s_r$ [mg/l]	8,0	3,6	15,0	3,7	6,7	8,5
Relativna standardna devijacija ponovljivosti, RSD <sub>r</sub> [%]	3,1	11,8	2,4	8,0	6,2	1,7
Granica ponovljivosti, $r$ [mg/l]	23	10	42	10	19	24
Standardna devijacija obnovljivosti, $s_R$ [mg/l]	8,5	8,4	25,0	4,55	13,4	24,4
Relativna standardna devijacija obnovljivosti, RSD <sub>R</sub> [%]	3,3	27,8	4,1	9,9	12,5	5,0
Granica obnovljivosti, $R$ [mg/l]	24	23	70	13	38	68

Vrste uzoraka:

A brandy od šljiva; stepen razdvajanja\*

B rum I.; dvostruke slijepe probe

C rum II.; stpen razdvajanja\*

D šljivovica; dvostruke slijepe probe

E brandy; dvostruke slijepe probe

F rakija od komine; dvostruke slijepe probe

## X. ODREĐIVANJE UKUPNIH ŠEĆERA

### 1. Područje primjene

Metoda HPLC-RI primjenjiva je za određivanje ukupnog šećera (izraženog kao invertni šećer) u jakim alkoholnim pićima, osim likera koji sadrže proizvode od jaja i mlijeka.

Metoda je validovana u međulaboratorijskom ispitivanju za pastis, destilovani anis, liker od trešanja, krem liker od (naziv upotrijebljenog voća ili sirovine) i crème de cassis, na nivoima od 10,86 g/l do 509,7 g/l. Međutim, linearnost odziva instrumenta dokazana je za raspon koncentracije od 2,5 g/l do 20,0 g/l.

Ta metoda nije namijenjena određivanju niskih nivoa šećera.

### 2. Referentni standardi

ISO 3696:1987 Voda za analitičku upotrebu – Specifikacija i metode ispitivanja.

### 3. Princip

Analiza rastvora šećera tečnom hromatografijom visokih performansi radi određivanja koncentracija glukoze, fruktoze, saharoze, maltoze i laktoze u njima.

U toj se metodi upotrebljava stacionarna faza alkil amina i određivanje diferencijalnom refraktometrijom i navodi se kao primjer. Moguća bi bila i upotreba smole za anionsku izmjenu kao stacionarne faze.

### 4. Reagensi i materijali

4.1. Glukoza (CAS 50-99-7), čistoće od najmanje 99 %.

4.2. Fruktoza (CAS 57-48-7), čistoće od najmanje 99 %.

4.3. Saharoza (CAS 57-50-1), čistoće od najmanje 99 %.

4.4. Laktoza (CAS 5965-66-2), čistoće od najmanje 99 %.

4.5. Maltoza-monohidrat (CAS 6363-53-7), čistoće od najmanje 99 %.

4.6. Čisti acetonitril (CAS 75-05-8) za HPLC analizu.

4.7. Destilovana ili demineralizovana voda, ako je moguće mikrofiltrirana.

4.8. Rastvarači (primjer)

Rastvor za eluiranje sastoji se od sledećeg:

75 zapreminskih dijelova acetonitrila (4.6.),

25 zapreminskih dijelova destilovane vode (4.7.).

Radi degaziranja, sporo propuštati helijum 5 do 10 minuta prije upotrebe.

Ako voda koja se upotrebljava nije mikrofiltrirana, rastvarač je potrebno filtrirati pomoću filtera za organske rastvarače sa veličinom pora koja je manja ili jednaka 0,45  $\mu\text{m}$ .

4.9. Apsolutni etanol (CAS 64-17-5).

4.10. Rastvor etanola (5 %, v/v).

4.11. Priprema osnovnog standardnog rastvora (20 g/l).

Odvaga se 2 g svakog od šećera za analizu (4.1. do 4.5.), prenesu se bez gubitka u normalni sud od 100 ml. (Napomena: 2,11 g maltoze monohidrata je ekvivalent 2 g maltoze).

Dopuni se do 100 ml 5% alkoholnim rastvorom (4.10.), protrese i čuva na oko + 4 °C.

Novi radni rastvor priprema se jednom nedeljno.

4.12. Priprema radnih standardnih rastvora (2,5, 5,0, 7,5, 10,0 i 20,0 g/l)

Razblaži se osnovni rastvor, 20 g/l (4.11.) 5% alkoholnim rastvorom (4.10.) radi dobijanja pet radnih standardnih rastvora od 2,5, 5,0, 7,5, 10,0 i 20,0 g/l. Filtrirati pomoću filtera sa veličinom pora koja je manja ili jednaka 0,45 µm (5.3.).

#### 5. Uređaji i oprema

5.1. HPLC sistem kojim se može postići rezolucija svih šećera na baznoj liniji.

5.1.1. Tečni hromatogram visokih performansi sa šestostranim ventilom za injektiranje opremljenim petljom od 10 µl ili bilo kojim drugim automatskim ili ručnim uređajem za pouzdano injektiranje mikrovolumena.

5.1.2. Sistem pumpi koji omogućuje postizanje i održavanje stalne ili programirane brzine protoka sa visokom preciznošću.

5.1.3. Diferencijalni refraktometar.

5.1.4. Računalni integrator ili uređaj za snimanje čiji rad je kompatibilan sa ostatkom sistema.

5.1.5. Predkolona:

Preporučuje se da predkolona bude pričvršćena na analitičku kolonu.

5.1.6. Kolona (primjer): Materijal:

nerđajući čelik ili staklo.

Unutrašnji promjer:

2 – 5 mm.

Dužina:

100 – 250 mm (zavisno od veličine čestica punjenja), na primjer 250 mm ako je promjer čestica 5 µm.

Stacionarna faza:

funkcionalne grupe alkilamina, vezane na silicijum dioksid maksimalne veličine čestica od 5 µm.

5.1.7. Hromatografski uslovi (primjer):

Rastvarač za eluiranje (4.8.), brzina protoka: 1 ml/minuta.

Detekcija: diferencijalna refraktometrija.

Kako bi se osigurala potpuna stabilnost detektora, potrebno ga je uključiti nekoliko sati prije upotrebe. Referentnu ćeliju potrebno je napuniti rastvaračem za eluiranje.

5.2. Analitička vaga sa preciznošću očitavanja od 0,1 mg.

5.3. Pribor za filtraciju malih zapremina upotrebom mikromembrane od 0,45 µm.

#### 6. Čuvanje uzoraka

Uzorci se po prijemu čuvaju na sobnoj temperaturi prije analize.

#### 7. Postupak

7.1. DIO A: Priprema uzorka

7.1.1. Promiješati uzorak.

7.1.2. Filtrirati uzorak kroz filter sa veličinom pora koja je manja ili jednaka 0,45 µm (5.3.).

7.2. DIO B: HPLC

7.2.1. Određivanje

Injektirati 10 µL standardnih rastvora (4.12.) i uzoraka (7.1.2.). Analizu sprovesti u odgovarajućim hromatografskim uslovima, na primjer onima prethodno opisanim.

7.2.2. Ako određeni pik uzorka ima veću površinu (ili visinu) od odgovarajućeg pika u standardu najveće koncentracije, taj bi uzorak trebalo razblažiti destilovanom vodom i ponovo ga analizirati.

#### 8. Proračun

Uporediti dva hromatograma dobijena za standardni rastvor i jako alkoholno piće. Identifikovati pikove na osnovu njihovih retencionih vremena.

Izmjeriti njihove površine (ili visine) kako bi se izračunala koncentracija metodom eksternog standarda. Uzeti u obzir sva razblaženja uzorka.

Konačni je rezultat zbir saharoze, maltoze, laktoze, glukoze i fruktoze izražen kao invertni šećer u g/l.

Invertni šećer izračunava se kao zbir svih prisutnih monosaharida i redukujućih disaharida uvećan za stehiometrijsku količinu glukoze i fruktoze izračunanu na osnovu prisutne saharoze.

Invertni šećer (g/l) = glukoza (g/l) + fruktoza (g/l) + maltoza (g/l) + laktoza (g/l) + (saharozna (g/l) × 1,05)

1,05 = (molekularna masa fruktoze + molekularna masa glukoze)/molekularna masa saharoze

#### 9. Svojstva metode (preciznost)

9.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog ispitivanja

Sledeći podaci su dobijeni iz međunarodnog ispitivanja svojstava metode koje je sprovedeno u skladu sa međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina međulaboratorijskog ispitivanja 2000.

Broj laboratorija 24

Broj uzoraka 8

Tabela 1.  
Fruktoza, glukoza, maltoza

Analit	Fruktoza		Glukoza			Maltoza	
	Crème de cassis	Standard (50 g/l)	Jako alkoholno piće aromatizovano anisom	Crème de cassis	Standard (50 g/l)	Jako alkoholno piće aromatizovano anisom	Standard (10 g/l)
Srednja vrijednost [g/l]	92,78	50,61	15,62	93,16	50,06	15,81	9,32
Broj laboratorija bez ekstremnih vrijednosti	21	22	21	23	19	21	22
Standardna devijacija ponovljivosti, s <sub>r</sub> , [g/l]	2,34	2,12	0,43	3,47	1,01	0,48	0,54
Relativna standardna devijacija	2,53	4,2	2,76	3,72	2,03	3,02	5,77

ponovljivosti, RSD <sub>r</sub> [%]							
Granica ponovljivosti, r [mg/l] ( $r = 2,8 \times s_r$ )	6,56	5,95	1,21	9,71	2,84	1,34	1,51
Standardna devijacija obnovljivosti, s <sub>R</sub> [g/l]	7,72	3,13	0,84	9,99	2,7	0,88	1,4
Relativna standardna devijacija obnovljivosti, RSD <sub>R</sub> [%]	8,32	6,18	5,37	10,72	5,4	5,54	15,06
Granica obnovljivosti, R [g/l] ( $R = 2,8 \times s_R$ )	21,62	8,76	2,35	27,97	7,57	2,45	3,93

Tabela 2.  
Saharoza

Analit	Saharoza					
	Pastis	Ouzo	Liker od trešanja	Crème de menthe	Crème de cassis	Standard (100 g/l)
Srednja vrijednost [g/l]	10,83	29,2 19,7 (*)	103,33	349,96	319,84	99,83
Broj laboratorija bez ekstremnih vrijednosti	19	19	20	18	18	18
Standardna devijacija ponovljivosti, s <sub>r</sub> , [g/l]	0,09	0,75	2,17	5,99	4,31	1,25
Relativna standardna devijacija ponovljivosti, RSD <sub>r</sub> [%]	0,81	3,07	2,1	1,71	1,35	1,25
Granica ponovljivosti, r [mg/l] ( $r = 2,8 \times s_r$ )	0,25	2,1	6,07	16,76	12,06	3,49
Standardna devijacija obnovljivosti, s <sub>R</sub> [g/l]	0,79	0,92	4,18	9,94	16,11	4,63
Relativna standardna devijacija obnovljivosti, RSD <sub>R</sub> [%]	7,31	3,76	4,05	2,84	5,04	4,64
Granica obnovljivosti, R [g/l] ( $R = 2,8 \times s_R$ )	2,22	2,57	11,7	27,84	45,12	12,97

(\*) Nivo raspodjele

Tabela 3.  
Ukupni šećer

(Napomena: ovi su podaci izračunati za ukupan šećer, a ne invertni šećer definisan u prethodnom dijelu 8.)

Uzorci	Pastis	Ouzo	Jako alkoholno piće aromatizovano anisom	Liker od trešanja	Crème de menthe	Crème de cassis	Standard (220 g/l)
Srednja vrijednost [g/l]	10,86	29,2 19,7 (*)	31,59	103,33	349,73	509,69	218,78
Broj laboratorija bez ekstremnih vrijednosti	20	19	20	20	18	18	19
Standardna devijacija ponovljivosti, s <sub>r</sub> , [g/l]	0,13	0,75	0,77	2,17	5,89	5,59	2,71
Relativna standardna devijacija ponovljivosti, RSD <sub>r</sub> [%]	1,16	3,07	2,45	2,1	1,69	1,1	1,24
Granica	0,35	2,1	2,17	6,07	16,5	15,65	7,59

ponovljivosti, $r$ [mg/l] ( $r = 2,8 \times s_r$ )							
Standardna devijacija obnovljivosti, $s_r$ [g/l]	0,79	0,92	1,51	4,18	9,98	14,81	8,53
Relativna standardna devijacija obnovljivosti, $RSD_R$ [%]	7,25	3,76	4,79	4,04	2,85	2,91	3,9
Granica obnovljivosti, $R$ [g/l] ( $R = 2,8 \times s_r$ )	2,21	2,57	4,24	11,7	27,94	41,48	23,89

(\*) Nivo raspodjele

#### FORMULA ZA IZRAČUNANJE ALKOHOLNE JAČINE MJEŠAVINE ETANOL-VODA

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

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

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

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

$$\rho = A_1 + \sum_{k=2}^{12} A_k p^{k-1} + \sum_{k=1}^6 B_k (t-20^{\circ}\text{C})^k + \sum_{i=1}^n \sum_{k=1}^m C_{i,k} p^k (t-20^{\circ}\text{C})^i$$

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

Brojčani koeficijenti u formuli:

k	$A_k$ $\text{kg}/\text{m}^3$	$B_k$	$C_{1,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C})$	$C_{2,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^2)$	$C_{3,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^3)$	$C_{4,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^4)$	$C_{5,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^5)$
1	$9,982012300 \times 10^2$	$-2,0618513 \times 10^{-1} \text{ kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C})$	$1,693443461530087 \times 10^1$	$-1,193013005057010 \times 10^2$	$-6,802995733503803 \times 10^4$	$4,075376675622027 \times 10^6$	$-2,788074354782409 \times 10^8$
2	$-1,929769496 \times 10^2$	$-5,2682542 \times 10^{-3} \text{ kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^2)$	$1,046914743455169 \times 10^1$	$2,517399633803461 \times 10^1$	$1,876837790289664 \times 10^2$	$-8,763058573471110 \times 10^5$	$1,345612883493354 \times 10^8$
3	$3,891238958 \times 10^2$	$3,6130013 \times 10^{-5} \text{ kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^3)$	$7,196353469546523 \times 10^1$	$-2,170575700536993$	$-2,002561813734156 \times 10^1$	$6,515031360099368 \times 10^6$	
4	$-1,668103923 \times 10^3$	$-3,8957702 \times 10^{-7} \text{ kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^4)$	$-7,047478054272792 \times 10^1$	$1,353034988843029 \times 10^1$	$1,022992966719220$	$-1,515784836987210 \times 10^6$	
5	$1,352215441 \times 10^4$	$7,1693540 \times 10^{-9} \text{ kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^5)$	$3,924090430035045 \times 10^3$	$-5,029988758547014 \times 10^1$	$-2,895696483903638$		



6	$-8,829278388 \times 10^4$	$-9,9739231 \times 10^{-11}$ kg/(m <sup>3</sup> × °C <sup>6</sup> )	- 1,210164659068747 × 10 <sup>4</sup>	1,096355666577570 × 10 <sup>2</sup>	4,810060584300675		
7	$3,062874042 \times 10^5$		2,248646550400788 × 10 <sup>4</sup>	-1,422753946421155 × 10 <sup>2</sup>	-4,672147440794683		
8	$-6,138381234 \times 10^5$		- 2,605562982188164 × 10 <sup>4</sup>	1,080435942856230 × 10 <sup>2</sup>	2,458043105903461		
9	$7,470172998 \times 10^5$		1,852373922069467 × 10 <sup>4</sup>	-4,414153236817392 × 10 <sup>1</sup>	-5,411227621436812 × 10 <sup>-1</sup>		
10	$-5,478461354 \times 10^5$		-7,420201433430137 × 10 <sup>3</sup>	7,442971530188783			
11	$2,234460334 \times 10^5$		1,285617841998974 × 10 <sup>3</sup>				
12	$-3,903285426 \times 10^4$						

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

Za određivanje kvaliteta jakih alkoholnih pića koriste se sljedeće metode:

- 1) određivanje stvarne alkoholne jačine izražene volumenom (u daljnjem tekstu: alkoholna jačina) u alkoholnim pićima piknometrijom, elektronskom denzimetrijom i denzimetrijom uz upotrebu hidrostatske vage.
- 2) izračunavanje vrijednosti alkoholne jačine (% vol) na 20°C kao funkciju gustine na 20°C mješavine voda-alkohol;
- 3) određivanje ukupnog suvog ekstrakta gravimetrijskom metodom;
- 4) određivanje isparljivih komponenata i metanola metodom gasnehromatografije;
- 5) određivanje trans-aretola metodom gasnehromatografije;
- 6) određivanje glicirizinske kiseline metodom tečne hromatografije visokihperformansi (HPLC);
- 7) određivanje kalkona metodom tečne hromatografije visokihperformansi (HPLC);
- 8) određivanje koncentracije žumanca fotometrijskom metodom;
- 9) određivanje isparljive kiseline;
- 10) određivanje cijanovodične kiseline;
- 11) određivanje ukupnih šećera.

Mogu se primjenjivati i druge analitičke metode pod uslovom da su tačnost i preciznost, odnosno ponovljivost i obnovljivost metoda ekvivalentni onima dobijenim primjenom referentnih analitičkih metoda.

Kada nijesu date analitičke metode za određivanje prisutnosti i količine materija koje se nalaze u pojedinim alkoholnim pićima, mogu se koristiti sljedeće metode:

- 1) analitičke metode koje su potvrđene prema međunarodno priznatim postupcima;
- 2) analitičke metode usklađene sa preporučenim standardima Međunarodne organizacije za standardizaciju (ISO);
- 3) analitičke metode koje su priznate od Generalne skupštine Međunarodne organizacije za vinovu lozu i vino (OIV) i koje je ta organizacija objavila.

**Tabela: GUSTINA KAO FUNKCIJA TEMPERATURE I ALKOHOLNE JAČINE IZRAŽENE VOLUMENOM**

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

interval: 1°C; 1 % vol  
temperatura: od – 20°C do + 40°C  
Simboli i mjerne jedinice:  
 $\rho$  = gustina (kg/m<sup>3</sup>)  
q = alkoholna jačina izražena volumenom (% vol)  
t = temperatura (°C)

9	-20	-19	-18	-17	-16	-15	-14	-13	-12	-11	-10	0
0												0
1												1
2												2
3												3
4												4
5												5
6												6
7												7
8												8
9												9
10												10
11												11
12												12
13												13
14												14
15												15
16												16
17												17
18												18
19												19
20												20
21												21
22												22
23											978,29	23
24											977,87	24
25										977,60	977,44	25
26									977,37	977,19	977,00	26
27									976,97	976,76	976,54	27
28								976,78	976,55	976,30	976,05	28
29								976,36	976,09	975,81	975,52	29
30							976,18	975,89	975,59	975,28	974,96	30
31						976,01	975,70	975,38	975,05	974,71	974,36	31
32					975,85	975,51	975,17	974,81	974,45	974,09	973,71	32
33				975,68	975,32	974,95	974,58	974,20	973,81	973,41	973,01	33
34			975,50	975,12	974,73	974,33	973,93	973,52	973,10	972,68	972,25	34
35		975,30	974,90	974,44	974,07	973,65	973,22	972,78	972,34	971,89	971,43	35
36	975,08	974,66	974,23	973,79	973,35	972,90	972,44	971,98	971,51	971,04	970,56	36
37	974,88	973,94	973,48	973,02	972,55	972,07	971,59	971,11	970,62	970,12	969,62	37
38	973,61	973,14	972,66	972,17	971,68	971,18	970,68	970,17	969,66	969,14	968,62	38
39	972,75	972,26	971,76	971,25	970,73	970,21	969,69	969,16	968,63	968,09	967,55	39
40	971,82	971,30	970,78	970,25	969,71	969,18	968,63	968,08	967,53	966,97	966,41	40
41	970,80	970,27	969,72	969,18	968,62	968,06	967,50	966,94	966,37	965,79	965,22	41
42	969,71	969,15	968,59	968,03	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	967,29	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	964,76	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	961,86	961,23	960,59	959,95	959,30	958,66	958,01	957,35	956,70	47
48	961,59	960,95	960,32	959,67	959,02	958,37	957,72	957,06	956,40	955,74	955,07	48
49	960,01	959,36	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	953,71	953,03	952,35	951,67	50

<i>q</i>	-20	-19	-18	-17	-16	-15	-14	-13	-12	-11	-10	
50	958.36	957.71	957.05	956.39	955.72	955.05	954.38	953.71	953.03	952.35	951.67	50
51	956.67	956.00	955.34	954.67	953.99	953.32	952.64	951.96	951.27	950.58	949.89	51
52	954.92	954.25	953.57	952.90	952.22	951.53	950.85	950.16	949.46	948.77	948.07	52
53	953.12	952.45	951.77	951.08	950.39	949.70	949.01	948.31	947.61	946.91	946.21	53
54	951.29	950.60	949.91	949.22	948.53	947.83	947.13	946.43	945.72	945.02	944.31	54
55	949.40	948.71	948.02	947.32	946.62	945.92	945.21	944.50	943.79	943.08	942.37	55
56	947.49	946.79	946.09	945.38	944.68	943.97	943.26	942.54	941.83	941.11	940.39	56
57	945.53	944.83	944.12	943.41	942.70	941.98	941.26	940.55	939.82	939.10	938.38	57
58	943.54	942.83	942.12	941.40	940.68	939.96	939.24	938.52	937.79	937.06	936.33	58
59	941.52	940.80	940.08	939.36	938.64	937.91	937.19	936.46	935.73	934.99	934.26	59
60	939.46	938.74	938.02	937.29	936.56	935.83	935.10	934.37	933.63	932.89	932.15	60
61	937.38	936.65	935.92	935.19	934.46	933.72	932.98	932.25	931.51	930.76	930.02	61
62	935.26	934.53	933.80	933.06	932.32	931.58	930.84	930.10	929.35	928.61	927.86	62
63	933.12	932.38	931.64	930.90	930.16	929.42	928.67	927.92	927.17	926.42	925.67	63
64	930.95	930.21	929.46	928.72	927.97	927.22	926.47	925.72	924.96	924.21	923.45	64
65	928.75	928.00	927.25	926.50	925.75	925.00	924.24	923.49	922.73	921.97	921.21	65
66	926.52	925.77	925.01	924.26	923.50	922.75	921.99	921.23	920.47	919.70	918.94	66
67	924.26	923.50	922.75	921.99	921.23	920.47	919.70	918.94	918.18	917.41	916.64	67
68	921.97	921.21	920.45	919.69	918.92	918.16	917.39	916.62	915.86	915.09	914.32	68
69	919.65	918.88	918.12	917.35	916.59	915.82	915.05	914.28	913.51	912.74	911.98	69
70	917.29	916.53	915.76	914.99	914.22	913.45	912.68	911.91	911.13	910.36	909.58	70
71	914.91	914.14	913.37	912.60	911.83	911.05	910.28	909.50	908.73	907.95	907.17	71
72	912.49	911.72	910.95	910.18	909.40	908.63	907.85	907.07	906.29	905.51	904.73	72
73	910.04	909.27	908.50	907.72	906.94	906.17	905.39	904.60	903.82	903.04	902.25	73
74	907.56	906.79	906.01	905.23	904.45	903.67	902.89	902.11	901.32	900.54	899.75	74
75	905.05	904.27	903.49	902.71	901.93	901.15	900.37	899.58	898.79	898.01	897.22	75
76	902.50	901.72	900.94	900.16	899.38	898.59	897.81	897.02	896.23	895.44	894.65	76
77	899.92	899.14	898.36	897.58	896.79	896.01	895.22	894.43	893.64	892.84	892.05	77
78	897.31	896.53	895.75	894.96	894.17	893.38	892.59	891.80	891.01	890.21	889.42	78
79	894.67	893.88	893.10	892.31	891.52	890.73	889.94	889.14	888.35	887.55	886.75	79
80	891.99	891.20	890.41	889.62	888.83	888.04	887.24	886.45	885.65	884.85	884.05	80
81	889.28	888.49	887.70	886.90	886.11	885.31	884.52	883.72	882.92	882.12	881.31	81
82	886.53	885.74	884.94	884.15	883.35	882.55	881.75	880.95	880.15	879.34	878.54	82
83	883.75	882.95	882.15	881.35	880.55	879.75	878.95	878.14	877.34	876.53	875.72	83
84	880.92	880.12	879.32	878.52	877.72	876.91	876.10	875.30	874.49	873.68	872.86	84
85	878.06	877.25	876.45	875.64	874.83	874.02	873.21	872.40	871.59	870.77	869.96	85
86	875.14	874.33	873.52	872.71	871.90	871.08	870.27	869.46	868.64	867.82	867.00	86
87	872.16	871.35	870.54	869.72	868.91	868.09	867.27	866.45	865.63	864.81	863.99	87
88	869.13	868.31	867.49	866.67	865.85	865.03	864.21	863.39	862.57	861.74	860.92	88
89	866.01	865.19	864.37	863.55	862.73	861.90	861.08	860.25	859.43	858.60	857.77	89
90	862.81	861.99	861.17	860.34	859.51	858.69	857.86	857.03	856.20	855.38	854.55	90
91	859.51	858.69	857.86	857.04	856.21	855.38	854.55	853.72	852.89	852.06	851.23	91
92	856.10	855.27	854.45	853.62	852.79	851.96	851.13	850.30	849.47	848.64	847.81	92
93	852.55	851.73	850.91	850.08	849.25	848.43	847.60	846.77	845.94	845.11	844.28	93
94	848.86	848.04	847.22	846.40	845.57	844.75	843.92	843.10	842.27	841.44	840.61	94
95	845.01	844.20	843.38	842.56	841.74	840.92	840.10	839.27	838.45	837.62	836.80	95
96	840.98	840.18	839.37	838.55	837.74	836.92	836.10	835.28	834.46	833.64	832.82	96
97	836.78	835.97	835.17	834.36	833.55	832.74	831.92	831.11	830.29	829.47	828.65	97
98	832.39	831.59	830.78	829.97	829.16	828.35	827.54	826.72	825.90	825.08	824.26	98
99	827.83	827.02	826.20	825.38	824.56	823.74	822.92	822.10	821.27	820.44	819.62	99
100	823.12	822.27	821.43	820.58	819.73	818.89	818.04	817.19	816.35	815.50	814.66	100

t	-10	-9	-8	-7	-6	-5	-4	-3	-2	-1	0	
0											999,84	0
1											998,33	1
2											996,87	2
3										995,41	995,48	3
4										994,07	994,13	4
5										992,78	992,84	5
6									991,47	991,54	991,60	6
7									990,28	990,35	990,41	7
8									989,15	989,22	989,26	8
9								988,00	988,07	988,13	988,17	9
10								986,98	987,04	987,09	987,12	10
11								986,01	986,06	986,10	986,12	11
12							985,04	985,09	985,13	985,15	985,16	12
13							984,18	984,22	984,25	984,25	984,24	13
14						983,33	983,37	983,39	983,40	983,39	983,37	14
15						982,58	982,60	982,61	982,60	982,57	982,53	15
16					981,85	981,87	981,87	981,86	981,83	981,78	981,72	16
17					981,20	981,19	981,17	981,14	981,09	981,03	980,95	17
18				980,59	980,58	980,55	980,51	980,45	980,38	980,30	980,20	18
19				980,02	979,99	979,94	979,87	979,79	979,70	979,59	979,47	19
20			979,53	979,48	979,42	979,34	979,25	979,15	979,03	978,90	978,75	20
21		979,09	979,03	978,95	978,86	978,76	978,64	978,51	978,37	978,22	978,05	21
22		978,63	978,54	978,44	978,32	978,19	978,05	977,89	977,72	977,54	977,35	22
23	978,29	978,18	978,06	977,93	977,78	977,62	977,45	977,27	977,08	976,87	976,66	23
24	977,87	977,73	977,58	977,42	977,24	977,05	976,85	976,65	976,43	976,20	975,96	24
25	977,44	977,27	977,09	976,89	976,69	976,47	976,25	976,01	975,77	975,51	975,24	25
26	977,00	976,80	976,58	976,36	976,13	975,88	975,63	975,36	975,09	974,81	974,52	26
27	976,54	976,30	976,06	975,80	975,54	975,27	974,99	974,70	974,40	974,09	973,77	27
28	976,05	975,78	975,51	975,22	974,93	974,63	974,32	974,00	973,68	973,35	973,01	28
29	975,52	975,23	974,93	974,61	974,29	973,96	973,63	973,28	972,93	972,57	972,21	29
30	974,96	974,64	974,31	973,96	973,62	973,26	972,90	972,53	972,15	971,77	971,38	30
31	974,46	974,01	973,65	973,28	972,90	972,52	972,13	971,73	971,33	970,93	970,51	31
32	973,91	973,33	972,94	972,54	972,14	971,73	971,32	970,90	970,47	970,04	969,61	32
33	973,41	972,80	972,38	971,96	971,53	971,10	970,66	970,22	969,77	969,32	968,86	33
34	972,91	972,41	971,91	971,41	970,91	970,41	969,91	969,41	968,91	968,41	967,91	34
35	972,41	971,91	971,41	970,91	970,41	969,91	969,41	968,91	968,41	967,91	967,41	35
36	971,91	971,41	970,91	970,41	969,91	969,41	968,91	968,41	967,91	967,41	966,91	36
37	971,41	970,91	970,41	969,91	969,41	968,91	968,41	967,91	967,41	966,91	966,41	37
38	970,91	970,41	969,91	969,41	968,91	968,41	967,91	967,41	966,91	966,41	965,91	38
39	970,41	969,91	969,41	968,91	968,41	967,91	967,41	966,91	966,41	965,91	965,41	39
40	969,91	969,41	968,91	968,41	967,91	967,41	966,91	966,41	965,91	965,41	964,91	40
41	969,41	968,91	968,41	967,91	967,41	966,91	966,41	965,91	965,41	964,91	964,41	41
42	968,91	968,41	967,91	967,41	966,91	966,41	965,91	965,41	964,91	964,41	963,91	42
43	968,41	967,91	967,41	966,91	966,41	965,91	965,41	964,91	964,41	963,91	963,41	43
44	967,91	967,41	966,91	966,41	965,91	965,41	964,91	964,41	963,91	963,41	962,91	44
45	967,41	966,91	966,41	965,91	965,41	964,91	964,41	963,91	963,41	962,91	962,41	45
46	966,91	966,41	965,91	965,41	964,91	964,41	963,91	963,41	962,91	962,41	961,91	46
47	966,41	965,91	965,41	964,91	964,41	963,91	963,41	962,91	962,41	961,91	961,41	47
48	965,91	965,41	964,91	964,41	963,91	963,41	962,91	962,41	961,91	961,41	960,91	48
49	965,41	964,91	964,41	963,91	963,41	962,91	962,41	961,91	961,41	960,91	960,41	49
50	964,91	964,41	963,91	963,41	962,91	962,41	961,91	961,41	960,91	960,41	959,91	50

<i>q</i> / <i>t</i>	-10	-9	-8	-7	-6	-5	-4	-3	-2	-1	0	
50	951.67	950.99	950.30	949.61	948.92	948.23	947.53	946.83	946.13	945.43	944.73	50
51	949.89	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	942.37	941.65	940.93	940.21	939.49	938.76	938.04	937.31	936.58	935.85	935.12	55
56	940.39	939.67	938.94	938.22	937.49	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	935.60	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	932.15	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	927.86	927.11	926.36	925.61	924.85	924.10	923.34	922.58	921.83	921.06	920.30	62
63	925.67	924.92	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	917.36	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	918.94	918.18	917.41	916.64	915.88	915.11	914.33	913.56	912.79	912.01	911.24	66
67	916.64	915.87	915.11	914.34	913.56	912.79	912.02	911.24	910.46	909.69	908.91	67
68	914.32	913.55	912.77	912.00	911.22	910.45	909.67	908.89	908.11	907.33	906.55	68
69	911.96	911.19	910.41	909.64	908.86	908.08	907.30	906.52	905.73	904.95	904.16	69
70	909.58	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	899.89	899.11	898.31	897.52	896.73	895.94	895.14	894.34	73
74	899.75	898.96	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	894.65	893.86	893.06	892.27	891.47	890.67	889.87	889.07	888.27	887.47	886.66	76
77	892.05	891.26	890.46	889.66	888.86	888.06	887.26	886.46	885.65	884.85	884.04	77
78	889.42	888.62	887.82	887.02	886.22	885.42	884.62	883.81	883.00	882.19	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	884.05	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	878.09	877.28	876.47	875.66	874.84	874.03	873.21	81
82	878.54	877.73	876.92	876.11	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	872.86	872.05	871.24	870.42	869.61	868.79	867.97	867.15	866.33	865.51	864.68	84
85	869.96	869.14	868.33	867.51	866.69	865.87	865.05	864.23	863.40	862.58	861.75	85
86	867.00	866.19	865.37	864.54	863.72	862.90	862.08	861.25	860.42	859.60	858.77	86
87	863.99	863.17	862.35	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	855.96	855.13	854.29	853.46	852.63	88
89	857.77	856.94	856.12	855.29	854.46	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	846.98	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	840.11	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	833.10	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	807.06	806.22	100

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



<i>q</i> / <i>t</i>	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
50	944.73	944.02	943.32	942.60	941.89	941.18	940.46	939.74	939.02	938.29	937.56	50
51	942.88	942.17	941.45	940.74	940.02	939.30	938.57	937.84	937.12	936.38	935.65	51
52	941.00	940.28	939.56	938.83	938.11	937.38	936.65	935.91	935.18	934.44	933.70	52
53	939.07	938.35	937.62	936.89	936.16	935.42	934.69	933.95	933.21	932.46	931.72	53
54	937.11	936.38	935.65	934.91	934.18	933.44	932.69	931.95	931.20	930.46	929.70	54
55	935.12	934.38	933.64	932.90	932.16	931.42	930.67	929.92	929.17	928.42	927.66	55
56	933.09	932.35	931.61	930.86	930.11	929.36	928.61	927.86	927.10	926.35	925.59	56
57	931.03	930.28	929.54	928.79	928.04	927.28	926.53	925.77	925.01	924.25	923.48	57
58	928.94	928.19	927.44	926.69	925.93	925.17	924.41	923.65	922.89	922.12	921.35	58
59	926.82	926.07	925.31	924.56	923.80	923.03	922.27	921.51	920.74	919.97	919.19	59
60	924.68	923.92	923.16	922.40	921.63	920.87	920.10	919.33	918.56	917.79	917.01	60
61	922.50	921.74	920.98	920.21	919.45	918.68	917.91	917.13	916.36	915.58	914.80	61
62	920.30	919.54	918.77	918.00	917.23	916.46	915.68	914.91	914.13	913.35	912.57	62
63	918.07	917.31	916.54	915.76	914.99	914.22	913.44	912.66	911.88	911.09	910.31	63
64	915.82	915.05	914.28	913.50	912.72	911.95	911.16	910.38	909.60	908.81	908.02	64
65	913.54	912.77	911.99	911.21	910.43	909.65	908.87	908.08	907.29	906.50	905.71	65
66	911.24	910.46	909.68	908.90	908.11	907.33	906.54	905.75	904.96	904.17	903.37	66
67	908.91	908.12	907.34	906.56	905.77	904.98	904.19	903.40	902.60	901.81	901.01	67
68	906.55	905.76	904.98	904.19	903.40	902.61	901.81	901.02	900.22	899.42	898.62	68
69	904.16	903.38	902.59	901.80	901.00	900.21	899.41	898.61	897.81	897.01	896.20	69
70	901.75	900.96	900.17	899.37	898.58	897.78	896.98	896.18	895.38	894.57	893.76	70
71	899.31	898.52	897.72	896.92	896.13	895.32	894.52	893.72	892.91	892.10	891.29	71
72	896.84	896.04	895.25	894.45	893.64	892.84	892.04	891.23	890.42	889.61	888.79	72
73	894.34	893.54	892.74	891.94	891.14	890.33	889.52	888.71	887.90	887.08	886.27	73
74	891.81	891.01	890.21	889.40	888.59	887.79	886.97	886.16	885.35	884.53	883.71	74
75	889.25	888.45	887.64	886.83	886.02	885.21	884.40	883.58	882.77	881.95	881.13	75
76	886.66	885.86	885.05	884.24	883.42	882.61	881.79	880.98	880.16	879.33	878.51	76
77	884.04	883.23	882.42	881.61	880.79	879.97	879.16	878.33	877.51	876.69	875.86	77
78	881.38	880.57	879.76	878.94	878.13	877.31	876.48	875.66	874.84	874.01	873.18	78
79	878.69	877.88	877.06	876.25	875.43	874.60	873.78	872.96	872.13	871.30	870.47	79
80	875.97	875.15	874.33	873.51	872.69	871.87	871.04	870.21	869.38	868.55	867.72	80
81	873.21	872.39	871.57	870.74	869.92	869.09	868.27	867.44	866.60	865.77	864.93	81
82	870.41	869.59	868.76	867.94	867.11	866.28	865.45	864.62	863.79	862.95	862.11	82
83	867.57	866.74	865.92	865.09	864.26	863.43	862.60	861.76	860.93	860.09	859.25	83
84	864.68	863.86	863.03	862.20	861.37	860.53	859.70	858.86	858.03	857.19	856.34	84
85	861.75	860.92	860.09	859.26	858.43	857.59	856.76	855.92	855.08	854.24	853.39	85
86	858.77	857.94	857.10	856.27	855.44	854.60	853.76	852.92	852.08	851.24	850.39	86
87	855.73	854.90	854.06	853.23	852.39	851.55	850.71	849.87	849.03	848.18	847.33	87
88	852.63	851.79	850.96	850.12	849.28	848.44	847.60	846.76	845.91	845.07	844.22	88
89	849.46	848.62	847.78	846.95	846.11	845.26	844.42	843.58	842.73	841.88	841.03	89
90	846.21	845.38	844.54	843.70	842.85	842.01	841.17	840.32	839.47	838.62	837.77	90
91	842.88	842.04	841.20	840.36	839.52	838.67	837.83	836.98	836.13	835.28	834.43	91
92	839.45	838.61	837.77	836.93	836.09	835.24	834.39	833.55	832.70	831.85	830.99	92
93	835.92	835.08	834.23	833.39	832.55	831.70	830.85	830.00	829.16	828.30	827.45	93
94	832.26	831.42	830.57	829.73	828.88	828.04	827.19	826.34	825.49	824.64	823.79	94
95	828.45	827.61	826.77	825.93	825.08	824.24	823.39	822.54	821.69	820.84	819.98	95
96	824.49	823.65	822.81	821.96	821.12	820.27	819.42	818.58	817.72	816.87	816.02	96
97	820.33	819.49	818.65	817.81	816.96	816.12	815.27	814.42	813.57	812.72	811.87	97
98	815.95	815.11	814.26	813.42	812.58	811.73	810.88	810.04	809.19	808.33	807.48	98
99	811.27	810.43	809.59	808.74	807.90	807.05	806.21	805.36	804.51	803.66	802.81	99
100	806.22	805.37	804.53	803.68	802.84	801.99	801.14	800.30	799.45	798.60	797.76	100

9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
0	999.70	999.60	999.49	999.37	999.24	999.10	998.94	998.77	998.59	998.40	998.20	0
1	998.18	998.09	997.98	997.86	997.73	997.59	997.43	997.26	997.09	996.90	996.70	1
2	996.72	996.62	996.52	996.40	996.27	996.12	995.97	995.80	995.62	995.43	995.23	2
3	995.30	995.21	995.10	994.98	994.85	994.70	994.55	994.38	994.20	994.01	993.81	3
4	993.93	993.84	993.73	993.60	993.47	993.32	993.16	992.99	992.81	992.62	992.41	4
5	992.61	992.51	992.39	992.27	992.13	991.98	991.82	991.64	991.46	991.26	991.06	5
6	991.32	991.22	991.10	990.97	990.83	990.67	990.51	990.33	990.14	989.94	989.73	6
7	990.08	989.97	989.84	989.71	989.56	989.40	989.23	989.05	988.85	988.65	988.43	7
8	988.87	988.75	988.62	988.48	988.33	988.16	987.99	987.80	987.60	987.39	987.16	8
9	987.70	987.57	987.44	987.29	987.13	986.96	986.77	986.58	986.37	986.15	985.92	9
10	986.56	986.43	986.29	986.13	985.96	985.78	985.59	985.39	985.17	984.95	984.71	10
11	985.46	985.32	985.17	985.00	984.82	984.64	984.43	984.22	984.00	983.77	983.52	11
12	984.39	984.24	984.08	983.90	983.71	983.52	983.31	983.08	982.85	982.61	982.35	12
13	983.35	983.19	983.02	982.83	982.63	982.42	982.20	981.97	981.73	981.47	981.21	13
14	982.34	982.17	981.98	981.78	981.57	981.35	981.12	980.87	980.62	980.36	980.08	14
15	981.35	981.16	980.97	980.75	980.53	980.30	980.05	979.80	979.53	979.26	978.97	15
16	980.39	980.19	979.97	979.75	979.51	979.26	979.01	978.74	978.46	978.17	977.87	16
17	979.44	979.22	979.00	978.76	978.51	978.24	977.97	977.69	977.40	977.10	976.79	17
18	978.51	978.28	978.03	977.78	977.51	977.24	976.95	976.65	976.35	976.03	975.71	18
19	977.59	977.34	977.08	976.81	976.53	976.23	975.93	975.62	975.30	974.97	974.63	19
20	976.68	976.41	976.13	975.84	975.55	975.24	974.92	974.59	974.26	973.91	973.56	20
21	975.77	975.48	975.19	974.88	974.57	974.24	973.91	973.57	973.21	972.85	972.48	21
22	974.86	974.56	974.24	973.92	973.59	973.24	972.89	972.53	972.16	971.79	971.40	22
23	973.95	973.62	973.29	972.95	972.60	972.24	971.87	971.49	971.11	970.72	970.31	23
24	973.03	972.68	972.33	971.97	971.60	971.22	970.84	970.44	970.04	969.63	969.21	24
25	972.09	971.73	971.36	970.98	970.59	970.20	969.79	969.38	968.96	968.53	968.10	25
26	971.14	970.76	970.37	969.97	969.57	969.15	968.73	968.30	967.86	967.42	966.97	26
27	970.18	969.77	969.36	968.95	968.52	968.09	967.65	967.20	966.75	966.28	965.81	27
28	969.18	968.76	968.33	967.89	967.45	967.00	966.54	966.08	965.60	965.13	964.64	28
29	968.16	967.72	967.27	966.82	966.36	965.89	965.41	964.93	964.44	963.94	963.44	29
30	967.12	966.65	966.19	965.71	965.23	964.74	964.25	963.75	963.24	962.73	962.21	30
31	966.04	965.56	965.07	964.58	964.08	963.57	963.06	962.54	962.02	961.49	960.95	31
32	964.92	964.42	963.92	963.40	962.89	962.36	961.84	961.30	960.76	960.21	959.66	32
33	963.77	963.25	962.73	962.20	961.66	961.12	960.58	960.03	959.47	958.91	958.34	33
34	962.58	962.04	961.50	960.95	960.40	959.84	959.28	958.71	958.14	957.56	956.98	34
35	961.34	960.79	960.23	959.67	959.10	958.53	957.95	957.37	956.78	956.18	955.59	35
36	960.07	959.50	958.92	958.34	957.76	957.17	956.58	955.98	955.37	954.77	954.15	36
37	958.75	958.16	957.57	956.97	956.37	955.77	955.16	954.55	953.93	953.31	952.69	37
38	957.38	956.78	956.17	955.56	954.95	954.33	953.71	953.08	952.45	951.82	951.18	38
39	955.97	955.36	954.74	954.11	953.48	952.85	952.22	951.58	950.93	950.28	949.63	39
40	954.52	953.89	953.25	952.62	951.97	951.33	950.68	950.03	949.37	948.71	948.05	40
41	953.02	952.37	951.73	951.08	950.42	949.76	949.10	948.44	947.77	947.10	946.42	41
42	951.47	950.81	950.16	949.49	948.83	948.16	947.48	946.81	946.13	945.44	944.76	42
43	949.88	949.21	948.54	947.87	947.19	946.51	945.83	945.14	944.45	943.75	943.06	43
44	948.25	947.57	946.88	946.20	945.51	944.82	944.13	943.43	942.73	942.02	941.32	44
45	946.57	945.88	945.19	944.49	943.79	943.09	942.39	941.68	940.97	940.26	939.54	45
46	944.85	944.15	943.45	942.74	942.04	941.32	940.61	939.90	939.18	938.46	937.73	46
47	943.08	942.38	941.67	940.95	940.24	939.52	938.80	938.07	937.35	936.62	935.88	47
48	941.28	940.57	939.85	939.13	938.40	937.68	936.95	936.22	935.48	934.74	934.00	48
49	939.44	938.72	937.99	937.26	936.53	935.80	935.06	934.32	933.58	932.84	932.09	49
50	937.56	936.83	936.10	935.36	934.63	933.89	933.14	932.40	931.65	930.90	930.14	50



$q \setminus t$	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
50	937,56	936,83	936,10	935,36	934,63	933,89	933,14	932,40	931,65	930,90	930,14	50
51	935,65	934,91	934,17	933,43	932,69	931,94	931,19	930,44	929,68	928,92	928,16	51
52	933,70	932,96	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	929,47	928,71	927,95	927,19	926,43	925,66	924,89	924,12	53
54	929,70	928,95	928,19	927,44	926,67	925,91	925,14	924,38	923,61	922,83	922,06	54
55	927,66	926,90	926,14	925,38	924,61	923,84	923,07	922,30	921,52	920,74	919,96	55
56	925,59	924,82	924,06	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	918,84	918,06	917,28	916,49	915,70	57
58	921,35	920,58	919,81	919,03	918,25	917,47	916,69	915,90	915,11	914,32	913,53	58
59	919,19	918,42	917,64	916,86	916,08	915,30	914,51	913,72	912,93	912,13	911,33	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	914,80	914,02	913,23	912,45	911,66	910,87	910,07	909,28	908,48	907,67	906,87	61
62	912,57	911,78	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	900,09	899,28	898,47	897,65	65
66	903,37	902,57	901,77	900,97	900,16	899,36	898,55	897,74	896,92	896,10	895,28	66
67	901,01	900,21	899,40	898,60	897,79	896,98	896,17	895,35	894,53	893,72	892,89	67
68	898,62	897,82	897,01	896,20	895,39	894,58	893,76	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	888,87	888,05	887,22	886,39	885,56	70
71	891,29	890,48	889,66	888,85	888,03	887,21	886,38	885,56	884,73	883,90	883,06	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	885,45	884,63	883,81	882,98	882,15	881,33	880,49	879,66	878,82	877,99	73
74	883,71	882,89	882,07	881,24	880,41	879,59	878,75	877,92	877,08	876,24	875,40	74
75	881,13	880,30	879,48	878,65	877,82	876,99	876,15	875,32	874,48	873,64	872,79	75
76	878,51	877,68	876,85	876,02	875,19	874,36	873,52	872,68	871,84	871,00	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	868,16	867,32	866,47	865,63	864,78	78
79	870,47	869,63	868,80	867,96	867,12	866,28	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	861,83	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	850,00	849,15	848,29	847,44	846,58	845,72	844,85	85
86	850,39	849,54	848,70	847,84	846,99	846,14	845,28	844,42	843,56	842,70	841,84	86
87	847,33	846,49	845,64	844,78	843,93	843,07	842,22	841,36	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	834,18	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	834,43	833,58	832,73	831,87	831,01	830,15	829,29	828,43	827,57	826,70	825,83	91
92	830,99	830,14	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	816,02	815,17	814,31	813,45	812,59	811,73	810,87	810,01	809,15	808,28	807,42	96
97	811,87	811,01	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	802,81	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

<i>q</i> \ <i>t</i>	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	
0	998.20	997.99	997.77	997.54	997.29	997.04	996.78	996.51	996.23	995.94	995.65	0
1	996.70	996.49	996.26	996.03	995.79	995.54	995.28	995.01	994.73	994.44	994.14	1
2	995.23	995.02	994.80	994.57	994.32	994.07	993.81	993.54	993.25	992.96	992.67	2
3	993.81	993.59	993.37	993.14	992.89	992.64	992.37	992.10	991.81	991.52	991.21	3
4	992.41	992.20	991.97	991.74	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	983.52	983.27	983.00	982.73	982.44	982.14	981.84	981.53	981.20	980.87	980.53	11
12	982.35	982.09	981.82	981.53	981.24	980.93	980.62	980.30	979.97	979.63	979.28	12
13	981.21	980.94	980.65	980.36	980.05	979.74	979.42	979.09	978.75	978.40	978.04	13
14	980.08	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	977.87	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	974.63	974.28	973.92	973.56	973.18	972.80	972.40	972.00	971.59	971.18	970.75	19
20	973.56	973.19	972.82	972.44	972.05	971.65	971.24	970.83	970.41	969.98	969.54	20
21	972.48	972.10	971.72	971.32	970.91	970.50	970.08	969.65	969.22	968.77	968.32	21
22	971.40	971.01	970.60	970.19	969.77	969.35	968.91	968.47	968.02	967.56	967.09	22
23	970.31	969.90	969.48	969.06	968.62	968.18	967.73	967.27	966.80	966.33	965.85	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	968.10	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	965.81	965.34	964.85	964.36	963.87	963.36	962.85	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	962.21	961.68	961.15	960.61	960.07	959.52	958.96	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	955.86	955.26	31
32	959.66	959.10	958.54	957.97	957.40	956.82	956.23	955.64	955.04	954.43	953.82	32
33	958.34	957.77	957.19	956.60	956.01	955.42	954.82	954.21	953.60	952.98	952.36	33
34	956.98	956.39	955.80	955.20	954.60	953.99	953.37	952.75	952.13	951.50	950.86	34
35	955.59	954.98	954.38	953.76	953.14	952.52	951.89	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	952.69	952.05	951.42	950.78	950.14	949.49	948.83	948.18	947.51	946.85	946.18	37
38	951.18	950.53	949.89	949.23	948.58	947.92	947.25	946.58	945.91	945.23	944.55	38
39	949.63	948.97	948.31	947.65	946.98	946.31	945.63	944.95	944.27	943.58	942.89	39
40	948.05	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	945.06	944.37	943.68	942.99	942.29	941.59	940.88	940.17	939.46	41
42	944.76	944.07	943.37	942.68	941.98	941.27	940.56	939.85	939.14	938.42	937.70	42
43	943.06	942.36	941.65	940.94	940.23	939.52	938.80	938.08	937.36	936.63	935.90	43
44	941.32	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	937.00	936.27	935.54	934.80	934.06	933.32	932.58	931.83	931.08	930.33	46
47	935.88	935.15	934.41	933.67	932.92	932.18	931.43	930.68	929.92	929.16	928.40	47
48	934.00	933.26	932.51	931.77	931.01	930.26	929.50	928.74	927.98	927.22	926.45	48
49	932.09	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	927.86	927.10	926.33	925.56	924.79	924.02	923.24	922.47	50

q / f	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	
50	930.14	929.39	928.63	927.86	927.10	926.33	925.56	924.79	924.02	923.24	922.47	50
51	928.16	927.40	926.64	925.87	925.10	924.33	923.55	922.77	921.99	921.21	920.43	51
52	926.16	925.39	924.62	923.84	923.07	922.29	921.51	920.73	919.94	919.16	918.37	52
53	924.12	923.35	922.57	921.79	921.01	920.23	919.44	918.65	917.86	917.07	916.28	53
54	922.06	921.28	920.50	919.71	918.93	918.14	917.35	916.56	915.76	914.96	914.16	54
55	919.96	919.18	918.39	917.61	916.82	916.02	915.23	914.43	913.63	912.83	912.03	55
56	917.84	917.06	916.27	915.47	914.68	913.88	913.08	912.28	911.48	910.67	909.86	56
57	915.70	914.91	914.11	913.32	912.52	911.72	910.91	910.11	909.30	908.49	907.68	57
58	913.53	912.73	911.94	911.13	910.33	909.53	908.72	907.91	907.10	906.28	905.47	58
59	911.33	910.53	909.73	908.93	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	904.60	903.79	902.98	902.17	901.35	900.53	899.71	898.88	898.06	897.23	896.40	62
63	902.31	901.50	900.68	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	896.01	895.19	894.36	893.53	892.70	891.87	891.03	890.19	889.35	65
66	895.28	894.46	893.64	892.81	891.98	891.15	890.32	889.48	888.64	887.80	886.96	66
67	892.89	892.07	891.24	890.41	889.58	888.75	887.91	887.07	886.23	885.38	884.54	67
68	890.48	889.65	888.82	887.99	887.15	886.31	885.47	884.63	883.79	882.94	882.09	68
69	888.03	887.20	886.37	885.53	884.70	883.86	883.02	882.17	881.32	880.48	879.62	69
70	885.56	884.73	883.89	883.06	882.22	881.37	880.53	879.68	878.83	877.98	877.13	70
71	883.06	882.23	881.39	880.55	879.71	878.86	878.02	877.17	876.32	875.46	874.61	71
72	880.54	879.70	878.86	878.02	877.17	876.33	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	871.20	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	869.40	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	861.58	76
77	867.48	866.63	865.78	864.92	864.07	863.21	862.35	861.49	860.62	859.76	858.89	77
78	864.78	863.92	863.07	862.21	861.36	860.50	859.63	858.77	857.90	857.04	856.17	78
79	862.04	861.19	860.33	859.47	858.61	857.75	856.89	856.02	855.15	854.28	853.41	79
80	859.27	858.41	857.56	856.70	855.83	854.97	854.10	853.24	852.37	851.49	850.62	80
81	856.46	855.61	854.75	853.88	853.02	852.16	851.29	850.42	849.55	848.67	847.80	81
82	853.62	852.76	851.90	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	846.09	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	837.88	837.00	836.12	85
86	841.84	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	832.16	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	823.68	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	825.83	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	818.85	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	807.03	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	789.08	788.22	787.36	786.49	785.63	99
100	789.24	788.38	787.53	786.67	785.81	784.95	784.09	783.23	782.37	781.51	780.65	100

<i>q</i> / <i>t</i>	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	
0	995.65	995.34	995.02	994.70	994.37	994.03	993.68	993.33	992.96	992.59	992.21	0
1	994.14	993.83	993.51	993.18	992.85	992.50	992.15	991.79	991.42	991.05	990.66	1
2	992.66	992.35	992.03	991.70	991.36	991.02	990.66	990.30	989.92	989.54	989.15	2
3	991.21	990.90	990.58	990.25	989.91	989.56	989.20	988.83	988.45	988.07	987.68	3
4	989.80	989.48	989.16	988.82	988.48	988.13	987.77	987.40	987.02	986.63	986.23	4
5	988.41	988.09	987.76	987.42	987.08	986.72	986.36	985.99	985.60	985.22	984.82	5
6	987.04	986.72	986.39	986.05	985.70	985.34	984.97	984.60	984.22	983.82	983.42	6
7	985.70	985.37	985.04	984.69	984.34	983.98	983.61	983.23	982.85	982.45	982.05	7
8	984.38	984.05	983.71	983.36	983.00	982.64	982.26	981.88	981.49	981.09	980.69	8
9	983.08	982.74	982.40	982.04	981.68	981.31	980.93	980.55	980.15	979.75	979.34	9
10	981.79	981.45	981.10	980.74	980.37	980.00	979.62	979.22	978.83	978.42	978.01	10
11	980.53	980.18	979.82	979.46	979.08	978.70	978.31	977.91	977.51	977.10	976.68	11
12	979.28	978.92	978.56	978.18	977.80	977.41	977.01	976.61	976.20	975.78	975.36	12
13	978.04	977.67	977.30	976.92	976.53	976.13	975.73	975.32	974.90	974.47	974.04	13
14	976.81	976.44	976.05	975.66	975.26	974.86	974.45	974.03	973.60	973.17	972.73	14
15	975.59	975.21	974.81	974.41	974.00	973.59	973.17	972.74	972.30	971.86	971.41	15
16	974.38	973.98	973.58	973.17	972.75	972.32	971.89	971.45	971.00	970.55	970.09	16
17	973.17	972.76	972.35	971.92	971.49	971.06	970.61	970.16	969.70	969.24	968.77	17
18	971.96	971.54	971.11	970.68	970.24	969.79	969.33	968.87	968.40	967.93	967.44	18
19	970.75	970.32	969.88	969.43	968.98	968.52	968.05	967.57	967.09	966.60	966.11	19
20	969.54	969.09	968.64	968.18	967.71	967.24	966.76	966.27	965.78	965.28	964.77	20
21	968.32	967.86	967.39	966.92	966.44	965.95	965.46	964.96	964.45	963.94	963.42	21
22	967.09	966.62	966.14	965.65	965.15	964.65	964.15	963.63	963.11	962.58	962.05	22
23	965.85	965.36	964.87	964.37	963.86	963.34	962.82	962.29	961.76	961.22	960.67	23
24	964.60	964.10	963.59	963.07	962.55	962.02	961.48	960.94	960.40	959.84	959.28	24
25	963.33	962.81	962.29	961.76	961.22	960.68	960.13	959.57	959.01	958.45	957.87	25
26	962.04	961.51	960.97	960.43	959.88	959.32	958.76	958.19	957.61	957.03	956.44	26
27	960.73	960.19	959.64	959.08	958.51	957.94	957.37	956.78	956.19	955.60	955.00	27
28	959.40	958.84	958.28	957.71	957.13	956.54	955.95	955.36	954.75	954.14	953.53	28
29	958.05	957.47	956.89	956.31	955.72	955.12	954.51	953.91	953.29	952.67	952.04	29
30	956.67	956.08	955.49	954.89	954.28	953.67	953.05	952.43	951.80	951.17	950.53	30
31	955.26	954.66	954.05	953.44	952.82	952.20	951.57	950.93	950.29	949.65	948.99	31
32	953.82	953.21	952.59	951.96	951.33	950.70	950.05	949.41	948.75	948.10	947.43	32
33	952.36	951.73	951.10	950.46	949.82	949.17	948.51	947.85	947.19	946.52	945.85	33
34	950.86	950.22	949.58	948.92	948.27	947.61	946.94	946.27	945.60	944.92	944.24	34
35	949.33	948.68	948.02	947.36	946.69	946.02	945.35	944.66	943.98	943.29	942.60	35
36	947.77	947.11	946.44	945.76	945.09	944.40	943.72	943.03	942.33	941.63	940.93	36
37	946.18	945.50	944.82	944.14	943.45	942.76	942.06	941.36	940.65	939.94	939.23	37
38	944.55	943.86	943.17	942.48	941.78	941.08	940.37	939.66	938.95	938.23	937.51	38
39	942.89	942.19	941.49	940.78	940.08	939.37	938.65	937.93	937.21	936.48	935.75	39
40	941.19	940.48	939.77	939.06	938.34	937.62	936.90	936.17	935.44	934.71	933.97	40
41	939.46	938.75	938.03	937.30	936.58	935.85	935.12	934.38	933.64	932.90	932.16	41
42	937.70	936.97	936.25	935.52	934.78	934.05	933.31	932.56	931.82	931.07	930.32	42
43	935.90	935.17	934.44	933.70	932.96	932.21	931.46	930.71	929.96	929.21	928.45	43
44	934.08	933.34	932.59	931.85	931.10	930.35	929.59	928.83	928.08	927.31	926.55	44
45	932.22	931.47	930.72	929.96	929.21	928.45	927.69	926.93	926.16	925.39	924.62	45
46	930.33	929.57	928.81	928.05	927.29	926.53	925.76	924.99	924.22	923.44	922.67	46
47	928.40	927.64	926.88	926.11	925.34	924.57	923.80	923.02	922.24	921.46	920.68	47
48	926.45	925.69	924.91	924.14	923.37	922.59	921.81	921.03	920.25	919.46	918.67	48
49	924.47	923.70	922.92	922.14	921.36	920.58	919.79	919.01	918.22	917.43	916.63	49
50	922.47	921.68	920.90	920.12	919.33	918.54	917.75	916.96	916.17	915.37	914.57	50



<i>q</i> / <i>t</i>	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	
50	922.47	921.68	920.90	920.12	919.33	918.54	917.75	916.96	916.17	915.37	914.57	50
51	920.43	919.64	918.86	918.07	917.27	916.48	915.68	914.89	914.09	913.29	912.48	51
52	918.37	917.58	916.78	915.99	915.19	914.39	913.59	912.79	911.98	911.18	910.37	52
53	916.28	915.48	914.68	913.88	913.08	912.28	911.47	910.66	909.85	909.04	908.23	53
54	914.16	913.36	912.56	911.76	910.95	910.14	909.33	908.52	907.70	906.89	906.07	54
55	912.03	911.22	910.41	909.60	908.79	907.98	907.16	906.35	905.53	904.71	903.88	55
56	909.86	909.05	908.24	907.43	906.61	905.79	904.97	904.15	903.33	902.50	901.67	56
57	907.68	906.86	906.05	905.23	904.41	903.58	902.76	901.93	901.11	900.28	899.44	57
58	905.47	904.65	903.83	903.00	902.18	901.35	900.53	899.69	898.86	898.03	897.19	58
59	903.23	902.41	901.59	900.76	899.93	899.10	898.27	897.43	896.60	895.76	894.91	59
60	900.98	900.15	899.32	898.49	897.66	896.83	895.99	895.15	894.31	893.46	892.62	60
61	898.70	897.87	897.04	896.20	895.37	894.53	893.69	892.84	892.00	891.15	890.30	61
62	896.40	895.56	894.73	893.89	893.05	892.21	891.36	890.52	889.67	888.82	887.96	62
63	894.07	893.24	892.40	891.56	890.71	889.87	889.02	888.17	887.31	886.46	885.60	63
64	891.72	890.88	890.04	889.20	888.35	887.50	886.65	885.80	884.94	884.08	883.22	64
65	889.35	888.51	887.67	886.82	885.97	885.12	884.26	883.40	882.54	881.68	880.81	65
66	886.96	886.11	885.26	884.41	883.56	882.71	881.85	880.99	880.12	879.26	878.39	66
67	884.54	883.69	882.84	881.99	881.13	880.27	879.41	878.55	877.68	876.81	875.94	67
68	882.19	881.24	880.39	879.53	878.68	877.81	876.95	876.08	875.22	874.34	873.47	68
69	879.82	878.77	877.91	877.06	876.20	875.33	874.47	873.60	872.73	871.85	870.98	69
70	877.13	876.27	875.41	874.55	873.69	872.83	871.96	871.09	870.21	869.34	868.46	70
71	874.81	873.75	872.89	872.03	871.16	870.29	869.42	868.55	867.67	866.80	865.91	71
72	872.06	871.20	870.34	869.47	868.60	867.73	866.86	865.99	865.11	864.23	863.34	72
73	869.48	868.62	867.76	866.89	866.02	865.15	864.27	863.40	862.52	861.63	860.75	73
74	866.88	866.01	865.15	864.28	863.41	862.53	861.66	860.78	859.90	859.01	858.13	74
75	864.25	863.38	862.51	861.64	860.77	859.89	859.01	858.13	857.25	856.36	855.48	75
76	861.58	860.71	859.84	858.97	858.10	857.22	856.34	855.46	854.57	853.69	852.80	76
77	858.89	858.02	857.15	856.27	855.40	854.52	853.64	852.75	851.87	850.98	850.09	77
78	856.17	855.29	854.42	853.54	852.67	851.78	850.90	850.02	849.13	848.24	847.34	78
79	853.41	852.54	851.66	850.78	849.90	849.02	848.13	847.25	846.36	845.47	844.57	79
80	850.62	849.75	848.87	847.99	847.11	846.22	845.33	844.45	843.55	842.66	841.76	80
81	847.80	846.92	846.04	845.16	844.27	843.39	842.50	841.61	840.72	839.82	838.92	81
82	844.94	844.06	843.18	842.29	841.41	840.52	839.63	838.74	837.84	836.94	836.04	82
83	842.04	841.16	840.28	839.39	838.50	837.61	836.72	835.82	834.93	834.03	833.12	83
84	839.10	838.22	837.33	836.45	835.56	834.66	833.77	832.87	831.97	831.07	830.17	84
85	836.12	835.24	834.35	833.46	832.57	831.67	830.78	829.88	828.98	828.07	827.16	85
86	833.09	832.21	831.32	830.43	829.53	828.64	827.74	826.84	825.94	825.03	824.12	86
87	830.01	829.12	828.24	827.34	826.45	825.55	824.65	823.75	822.85	821.94	821.03	87
88	826.88	825.99	825.10	824.21	823.31	822.41	821.51	820.61	819.70	818.79	817.88	88
89	823.68	822.79	821.90	821.01	820.11	819.21	818.31	817.41	816.50	815.59	814.68	89
90	820.41	819.52	818.63	817.74	816.84	815.95	815.04	814.14	813.23	812.32	811.41	90
91	817.06	816.18	815.29	814.40	813.50	812.60	811.70	810.80	809.90	808.99	808.08	91
92	813.63	812.74	811.86	810.97	810.07	809.18	808.28	807.38	806.48	805.57	804.66	92
93	810.09	809.21	808.32	807.44	806.55	805.66	804.76	803.86	802.96	802.06	801.16	93
94	806.44	805.56	804.68	803.80	802.91	802.02	801.13	800.24	799.34	798.45	797.55	94
95	802.66	801.78	800.90	800.02	799.14	798.26	797.37	796.49	795.60	794.71	793.81	95
96	798.72	797.85	796.97	796.10	795.22	794.34	793.46	792.58	791.70	790.82	789.93	96
97	794.60	793.73	792.86	791.99	791.11	790.24	789.37	788.49	787.62	786.74	785.86	97
98	790.25	789.39	788.52	787.65	786.78	785.92	785.05	784.18	783.31	782.43	781.56	98
99	785.63	784.77	783.90	783.04	782.17	781.30	780.44	779.57	778.70	777.83	776.95	99
100	780.65	779.78	778.92	778.05	777.18	776.31	775.44	774.57	773.69	772.81	771.93	100

*Tabela:* GUSTINA NA 20°C U ZAVISNOSTI OD ALKOHOLNE JAČINE IZRAŽENE VOLUMENOM

$$\rho_{20^{\circ}\text{C}} = \rho_{20^{\circ}\text{C}}(q)$$

interval: 0,1 % vol

q = alkoholna jačina izražena volumenom (% vol)

9	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	
0	998.20	998.05	997.90	997.75	997.59	997.44	997.29	997.14	996.99	996.85	0
1	996.70	996.55	996.40	996.25	996.11	995.96	995.81	995.67	995.52	995.38	1
2	995.23	995.09	994.94	994.80	994.66	994.51	994.37	994.23	994.09	993.95	2
3	993.81	993.66	993.52	993.38	993.24	993.11	992.97	992.83	992.69	992.55	3
4	992.41	992.28	992.14	992.00	991.87	991.73	991.59	991.46	991.32	991.19	4
5	991.06	990.92	990.79	990.65	990.52	990.39	990.26	990.12	989.99	989.86	5
6	989.73	989.60	989.47	989.34	989.21	989.08	988.95	988.82	988.69	988.56	6
7	988.43	988.30	988.18	988.05	987.92	987.79	987.67	987.54	987.42	987.29	7
8	987.16	987.04	986.91	986.79	986.66	986.54	986.42	986.29	986.17	986.05	8
9	985.92	985.80	985.68	985.56	985.44	985.31	985.19	985.07	984.95	984.83	9
10	984.71	984.59	984.47	984.35	984.23	984.11	983.99	983.88	983.76	983.64	10
11	983.52	983.40	983.29	983.17	983.05	982.94	982.82	982.70	982.59	982.47	11
12	982.35	982.24	982.12	982.01	981.89	981.78	981.67	981.55	981.44	981.32	12
13	981.21	981.10	980.98	980.87	980.76	980.64	980.53	980.42	980.31	980.19	13
14	980.08	979.97	979.86	979.75	979.64	979.52	979.41	979.30	979.19	979.08	14
15	978.97	978.86	978.75	978.64	978.53	978.42	978.31	978.20	978.09	977.98	15
16	977.87	977.76	977.65	977.55	977.44	977.33	977.22	977.11	977.00	976.89	16
17	976.79	976.68	976.57	976.46	976.35	976.25	976.14	976.03	975.92	975.81	17
18	975.71	975.60	975.49	975.38	975.28	975.17	975.06	974.95	974.85	974.74	18
19	974.63	974.52	974.42	974.31	974.20	974.09	973.99	973.88	973.77	973.66	19
20	973.56	973.45	973.34	973.24	973.13	973.02	972.91	972.80	972.70	972.59	20
21	972.48	972.37	972.27	972.16	972.05	971.94	971.83	971.73	971.62	971.51	21
22	971.40	971.29	971.18	971.08	970.97	970.86	970.75	970.64	970.53	970.42	22
23	970.31	970.20	970.09	969.98	969.87	969.76	969.65	969.54	969.43	969.32	23
24	969.21	969.10	968.99	968.88	968.77	968.66	968.55	968.43	968.32	968.21	24
25	968.10	967.99	967.87	967.76	967.65	967.53	967.42	967.31	967.20	967.09	25
26	966.97	966.85	966.74	966.62	966.51	966.39	966.28	966.16	966.05	965.93	26
27	965.81	965.70	965.58	965.46	965.35	965.23	965.11	964.99	964.88	964.76	27
28	964.64	964.52	964.40	964.28	964.16	964.04	963.92	963.80	963.68	963.56	28
29	963.44	963.32	963.20	963.07	962.95	962.83	962.71	962.58	962.46	962.33	29
30	962.21	962.09	961.96	961.84	961.71	961.59	961.46	961.33	961.21	961.08	30
31	960.95	960.82	960.70	960.57	960.44	960.31	960.18	960.05	959.92	959.79	31
32	959.66	959.53	959.40	959.27	959.14	959.01	958.87	958.74	958.61	958.47	32
33	958.34	958.20	958.07	957.94	957.80	957.66	957.53	957.39	957.26	957.12	33
34	956.98	956.84	956.70	956.57	956.43	956.29	956.15	956.01	955.87	955.73	34
35	955.59	955.44	955.30	955.16	955.02	954.88	954.73	954.59	954.44	954.30	35
36	954.15	954.01	953.86	953.72	953.57	953.42	953.28	953.13	952.98	952.83	36
37	952.69	952.54	952.39	952.24	952.09	951.94	951.79	951.63	951.48	951.33	37
38	951.18	951.02	950.87	950.72	950.56	950.41	950.25	950.10	949.94	949.79	38
39	949.63	949.47	949.32	949.16	949.00	948.84	948.68	948.52	948.37	948.21	39
40	948.05	947.88	947.72	947.56	947.40	947.24	947.08	946.91	946.75	946.58	40
41	946.42	946.26	946.09	945.93	945.76	945.59	945.43	945.26	945.09	944.93	41
42	944.76	944.59	944.42	944.25	944.08	943.91	943.74	943.57	943.40	943.23	42
43	943.06	942.88	942.71	942.54	942.37	942.19	942.02	941.84	941.67	941.49	43
44	941.32	941.14	940.97	940.79	940.61	940.43	940.26	940.08	939.90	939.72	44
45	939.54	939.36	939.18	939.00	938.82	938.64	938.46	938.28	938.10	937.91	45
46	937.73	937.55	937.36	937.18	937.00	936.81	936.63	936.44	936.26	936.07	46
47	935.88	935.70	935.51	935.32	935.14	934.95	934.76	934.57	934.38	934.19	47
48	934.00	933.81	933.62	933.43	933.24	933.05	932.86	932.67	932.47	932.28	48
49	932.09	931.90	931.70	931.51	931.31	931.12	930.92	930.73	930.53	930.34	49
50	930.14	929.95	929.75	929.55	929.35	929.16	928.96	928.76	928.56	928.36	50

?	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	
50	930.14	929.95	929.75	929.55	929.35	929.16	928.96	928.76	928.56	928.36	50
51	928.16	927.96	927.77	927.57	927.36	927.16	926.96	926.76	926.56	926.36	51
52	926.16	925.95	925.75	925.55	925.35	925.14	924.94	924.73	924.53	924.32	52
53	924.12	923.91	923.71	923.50	923.30	923.09	922.88	922.68	922.47	922.26	53
54	922.06	921.85	921.64	921.43	921.22	921.01	920.80	920.59	920.38	920.17	54
55	919.96	919.75	919.54	919.33	919.12	918.91	918.69	918.48	918.27	918.06	55
56	917.84	917.63	917.42	917.20	916.99	916.77	916.56	916.35	916.13	915.91	56
57	915.70	915.48	915.27	915.05	914.83	914.62	914.40	914.18	913.97	913.75	57
58	913.53	913.31	913.09	912.87	912.65	912.43	912.22	912.00	911.78	911.55	58
59	911.33	911.11	910.89	910.67	910.45	910.23	910.01	909.78	909.56	909.34	59
60	909.11	908.89	908.67	908.44	908.22	908.00	907.77	907.55	907.32	907.10	60
61	906.87	906.64	906.42	906.19	905.97	905.74	905.51	905.29	905.06	904.83	61
62	904.60	904.37	904.15	903.92	903.69	903.46	903.23	903.00	902.77	902.54	62
63	902.31	902.08	901.85	901.62	901.39	901.15	900.92	900.69	900.46	900.23	63
64	899.99	899.76	899.53	899.29	899.06	898.82	898.59	898.36	898.12	897.89	64
65	897.65	897.42	897.18	896.94	896.71	896.47	896.23	896.00	895.76	895.52	65
66	895.28	895.05	894.81	894.57	894.33	894.09	893.85	893.61	893.37	893.13	66
67	892.89	892.65	892.41	892.17	891.93	891.69	891.45	891.20	890.96	890.72	67
68	890.48	890.23	889.99	889.75	889.50	889.26	889.01	888.77	888.52	888.28	68
69	888.03	887.79	887.54	887.29	887.05	886.80	886.55	886.31	886.06	885.81	69
70	885.56	885.31	885.06	884.82	884.57	884.32	884.07	883.82	883.57	883.32	70
71	883.06	882.81	882.56	882.31	882.06	881.81	881.55	881.30	881.05	880.79	71
72	880.54	880.29	880.03	879.78	879.52	879.27	879.01	878.75	878.50	878.24	72
73	877.99	877.73	877.47	877.21	876.96	876.70	876.44	876.18	875.92	875.66	73
74	875.40	875.14	874.88	874.62	874.36	874.10	873.84	873.58	873.32	873.06	74
75	872.79	872.53	872.27	872.00	871.74	871.48	871.21	870.95	870.68	870.42	75
76	870.15	869.89	869.62	869.35	869.09	868.82	868.55	868.28	868.02	867.75	76
77	867.48	867.21	866.94	866.67	866.40	866.13	865.86	865.59	865.32	865.05	77
78	864.78	864.50	864.23	863.96	863.69	863.41	863.14	862.86	862.59	862.31	78
79	862.04	861.76	861.49	861.21	860.94	860.66	860.38	860.10	859.83	859.55	79
80	859.27	858.99	858.71	858.43	858.15	857.87	857.59	857.31	857.03	856.75	80
81	856.46	856.18	855.90	855.62	855.33	855.05	854.76	854.48	854.19	853.91	81
82	853.62	853.34	853.05	852.76	852.48	852.19	851.90	851.61	851.32	851.03	82
83	850.74	850.45	850.16	849.87	849.58	849.29	848.99	848.70	848.41	848.11	83
84	847.82	847.53	847.23	846.93	846.64	846.34	846.05	845.75	845.45	845.15	84
85	844.85	844.55	844.25	843.95	843.65	843.35	843.05	842.75	842.44	842.14	85
86	841.84	841.53	841.23	840.92	840.62	840.31	840.00	839.70	839.39	839.08	86
87	838.77	838.46	838.15	837.84	837.52	837.21	836.90	836.59	836.27	835.96	87
88	835.64	835.32	835.01	834.69	834.37	834.05	833.73	833.41	833.09	832.77	88
89	832.45	832.12	831.80	831.48	831.15	830.82	830.50	830.17	829.84	829.51	89
90	829.18	828.85	828.52	828.19	827.85	827.52	827.18	826.85	826.51	826.17	90
91	825.83	825.49	825.15	824.81	824.47	824.13	823.78	823.44	823.09	822.74	91
92	822.39	822.04	821.69	821.34	820.99	820.63	820.28	819.92	819.57	819.21	92
93	818.85	818.49	818.12	817.76	817.40	817.03	816.66	816.30	815.93	815.55	93
94	815.18	814.81	814.43	814.06	813.68	813.30	812.92	812.54	812.15	811.77	94
95	811.38	810.99	810.60	810.21	809.82	809.42	809.02	808.63	808.23	807.82	95
96	807.42	807.01	806.61	806.20	805.78	805.37	804.96	804.54	804.12	803.70	96
97	803.27	802.85	802.42	801.99	801.55	801.12	800.68	800.24	799.80	799.35	97
98	798.90	798.45	798.00	797.54	797.08	796.62	796.15	795.68	795.21	794.73	98
99	794.25	793.77	793.28	792.79	792.30	791.80	791.29	790.79	790.28	789.76	99



*Tabela:* MASA U ZAVISNOSTI OD ALKOHOLNE JAČINE IZRAŽENE VOLUMENOM

$p = p(q)$   
interval: 0,1 % vol

q = alkoholna jačina izražena volumenom (% vol)

y	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	
0	0.00	0.08	0.16	0.24	0.32	0.40	0.47	0.55	0.63	0.71	0
1	0.79	0.87	0.95	1.03	1.11	1.19	1.27	1.35	1.43	1.51	1
2	1.59	1.67	1.75	1.82	1.90	1.98	2.06	2.14	2.22	2.30	2
3	2.38	2.46	2.54	2.62	2.70	2.78	2.86	2.94	3.02	3.10	3
4	3.18	3.26	3.34	3.42	3.50	3.58	3.66	3.74	3.82	3.90	4
5	3.98	4.06	4.14	4.22	4.30	4.38	4.46	4.54	4.62	4.70	5
6	4.78	4.86	4.95	5.03	5.11	5.19	5.27	5.35	5.43	5.51	6
7	5.59	5.67	5.75	5.83	5.91	5.99	6.07	6.15	6.23	6.32	7
8	6.40	6.48	6.56	6.64	6.72	6.80	6.88	6.96	7.04	7.12	8
9	7.20	7.29	7.37	7.45	7.53	7.61	7.69	7.77	7.85	7.93	9
10	8.01	8.10	8.18	8.26	8.34	8.42	8.50	8.58	8.66	8.75	10
11	8.83	8.91	8.99	9.07	9.15	9.23	9.32	9.40	9.48	9.56	11
12	9.64	9.72	9.80	9.89	9.97	10.05	10.13	10.21	10.29	10.37	12
13	10.46	10.54	10.62	10.70	10.78	10.87	10.95	11.03	11.11	11.19	13
14	11.27	11.36	11.44	11.52	11.60	11.68	11.77	11.85	11.93	12.01	14
15	12.09	12.17	12.26	12.34	12.42	12.50	12.59	12.67	12.75	12.83	15
16	12.91	13.00	13.08	13.16	13.24	13.32	13.41	13.49	13.57	13.65	16
17	13.74	13.82	13.90	13.98	14.07	14.15	14.23	14.31	14.40	14.48	17
18	14.56	14.64	14.73	14.81	14.89	14.97	15.06	15.14	15.22	15.30	18
19	15.39	15.47	15.55	15.63	15.72	15.80	15.88	15.97	16.05	16.13	19
20	16.21	16.30	16.38	16.46	16.55	16.63	16.71	16.79	16.88	16.96	20
21	17.04	17.13	17.21	17.29	17.38	17.46	17.54	17.62	17.71	17.79	21
22	17.87	17.96	18.04	18.12	18.21	18.29	18.37	18.46	18.54	18.62	22
23	18.71	18.79	18.87	18.96	19.04	19.13	19.21	19.29	19.38	19.46	23
24	19.54	19.63	19.71	19.79	19.88	19.96	20.05	20.13	20.21	20.30	24
25	20.38	20.47	20.55	20.63	20.72	20.80	20.88	20.97	21.05	21.14	25
26	21.22	21.31	21.39	21.47	21.56	21.64	21.73	21.81	21.90	21.98	26
27	22.06	22.15	22.23	22.32	22.40	22.49	22.57	22.65	22.74	22.82	27
28	22.91	22.99	23.08	23.16	23.25	23.33	23.42	23.50	23.59	23.67	28
29	23.76	23.84	23.93	24.01	24.10	24.18	24.27	24.35	24.44	24.52	29
30	24.61	24.69	24.78	24.86	24.95	25.03	25.12	25.20	25.29	25.38	30
31	25.46	25.55	25.63	25.72	25.80	25.89	25.97	26.06	26.15	26.23	31
32	26.32	26.40	26.49	26.57	26.66	26.75	26.83	26.92	27.00	27.09	32
33	27.18	27.26	27.35	27.44	27.52	27.61	27.69	27.78	27.87	27.95	33
34	28.04	28.13	28.21	28.30	28.39	28.47	28.56	28.65	28.73	28.82	34
35	28.91	28.99	29.08	29.17	29.26	29.34	29.43	29.52	29.60	29.69	35
36	29.78	29.87	29.95	30.04	30.13	30.21	30.30	30.39	30.48	30.56	36
37	30.65	30.74	30.83	30.92	31.00	31.09	31.18	31.27	31.35	31.44	37
38	31.53	31.62	31.71	31.79	31.88	31.97	32.06	32.15	32.24	32.32	38
39	32.41	32.50	32.59	32.68	32.77	32.86	32.94	33.03	33.12	33.21	39
40	33.30	33.39	33.48	33.57	33.66	33.74	33.83	33.92	34.01	34.10	40
41	34.19	34.28	34.37	34.46	34.55	34.64	34.73	34.82	34.91	35.00	41
42	35.09	35.18	35.27	35.36	35.45	35.54	35.63	35.72	35.81	35.90	42
43	35.99	36.08	36.17	36.26	36.35	36.44	36.53	36.62	36.71	36.80	43
44	36.89	36.98	37.07	37.16	37.25	37.35	37.44	37.53	37.62	37.71	44
45	37.80	37.89	37.98	38.08	38.17	38.26	38.35	38.44	38.53	38.62	45
46	38.72	38.81	38.90	38.99	39.08	39.18	39.27	39.36	39.45	39.54	46
47	39.64	39.73	39.82	39.91	40.00	40.10	40.19	40.28	40.37	40.47	47
48	40.56	40.65	40.75	40.84	40.93	41.02	41.12	41.21	41.30	41.40	48
49	41.49	41.58	41.68	41.77	41.86	41.96	42.05	42.14	42.24	42.33	49
50	42.43	42.52	42.61	42.71	42.80	42.90	42.99	43.08	43.18	43.27	50



IZVJEŠTAJ O FIZIČKO-HEMIJSKOJ ANALIZI JAKOG ALKOHOLOGNOG PIĆA					
Vrsta ispitivanja		Fizičko-hemijsko ispitivanje jakog alkoholnog pića			
Broj izvještaja					
Datum izdavanja izvještaja					
<b>PODACI O PODNOSIOCU ZAHTJEVA I KORISNIKU USLUGE</b>					
Naziv podnosioca zahtjeva					
Broj i datum zahtjeva/ugovora					
Naziv korisnika usluge					
<b>PODACI O UZORKU</b>					
Datum dostavljanja uzorka					
Kategorija jakog alkoholnog pića (Zakon o jakim alkoholnim pićima ("SI CG", broj 53/2016)					
Upotrijebljene sirovine:					
Zahtijevano ispitivanje		Bezbijednost i kvalitet			
Datum početka ispitivanja					
Datum završetka ispitivanja					
<b>REZULTATI FIZIČKO-HEMIJSKE ANALIZE</b>					
Vrsta/naziv uzorka					
DEKLARACIJA					
Naziv parametra	Jedinica mjere	Dobijena vrijednost	Propisana vrijednost		Oznaka metode
			min.	max.	
Količina ispraljivih materija računato na 100% vol. alkohola	g/hl				
Količina ukupnih kiselina kao sirćetna računato na 100% vol. alkohola	g/hl				
Količina isparljivih estara kao etil-acetat računato na 100% vol. alkohola	g/hl				
Količina isparljivih aldehida kao acetaldehid računato na 100% vol. alkohola	g/hl				
Količina fufurola računato na 100% vol. alkohola	g/hl				

parametra	Naziv	Jedinica mjere	Dobijena vrijednost	Propisana vrijednost		Oznaka metode
				min.	max.	
	Alkoholna jačina	vol%				
	Sadržaj metanola računato na 100% vol. alkohola	g/hl				
	Količina viših alkohola računato na 100% vol. alkohola	g/hl				
Usklađenost sa Zaknom o jakim alkoholnim pićima ("SI CG", broj 53/2016) i ostalim propisima iz oblasti bezbjednosti i jakih alkoholnih pića			ODGOVARA		NEODGOVARA	
<b>OBRAZLOŽENJE</b>						