

VESTNÍK

Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky

Ročník XXXVI

19. apríl 2004

Čiastka 12

O b s a h:

57. Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 15. apríla 2004 č. 1010/2004-100, ktorým sa vydáva hlava Potravinového kódexu Slovenskej republiky upravujúca lieh a liehoviny
58. Výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky z 13. apríla 2004 č. 806/2004-100 o podrobnostiach o poskytovaní podpory v oblasti poľnohospodárstva, potravinárstva a lesného hospodárstva
59. Štatút komisie Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky pre poskytovanie podpôr v pôdohospodárstve podľa usmernení ministra pôdohospodárstva Slovenskej republiky č. 1144/04 – 100 z 20. apríla 2004
60. Usmernenie ministra pôdohospodárstva Slovenskej republiky na úseku štátnej správy na vytvorenie systému identifikácie nadbytočných množstiev výrobkov v sektore cukru
61. Usmernenie ministra pôdohospodárstva Slovenskej republiky o poskytovaní podpory na historicky a spoločensky významné zariadenia Národnému žrebčínu Topolčianky, š.p. a Závodisku, š.p. Bratislava pri účasti na súťažiach a pre súťažiacich
62. Usmernenie ministra pôdohospodárstva Slovenskej republiky o poskytovaní investičnej podpory na historicky a spoločensky významné zariadenia Národnému žrebčínu Topolčianky, š.p. a Závodisku, š.p. Bratislava pri účasti na súťažiach a pre súťažiacich
63. Usmernenie ministra pôdohospodárstva Slovenskej republiky o poskytovaní podpory na využívanie závlah a závlahovú vodu
64. Usmernenie ministra pôdohospodárstva Slovenskej republiky o poskytovaní investičnej podpory na stavby, rekonštrukciu a modernizáciu hydromelioračných zariadení súvisiacich s využívaním závlah
65. Oznámenie Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky o uverejnení odrôd prihlásených k právnej ochrane v Slovenskej republike a o zmenách v registri chránených odrôd (z 13. apríla 2004 č. 2234/2004-510)

57

V Ý N O S

**Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky
a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky
z 15. apríla 2004 č. 1010/2004-100,
ktorým sa vydáva hlava Potravinového kódexu Slovenskej republiky upravujúca
lieh a liehoviny**

Ministerstvo pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstvo zdravotníctva Slovenskej republiky podľa § 3 ods. 1 a § 30 ods. 1 zákona Ná-

rodnej rady Slovenskej republiky č. 152/1995 Z. z. o potravinách ustanovujú:

TRETI A ČASŤ

OSOBITNÉ POŽIADAVKY

TRIDSIATA HLAVA LIEH A LIEHOVINY

Prvý oddiel

Základné ustanovenia

§ 1

Úvodné ustanovenia

(1) Táto hlava Potravinového kódexu Slovenskej republiky (ďalej len „potravinový kódex“) upravuje požiadavky na výrobu a dovoz liehu a liehovín, na manipuláciu s nimi a na ich uvádzanie do obehu.

(2) Ak sa v tejto hlave potravinového kódexu neustanovuje inak, vzťahujú sa na výrobu a dovoz liehu a liehovín, na manipuláciu s nimi a na ich uvádzanie do obehu ustanovenia prvej a druhej časti potravinového kódexu.

(3) Nápoje zaradené do kódov kombinovanej nomenklatúry 2203 00, 2204, 2205, 2206 00 a 2207 sa nepovažujú za liehoviny.

Druhý oddiel

Lieh

§ 2

Vymedzenie pojmu

Lieh poľnohospodárskeho pôvodu (ďalej len „lieh“) je lieh, ktorý sa vyrába alkoholovou fermentáciou surovín poľnohospodárskeho pôvodu skvasiteľných na lieh podľa prílohy č. 1 k Zmluve o založení Európskeho Spoločenstva v Amsterdamskom znení a ich následnou destiláciou.

§ 3

Požiadavky na kvalitu liehu a označovanie liehu

(1) Požiadavky na kvalitu liehu sú uvedené v prílohe č. 1.

(2) Lieh, v ktorého obchodnom názve sa uvádza použitá surovina, možno vyrábať len z tejto suroviny.

Tretí oddiel

Liehoviny

§ 4

Vymedzenie pojmov

(1) Liehovina je kvapalina obsahujúca etanol, ktorá je určená na priamu ľudskú spotrebu alebo na výrobu iných potravín; má špecifické organoleptické vlastnosti a množstvo etanolu najmenej 15 objemových percent, okrem liehoviny podľa § 5 ods. 20 o množstve etanolu najmenej 14 objemových percent. Vyrába sa podľa § 6 ods. 2.

(2) Destilát poľnohospodárskeho pôvodu (ďalej len „destilát“) je kvapalina obsahujúca etanol, ktorá sa vyrába destiláciou po alkoholovej fermentácii vybraných poľnohospodárskych produktov podľa prílohy č. 1 k Zmluve o založení Európskeho Spoločenstva v Amsterdamskom znení; nemá vlastnosti liehu ani liehovín a zachováva si vôňu a chuť po použitých surovinách. Destilát, v ktorého obchodnom názve sa uvádza použitá surovina, možno vyrábať len z tejto suroviny.

(3) Rezanie (miešanie) na účely tejto hlavy potravinového kódexu je postup pozostávajúci z kombinovania dvoch alebo viacerých rôznych nápojov za účelom prípravy nového nápoja.

(4) Primiešavanie liehu je postup pridávania liehu do liehoviny.

(5) Egalizácia (sceľovanie alebo blending) je postup zmiešavania dvoch liehovín alebo viacerých liehovín patriacich do tej istej kategórie a odlišujúcich sa len malými rozdielmi v zložení v dôsledku

- a) spôsobu prípravy,
- b) použitých destilačných prístrojov,
- c) času stárenia (zrenia),
- d) zemepisnej oblasti výroby.

(6) Liehovina upravená postupom podľa odseku 5 patrí do tej istej kategórie ako pôvodné liehoviny pred egalizáciou.

(7) Stárenie liehoviny je proces prirodzeného priebehu určitých reakcií prebiehajúci vo vhodných nádobách, počas ktorého liehovina získava nové organoleptické vlastnosti.

(8) Farbenie liehoviny je pridávanie jedného farbiva alebo viacerých farbív do liehoviny v procese jej výroby.

(9) Aromatizovanie liehoviny je pridávanie jednej vonnej látky alebo chuťovej látky alebo viacerých vonných látok alebo chuťových látok do liehoviny v procese jej výroby.

(10) Sladenie liehoviny je pridávanie jedného sladidla alebo viacerých sladidiel do liehoviny v procese jej výroby.

(11) Karamel obyčajný (pálený cukor) je výrobok, ktorý sa vyrába kontrolovaným zahrievaním sacharózy bez pridania zásad, minerálnych kyselín alebo iných prídavných látok.

(12) Objemová koncentrácia etanolu je pomer objemu 100 percentného etanolu, ktorý sa nachádza v polovýrobku, v polotovare a vo výrobku pri teplote 20 °C k ich celkovému objemu pri tej istej teplote.

(13) Množstvo prchavých látok, iných ako etanol a metanol, je ich množstvo nachádzajúce sa v liehovine. Prchavé látky sú získané výlučne destiláciou použitých surovín alebo opakovanou desti-

láciou použitých surovín; ich množstvo možno vyjadrovať v g na jeden l 100 percentného etanolu.

(14) Miesto výroby liehoviny je miesto alebo oblasť, v ktorej prebieha tá fáza v procese výroby, ktorá dáva liehovine jej charakter a podstatné konečné vlastnosti.

(15) Kategória liehoviny je spoločné označenie pre všetky liehoviny, na ktoré sa vzťahuje tá istá definícia.

§ 5

Kategórie liehovín

(1) Na priamu ľudskú spotrebu možno používať liehoviny podľa odsekov 2 až 23, podľa ktorých sa členia na kategórie liehovín.

(2) Rum je

- a) liehovina, ktorá sa vyrába z destilátu získaného alkoholovou fermentáciou a destiláciou melasy alebo sirupu, ktoré vznikajú pri výrobe cukru z cukrovej trstiny, alebo zo zápary z cukrovej trstiny; musí mať menej ako 96,0 objemového percenta etanolu a mať organoleptické vlastnosti rumu,
- b) liehovina, ktorá sa vyrába z destilátu získaného alkoholovou fermentáciou a destiláciou šťavy získanej z cukrovej trstiny, má organoleptické vlastnosti rumu a množstvo prchavých látok najmenej 2,25 g na jeden l 100 percentného etanolu; možno ho uvádzať do obehu so slovným označením „poľnohospodársky“, ktoré dopĺňa označenie „rum“; označenie možno doplniť aj geografickým označením francúzskych zámorských oblastí podľa prílohy č. 2 k tejto hlave potravinového kódexu.

(3) Whisky alebo whiskey je liehovina, ktorá sa vyrába z destilátu získaného destiláciou cereálnej zápary scukornatenej diastázou alebo aj s použitím iných prírodných enzýmov, ktorá je fermentovaná pôsobením kvasiniek a destilovaná na najviac 94,8 objemových percent etanolu tak, že vôňa a chuť pochádza len zo surovín použitých na destiláciu; stárenie prebieha najmenej 3 roky v drevených sudoch o objeme najviac 700 l.

(4) Obilný destilát je

- a) liehovina, ktorá sa vyrába z destilátu získaného destiláciou fermentovanej cereálnej zápary a ktorej organoleptické vlastnosti pochádzajú len z použitých surovín; možno ju označovať názvom „obilné brandy“, ak sa vyrobila z destilátu o množstve etanolu menej ako 95 objemových percent a ak organoleptické vlastnosti pochádzajú len z použitých surovín,
- b) liehovina s názvom „Korn“ alebo „Kornbrand“, ktorá sa vyrába z destilátu vyrábaného v Spolkovej republike Nemecko alebo v tých oblastiach, kde nemecký jazyk je jedným z úradných jazykov; vyrábaný je tradičným spôsobom bez prídavku akýchkoľvek iných prídavných látok, a to
 1. destiláciou fermentovanej zápary celých zrn pšenice, jačmeňa, ovsa, ryže alebo pohánky so všetkými ich zložkami,
 2. opakovanou destiláciou destilátu získaného podľa bodu 1.

(5) Vínny destilát je liehovina, ktorá sa vyrába z destilátu získaného len destiláciou vína alebo vína obohateného destilátom z vína na menej ako 86 objemových percent etanolu alebo tiež opakovanou destiláciou destilátu z vína na menej ako 86 objemových percent etanolu; musí obsahovať prchavé látky v množstve najmenej 1,25 g na jeden l 100 percentného etanolu; množstvo metanolu môže byť najviac 2,00 g na jeden l 100 percentného etanolu. Pod názvom „vínovica“ ju možno uvádzať do obehu, len ak tento destilát vyzrieva najmenej šesť mesiacov v dubovom sude o objeme menej ako 1000 l alebo najmenej jeden rok v dubovom sude o objeme 1 000 l alebo väčšom.

(6) Brandy, Weinbrand alebo vínne brandy je liehovina, ktorá sa vyrába z vínovice zmiešanej alebo nezmiešanej s destilátom z vína získaným destiláciou vína na menej ako 94,8 objemových percent etanolu, ak množstvo destilátu z vína v objeme liehoviny nie je väčšie ako 50 objemových percent; musí vyzrievať najmenej šesť mesiacov v dubovom sude o objeme menej ako 1000 l alebo najmenej jeden rok v dubovom sude o objeme 1 000 l alebo väčšom. Vínne brandy musí obsa-

hovať prchavé látky v množstve najmenej 1,25 g na jeden l 100 percentného etanolu a tieto látky možno získať len destiláciou alebo opakovanou destiláciou používaných surovín; množstvo metanolu môže byť najviac 2,00 g na jeden l 100 percentného etanolu.

(7) Destilát z hroznových výliskov (matoliny) je liehovina, ktorá sa vyrába z destilátu získaného z hroznových výliskov, ktoré sú fermentované priamo po lisovaní a destilované vodnou parou alebo fermentované po pridaní vody a následne destilované. K výliskom možno pridávať vínne kaly, pričom destilácia sa vykonáva v prítomnosti hroznových výliskov na menej ako 86 objemových percent etanolu. Opakovaná destilácia je prípustná. Vínne kaly možno pridávať v množstve najviac 25 kg na 100 kg hroznových výliskov a množstvo etanolu získaného z kalov nesmie presiahnuť 35 objemových percent celkového množstva etanolu v liehovine. Množstvo prchavých látok musí byť najmenej 1,40 g na jeden l 100 percentného etanolu; množstvo metanolu môže byť najviac 10,00 g na jeden l 100 percentného etanolu. Názov „destilát z hroznových výliskov“ možno nahradiť obchodným názvom „Grappa“, len ak ide o liehovinu vyrobenú v Taliansku.

(8) Destilát z ovocných výliskov (ovocnej matoliny) je liehovina, ktorá sa vyrába z destilátu získaného z ovocných výliskov, fermentovaných priamo po lisovaní a destilovaných vodnou parou alebo fermentovaných po pridaní vody a následne destilovaných na množstvo etanolu najviac 86 objemových percent. Opakovaná destilácia je prípustná. Množstvo prchavých látok musí byť najmenej 2,00 g na jeden l 100 percentného etanolu; množstvo metanolu môže byť najviac 15,00 g na jeden l 100 percentného etanolu. Liehoviny, ktoré sa vyrábajú z destilátu získaného destiláciou výliskov ovocia s kôstkami môžu obsahovať kyselinu kyanovodíkovú v množstve najviac 0,10 g na jeden l 100 percentného etanolu. Názov liehoviny „destilát z výliskov“ alebo „marc spirit“ musí byť doplnený názvom použitého ovocia. Ak sa liehovina vyrába z výliskov viacerých druhov ovocia, potom v názve stačí uviesť „destilát z ovocných

výliskov“ alebo „fruit marc spirit“ a jednotlivé zložky sa uvedú v zložení výrobku v zostupnom poradí podľa množstva.

(9) Hrozienukový destilát alebo hrozienukové brandy je liehovina, ktorá sa vyrába z destilátu získaného destiláciou záparu pripravenej alkoholovou fermentáciou extraktu sušených hrozno-vých bobúľ odrody *Corinth Black* alebo *Malaga muscat* na menej ako 94,5 objemových percent etanolu tak, že vôňa a chuť liehoviny pochádza len zo surovín použitých na destiláciu.

(10) Ovocný destilát je

a) liehovina, ktorá sa vyrába z destilátu získaného alkoholovou fermentáciou z čerstvého jadro-vého ovocia, z čerstvého kôstkového ovocia alebo z čerstvého drobného ovocia alebo zo šťavy z takéhoto ovocia, s kôstkami alebo bez nich a následnou destiláciou, ak

1. sa pri výrobe použije ovocie v množstve najmenej 5 kg na 20 l 100 percentného etanolu,
2. sa destiluje na menej ako 86,0 objemového percenta etanolu, pričom vôňa a chuť destilátu pochádza len z destilovaného ovocia,
3. množstvo prchavých látok je najmenej 2,00 g na jeden l 100 percentného etanolu,
4. množstvo metanolu na jeden l 100 percentného etanolu je najviac
 - 4.1. 10,00 g, ak ide o ovocné destiláty všeobecne,
 - 4.2. 12,00 g, ak ide o destiláty z malín (*Rubus ideaus L.*), černíc (*Rubus fruticosus L.*), sliviek (*Prunus domestica L.*), mirabeliek (*Prunus domestica L. var. syriaca*), bystrických sliviek (*Prunus domestica L.*), jablák (*Malus domestica Borkh.*) alebo z hrušiek (*Pyrus communis L.*),
 - 4.3. 13,50 g, ak ide o destiláty z červených ríbezlí, čiernych ríbezlí (*Ribes species L.*), bazy čiernej (*Sambucus nigra L.*) alebo z hrušiek odrody Williams (*Pyrus communis Williams L.*),
5. ide o destilát, ktorý sa vyrába z kôstkového ovocia, môže obsahovať kyselinu kyanovodíkovú v množstve najviac 0,10 g na jeden l 100 percentného etanolu; takto

vyrábanú liehovinu možno označovať slovom „destilát“ v spojení s názvom ovocia alebo tradičným názvom, ako napr. slivkový destilát alebo slivovica, čerešňový destilát alebo čerešňovica, marhuľový destilát alebo marhuľovica a pod.; názov „Williams“ možno používať len na označovanie destilátu pripraveného z hrušiek odrody Williams. Ak sa destilujú dva druhy ovocia alebo viac druhov ovocia, výrobok sa musí označovať slovným spojením „ovocný destilát“. Názov výrobku možno doplniť názvami jednotlivých druhov ovocia v zostupnom poradí podľa ich množstva; slovné označenie „destilát“ možno nahradiť názvom ovocia pre tieto druhy ovocia: mirabelky (*Prunus domestica L. var. syriaca*), slivky (*Prunus domestica L.*), bystrické slivky (*Prunus domestica L.*), arbutus (*Arbutus unedo L.*), jablká odrody Golden Delicious, len ak spotrebiteľ nebude uvedený do omylu,

b) liehovina, ktorá sa vyrába macerovaním najmä bobuľového ovocia alebo drobného ovocia, ako sú černice, jahody, čučoriedky, maliny, červené ríbezle, trnky, baza čierna, čierne ríbezle a pod., a to čiastočne fermentovaných alebo nefermentovaných, v liehu alebo destiláte a následne destilovaných. Ovocie sa musí macerovať v pomere najmenej 5 kg na jeden l 100 percentného etanolu; takto vyrábané liehoviny možno označovať spojením názvu ovocia so slovom „destilát“, len ak sa v označení výrobku uvedie aj slovné spojenie „vyrobené maceráciou a destiláciou“ a liehovina je získaná maceráciou a destiláciou týchto plodov:

1. černice (*Rubus fruticosus L.*),
2. jahody (*Fragaria L.*),
3. čučoriedky (*Vaccinium myrtillus L.*),
4. maliny (*Rubus ideaus L.*),
5. červenej ríbezle (*Ribes vulgare Lom.*),
6. trnky (*Prunus spinosa L.*),
7. jarabiny domácej (*Sorbus domestica L.*),
8. cezmíny (*Illex cassine L.*),
9. jarabiny oskoruše (*Sorbus torminalis L.*),
10. bazy čiernej (*Sambucus nigra L.*),
11. ruže šípkovvej (*Rosa canina L.*),

- 12. čiernej ríbezle (*Ribes nigrum L.*),
 - 13. banánov (*Musa paradisiaca L.*),
 - 14. mučenky jedlej (*Passiflora edulis L.*),
 - 15. mombinu sladkého (*Spondias dulcis L.*),
 - 16. mombinu žltého (*Spondias mombin L.*),
- c) liehovina, ktorá sa vyrába macerovaním nefermentovaného celého ovocia podľa písmena b) v liehu a následnou destiláciou; takto vyrábanú liehovinu možno označovať názvom „Geist“ s použitím názvu príslušného macerovaného ovocia.

(11) Destilát z jablčného vína a destilát z hruškového vína je liehovina, ktorá sa vyrába alkoholovou fermentáciou a destiláciou muštu alebo vína týchto plodov. Destiluje sa na menej ako 86,0 objemového percenta etanolu a vôňa a chuť destilátu pochádza len z použitého ovocia. Množstvo prchavých látok musí byť najmenej 2,00 g na jeden l 100 percentného etanolu; množstvo metanolu môže byť najviac 10,00 g na jeden l 100 percentného etanolu.

(12) Liehovina z horca (enciánu) je liehovina, ktorá sa vyrába z destilátu získaného destiláciou fermentovaného koreňa horca s možným prídavkom liehu.

(13) Ovocné liehoviny na báze macerátov sú liehoviny, ktoré sa vyrábajú maceráciou ovocia v liehu alebo v destiláte; možno k nim pridávať vonné látky a chuťové látky podľa § 6 ods. 5 písm. a) a b) a ods. 6. Charakteristická farba a chuť liehoviny musí pochádzať z použitého macerovaného ovocia. V označení takto definovanej liehoviny sa uvedie názov macerovaného ovocia v spojení so slovom „liehovina“, ako napr. „čerešňová liehovina“. Názov „Pacharán“ možno použiť, len ak ide o ovocnú liehovinu vyrobenú v Španielsku macerovaním trniek (*Prunus spinosa L.*) v pomere najmenej 250 g ovocia na jeden l 100 percentného etanolu.

(14) Liehoviny aromatizované borievkami sú

a) liehoviny, ktoré sa vyrábajú aromatizovaním liehu, obilného destilátu alebo obilného brandy látkami získanými z bobúľ borievky obyčajnej (*Juniperus communis L.*); možno k nim pridá-

- vať vonné látky a chuťové látky podľa § 6 ods. 5 písm. a) a b); vôňa a chuť borievok musí byť rozlíšiteľná; výrobky možno označovať názvom „Wacholder“, „ginebrea“, „genebra“,
- b) liehoviny s označením „genievre“, „jenever“, „genever“, „peket“, ktoré sa vyrábajú z liehu o množstve metanolu najviac 0,05 g na jeden l 100 percentného etanolu a o množstve aldehydov vyjadrených ako acetaldehyd najviac 0,002 g na jeden l 100 percentného etanolu; aromatizujú sa podľa písmena a), chuť plodov borievky obyčajnej v liehovine nemusí byť rozlíšiteľná,
- c) liehoviny, ktoré sa vyrábajú aromatizovaním liehu vonnými látkami a chuťovými látkami podľa písmena a) tak, že chuť plodov borievky obyčajnej je prevládajúca; liehoviny možno označovať názvom „gin“,
- d) liehoviny označené ako „destilovaný gin“, ktoré sa vyrábajú
1. opakovanou destiláciou liehu o množstve etanolu 96,0 objemového percenta v destilačných zariadeniach obvykle používaných na výrobu ginu a bobúľ borievky obyčajnej alebo tiež iných rastlinných látok, len ak chuť borievok zostane prevládajúca;
 2. rezaním destilátu podľa bodu 1 a liehu o tom istom zložení, čistote a množstve etanolu; na aromatizovanie možno používať vonné látky a chuťové látky podľa písmena a); „London gin“ je typom destilovaného ginu. Gin vyrábaný jednoduchým pridávaním vonných látok a chuťových látok do liehu sa nesmie označovať ako „destilovaný gin“;
- e) liehoviny, ktoré sa vyrábajú na Slovensku aromatizovaním liehu, obilného destilátu alebo obilného brandy látkami získanými z bobúľ borievky cédrovitej (*Juniperus oxicedris L.*), do ktorých možno pridávať vonné a chuťové látky podľa § 6 ods. 5 písm. a) a b); vôňa a chuť borievok musí byť rozlíšiteľná; takto vyrobenú liehovinu možno nazvať „borovička“.

(15) Liehovina aromatizovaná rascou je

a) liehovina, ktorá sa vyrába aromatizovaním liehu rascou (*Carum carvi L.*); pridávanie vonných látok a chuťových látok podľa § 6 ods. 5 písmena a) a b) je prípustné, avšak chuť rasec musí byť prevládajúca,

b) liehovina vyrábaná podľa písmena a) s názvom „akvavit“ alebo „aquavit“, ktorú možno aromatizovať destilátom z bylín alebo korenia; na doplnenie vonných a chuťových vlastností možno používať vonné látky a chuťové látky, len ak charakteristickú vôňu a chuť liehoviny tvoria vonné látky a chuťové látky pochádzajúce z destilácie rascových semien alebo kôprových semien (*Anethum graveolens L.*); používanie esenciálnych olejov je neprípustné, pričom horké látky nesmú byť v chuti výrazné a suchý extrakt môže byť najviac 15 g na jeden l liehoviny.

(16) Liehovina aromatizovaná anízom je

a) liehovina, ktorá sa vyrába aromatizovaním liehu prírodnými extraktami anízu (*Pimpinella anisum L.*), badiánu (*Illicium verum L.*), feniklu (*Foeniculum vulgare L.*) alebo akejkoľvek inej rastliny, ktorá obsahuje obdobnú aromatickú zložku, pričom vonné látky a chuťové látky sa získavajú

1. maceráciou,
2. destiláciou,
3. opakovanou destiláciou semien alebo iných častí rastlín s príchutou anízu macerovaných v liehu,
4. pridávaním prírodných destilovaných extraktov rastlín s príchutou anízu,
5. kombináciou postupov podľa bodov 1 až 4; používanie iných prírodných rastlinných extraktov alebo aromatických semien je možné, len ak anízová chuť zostane prevládajúca,

b) liehovina s názvom „pastis“, ktorá obsahuje aj prírodné extrakty koreňa sladkého drievka (*Glycyrrhiza glabra L.*), prírodné farbivá chalkóny a kyselinu glycyrizínovú v množstve najmenej 0,05 g na jeden l liehoviny a najviac 0,5 g na jeden l liehoviny. Množstvo cukru v liehovine musí byť menej ako 100 g na jeden l liehoviny a množstvo anetolu najmenej 1,5 g na jeden l a najviac 2,0 g na jeden l,

c) liehovina s názvom „ouzo“ vyrábaná v Grécku egalizáciou liehu, ktorý je aromatizovaný maceráciou alebo destiláciou semien anízu alebo aj semien feniklu, mastixu lentiskusu (*Pistacia len-*

tiscus Chia alebo *Pistacia lentiscus Latifolia*) pochádzajúceho z ostrova Chios alebo iných aromatických semien, častí rastlín alebo ovocia; množstvo etanolu pochádzajúceho z liehu aromatizovaného destiláciou musí byť najmenej 20,0 percenta z celkového množstva 100 percentného etanolu v liehovine, pričom aromatizovaný destilát sa vyrába destiláciou v tradičných medených nekontinuálnych destilačných prístrojoch o objeme najviac 1 000 l a obsahuje najmenej 55,0 objemového percenta etanolu a najviac 80,0 objemového percenta etanolu; liehovina s názvom „ouzo“ musí byť bezfarebná a musí obsahovať cukor v množstve najviac 50 g na jeden l liehoviny,

d) liehovina s názvom „anízovka“ alebo „anis“, ktorej vôňa a chuť pochádza len z anízu, badiánu alebo feniklu; názov „destilovaná anízovka“ možno používať, len ak liehovina obsahuje lieh destilovaný za prítomnosti týchto semien a tento tvorí v liehovine najmenej 20,0 objemového percenta etanolu.

(17) Liehovina s horkou chuťou je liehovina s prevládajúcou horkou chuťou vyrábaná aromatizovaním liehu prírodnými vonnými látkami a chuťovými látkami, látkami identickými s prírodnými alebo ich kombináciou, ktorú možno označiť názvom „horká“, „amer“ alebo „bitter“ a tento možno doplniť aj ďalším označením. Toto ustanovenie sa nevzťahuje na používanie slov „horká“, „amer“ alebo „bitter“ na označovanie iných potravín.

(18) Vodka je liehovina, ktorá sa vyrába z liehu, ktorý je upravený buď rektifikáciou alebo filtráciou cez aktívne uhlie, po ktorej môže nasledovať destilácia alebo obdobné spracovanie tak, že sa postupne odstraňuje vôňa a chuť použitých surovín; možno do nej pridávať aj vonné látky a chuťové látky podľa § 6 ods. 5 písm. a) a b), ktorými liehovina získa špeciálnu vôňu a chuť, najmä jemnú, lahodnú, harmonickú a vyrovnanú.

(19) Likér je liehovina, ktorá obsahuje najmenej 100 g cukru na jeden l liehoviny vyjadreného ako invertný cukor. Likér sa vyrába najmä z liehu,

destilátu, jednej liehoviny alebo z viacerých liehovín pridávaním vonných látok a chuťových látok podľa § 6 ods. 5 písm. a) a b) a sladidiel; možno tiež pridávať výrobky poľnohospodárskeho pôvodu, ako sú napr. mlieko, smotana, iné mliečne výrobky, ovocie, víno alebo aromatizované víno. Ak ide o

- a) horcový (enciánový) likér, tento môže obsahovať najmenej 80 g cukru na jeden l liehoviny vyjadreného ako invertný cukor a musí byť vyrobený pridávaním vonných látok a chuťových látok získaných len z horca (enciánu),
- b) čerešňový likér, tento môže obsahovať najmenej 70 g cukru na jeden l liehoviny vyjadreného ako invertný cukor a etanol musí pochádzať výlučne z čerešňového destilátu,
- c) ovocné likéry (krémy) na báze ananásu, čiernych ríbezlí, čerešní, malín, moruše, čučoriedok, citrusových plodov, morušky, arktických ostružín, kľukvy, brusnic, rakytníka a bylinné likéry na báze mäty, horca (enciánu), anízu, paliny a bôľhoja; tieto možno aromatizovať len prírodnými vonnými látkami a chuťovými látkami, pričom pridávanie vonných látok a chuťových látok identických s prírodnými alebo syntetických vonných látok a chuťových látok nie je prípustné,
- d) likér s názvom „krém“, „creme“, „crème de“ spojený s názvom ovocia alebo použitej suroviny, okrem mliečnych výrobkov, tento musí obsahovať najmenej 250 g cukru na jeden l liehoviny vyjadreného ako invertný cukor,
- e) likér s názvom „cassiscreme“, „crème de cassis“, tento musí obsahovať najmenej 400 g cukru na jeden l liehoviny vyjadreného ako invertný cukor a musí byť vyrobený z čiernych ríbezlí,
- f) likér s názvom „Jagärtee“, „Jagertee“ alebo „Jagatee“, tento musí byť vyrábaný v Rakúsku, a to aromatizovaním liehu vonnými látkami a chuťovými látkami získanými prevažne z čajov alebo určitých liehovín, pričom musí obsahovať najmenej 22,5 objemového percenta etanolu a najmenej 100 g cukru na jeden l liehoviny vyjadreného ako invertný cukor.

(20) Vaječný likér (advocaat, avocat, Advokat) je liehovina, ktorá sa vyrába z liehu, vaječného vý-

robku¹⁾ a cukru alebo medu; možno do nej pridávať vonné látky a chuťové látky podľa § 6 ods. 5 písm. a) a b). Množstvo cukru alebo medu musí byť najmenej 150 g na jeden l liehoviny a množstvo vaječného žĺtka musí byť najmenej 140 g na jeden l liehoviny.

(21) Likér s vajcom je liehovina, ktorá sa vyrába z liehu, vaječného výrobku¹⁾ a cukru alebo medu; možno do nej pridávať aj vonné látky a chuťové látky podľa § 6 ods. 5 písm. a) a b). Množstvo cukru alebo medu musí byť najmenej 150 g na jeden l liehoviny a množstvo vaječného žĺtka musí byť najmenej 70 g na jeden l liehoviny.

(22) Väkevã glogi a Spiritglogg je liehovina, ktorá sa vyrába aromatizovaním liehu prírodnými extraktami z klinčekov (*Eugenia caryophyllata* Thumb. L.) alebo zo škorice (*Cinnamomum zeylanicum* L., *Cinnamomum loureirii* Nees, *Cinnamomum burmanii* Blume, *Cinnamomum aromaticum* Nees Syn. alebo *Cinnamomum cassia* L.), pričom vonné látky a chuťové látky sa získavajú

- a) maceráciou,
- b) destiláciou,
- c) opakovanou destiláciou semien alebo iných častí rastlín s príchutou klinčekov alebo škorice macerovaných v liehu,
- d) pridávaním destilovaných extraktov rastlín s príchutou klinčekov alebo škorice,
- e) kombináciou postupov podľa bodov 1 až 4. Iné rastlinné aromatické extrakty možno používať, len ak chuť klinčekov a škorice je prevládajúca. Na výrobu tejto liehoviny možno používať aj víno alebo výrobky obsahujúce víno, pričom ich množstvo môže byť najviac 50,0 objemového percenta.

(23) Ostatné liehoviny sú liehoviny, ktoré nespĺňajú požiadavky uvedené v odsekoch 2 až 22; na ich výrobu možno používať vonné látky a chuťové látky podľa § 6 ods. 5.

¹⁾ § 35 ods. 2 výnosu Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 22. marca 2000 č. 636/2/2000 - 100, ktorým sa vydáva hlava Potravinového kódexu Slovenskej republiky upravujúca vajcia, vaječné výrobky a majonézy.

Požiadavky na výrobu liehovín

§ 6

Výroba liehovín

(1) Výroba liehovín na účely tejto hlavy potravinového kódexu je súhrn všetkých operácií potrebných na získanie liehoviny naplnenej do spotrebiteľského obalu a označenej tak, aby spotrebiteľ bol pravdivo informovaný o obsahu spotrebiteľského balenia²⁾.

(2) Liehoviny možno vyrábať

- a) destiláciou fermentovaných surovín rastlinného pôvodu s možnosťou prídavku vonných látok a chuťových látok a/alebo macerovaním prírodných surovín rastlinného pôvodu a/alebo s prídavkom vonných látok a chuťových látok, cukru, medu alebo náhradných sladidiel a/alebo iných výrobkov poľnohospodárskeho pôvodu a/alebo do destilátu a/alebo liehoviny,
- b) zmiešavaním liehoviny s
 1. jednou alebo viacerými liehovinami,
 2. liehom alebo destilátom,
 3. jedným alkoholickým nápojom alebo viacerými alkoholickými nápojmi,
 4. jedným nápojom alebo viacerými nápojmi.

(3) Na výrobu liehovín podľa § 5 ods. 2 až 23, okrem liehovín uvedených v § 5 ods. 14 písm. a) a b), na riedenie alebo rozpúšťanie farbív, vonných látok a chuťových látok alebo iných prídavných látok možno používať len lieh spĺňajúci fyzikálne a chemické požiadavky uvedené v prílohe č. 1.

(4) Na výrobu liehovín možno používať pitnú vodu, destilovanú vodu alebo demineralizovanú vodu, ktorá spĺňa hygienické požiadavky a nemení charakter liehoviny.

(5) Do liehovín možno pridávať vonné látky a chuťové látky, ktoré sa vyrábajú

- a) difúznymi operáciami, a to destiláciou alebo extrakciou, enzymaticky alebo mikrobiologicky zo surového materiálu rastlinného pôvodu alebo živočíšneho pôvodu alebo na požívanie uprave-

ného materiálu rastlinného pôvodu alebo živočíšneho pôvodu vrátane sušenia a fermentácie,

- b) chemickou syntézou alebo chemickou izoláciou, pričom vonná látka a chuťová látka je chemicky identická s prírodnou látkou rastlinného pôvodu alebo živočíšneho pôvodu podľa písmena a),
- c) chemickou syntézou, pričom vonná látka a chuťová látka nie je chemicky identická s látkou prirodzene sa vyskytujúcou v materiáli rastlinného pôvodu alebo živočíšneho pôvodu podľa písmena a), ak ide o liehoviny podľa § 5 ods. 23.

(6) Na aromatizáciu ovocných liehovín na základe macerátov možno používať ako náhradu vonné látky a chuťové látky, ktoré nepochádzajú z použitého ovocia, pričom farba, vôňa a chuť liehoviny musí zodpovedať deklarovanému druhu ovocia. Charakteristická chuť liehoviny a jej farba musí pochádzať výlučne z macerovaného ovocia.

(7) Ak tento výnos neustanovuje inak, na výrobu liehovín podľa § 5 možno používať len prírodné aromatické látky a prírodné aromatické prípravky podľa odseku 5 písm. a).

(8) Pri výrobe liehovín na ich sladenie možno používať najmä polobiely cukor, biely cukor, rafinovaný biely cukor, dextrózu, fruktózu, glukózový sirup, tekutý cukor, invertný tekutý cukor, invertný cukor sirup, rektifikovanú koncentrovanú hroznovú šťavu, čerstvú hroznovú šťavu, karamel obyčajný, med, karobový sirup, alebo iná prírodná látka majúce a sladiaci účinok.

§ 7

Požiadavky na najmenšie množstvo etanolu v liehovinách

Liehoviny určené na priamu ľudskú spotrebu musia obsahovať etanol o množstve najmenej

- a) 40,0 objemového percenta, ak ide o
 1. whisky, whiskey,
 2. pastis,
- b) 37,5 objemového percenta, ak ide o
 1. rum,
 2. Rum-Verschnitt,
 3. vínovicu,

²⁾ § 5 ods. 1 zákona Národnej rady Slovenskej republiky č. 152/1995 Z. z. o potravinách v znení neskorších predpisov.

4. destilát z hroznových výliskov,
 5. destilát z ovocných výliskov,
 6. hrozienukovú liehovinu,
 7. ovocný destilát,
 8. liehovinu z jablka, liehovinu z hrušiek,
 9. horcovú (enciánovú) liehovinu,
 10. gin, destilovaný gin,
 11. akvavit, aquavit,
 12. vodku,
 13. grappu,
 14. ouzo,
 15. Kornbrand,
- c) 36,0 objemového percenta, ak ide o brandy, Weinbrand,
- d) 35,0 objemového percenta, ak ide o
1. obilnú liehovinu, obilné brandy,
 2. anízovku, anis,
 3. borovičku,
- e) 32,0 objemového percenta, ak ide o Korn,
- f) 30,0 objemového percenta, ak ide o liehoviny aromatizované rascou, okrem akvavitu a aquavitu,
- g) 25,0 objemového percenta, ak ide o ovocné liehoviny na báze macerátov,
- h) 15,0 objemového percenta, ak ide o
1. liehoviny aromatizované anízom, okrem ouza, pastisu, anízovky a anisu,
 2. liehoviny neuvedené v písmenách a) až g),
 3. likér s vajcom.
- i) 14,0 objemového percenta, ak ide o vaječný likér.

§ 8

Označovanie liehovín

(1) V obchodnom názve liehoviny musí byť uvedené jej zaradenie do kategórie podľa § 5 ods. 2 až 22. Názov možno doplniť označením o zemepisnom pôvode okrem označenia podľa odsekov 4 a 5, len ak spotrebiteľovi nebude poskytnutá nesprávna informácia a ak týmto označením spotrebiteľ nebude uvedený do omylu.

(2) Ostatné liehoviny podľa § 5 ods. 23 musia mať v obchodnom názve označenie „liehovina“. Označenie týchto liehovín nesmie obsahovať slová „ako“, „typ“, „štýl“, „vyrobené“, „prísada“, „druh“, „značka“, alebo iné obdobné údaje poukazujúce

na obchodný názov liehoviny alebo na kategóriu liehoviny uvedenú v § 5 ods. 2 až 22.

(3) Pri označovaní liehoviny sa nesmie používať názov kategórie liehoviny v zloženom názve, ani ako základ slova, ak etanol v tejto liehovine pochádza len z tejto kategórie liehoviny.

(4) Geografické názvy liehovín podľa prílohy č. 2 možno nahradiť označením podľa odseku 1 alebo tieto označenia možno doplniť týmito geografickými názvami a vytvoriť tak zložené označenia. Označenie liehoviny podľa prílohy č. 2 k tejto hlave potravinového kódexu vyrobenej vo Veľkovoľvodstve Luxembursko možno nahradiť alebo doplniť slovným spojením „marque nationale luxembourgeoise“, ktoré nahrádza geografické označenie liehoviny.

(5) Geografický názov liehoviny podľa odseku 4 je vyhradený pre označenie liehoviny, pri výrobe ktorej tá fáza procesu výroby, ktorou liehovina získava charakter a svoje podstatné konečné vlastnosti sa vykonala na uvedenom (označenom) geografickom území.

(6) Ak sú

- a) rum,
 - b) whisky, whiskey,
 - c) obilný destilát, obilná brandy,
 - d) vínný destilát, vínná brandy,
 - e) destilát z hroznových výliskov,
 - f) hrozienukový destilát,
 - g) ovocný destilát, okrem § 5 ods. 10 písm. b),
 - h) jablčný destilát a hruškový destilát
- rezané liehom, v obchodnom názve nesmú mať označenie príslušnej kategórie liehoviny.

(7) Ustanovenie odseku 6 písm. a) sa nevzťahuje na liehovinu vyrobenú v Spolkovej republike Nemecko rezaním rumu a liehu, v ktorej najmenej 5 objemových percent etanolu pochádza z rumu. Takáto liehovina sa označuje názvom „Rum–Verschnitt“. Na spotrebiteľskom obale liehoviny „Rum–Verschnitt“ sa musí uvádzať slovo „Verschnitt“ písmenami toho istého typu, veľkosti a farby ako slovo „Rum“, v tom istom riadku a na prednej

etikete. Na spotrebiteľskom obale sa musí uvádzať aj zloženie tejto liehoviny.

(8) Ak je liehovina vyrobená zmiešaním liehoviny uvedenej v odseku 6 s jednou liehovinou alebo viacerými liehovinami, ktoré spĺňajú požiadavky podľa § 5 ods. 2 až 22, alebo ak je vyrobená zmiešaním takejto liehoviny s jedným destilátom alebo viacerými destilátmi, v označení takéhoto výrobku musí byť uvedený názov „liehovina“ alebo „liehovinová zmes“ bez akéhokoľvek iného názvu na prednej etikete a ak výrobok nevyhovuje ani jednej z požiadaviek uvedených v § 5 ods. 2 až 22.

(9) Obchodný názov liehoviny vyrobenej zmiešaním podľa odseku 8, ktorá spĺňa požiadavky na zaradenie do kategórie podľa § 5 ods. 2 až 22, môže obsahovať len jeden názov príslušnej kategórie, ktorý však nesmie byť súčasťou označenia zložiek liehoviny, avšak súčasťou obchodného názvu musí byť slovné spojenie „miešaná liehovina“ alebo „mixed spirit drink“ s uvedením ostatných liehovinových zložiek zmesi v označení zloženia liehoviny. Údaj o kategórii musí byť uvedený písmenami rovnakého typu a farby o veľkosti najviac polovice písmen, ako sú použité na označenie obchodného názvu liehoviny. Príslušná liehovinová zložka sa v zložení výrobku vyjadruje v objemových percentách 100 percentného etanolu, ktoré sa nachádzajú v objeme 100 percentného etanolu danej zmesi, a to v zostupnom poradí podľa použitého množstva.

(10) V obchodnom názve likérov možno používať označenie

- a) „slivkové brandy“ alebo „prune brandy“,
- b) „pomarančové brandy“ alebo „orange brandy“,
- c) „marhuľové brandy“ alebo „apricot brandy“,
- d) „čerešňové brandy“ alebo „cherry brandy“,
- e) „rum z čiernych ríbezlí“ alebo „solbaerrom“, „blackcurrant rum“,

ak tento názov je uvedený na etikete v jednom riadku písmenami rovnakej veľkosti a farby a označenie „likér“ alebo „liqueur“ je uvedené v bezprostrednej blízkosti tohto zloženého názvu písme-

nami, ktoré nesmú byť menšie ako písmená zloženého názvu. Ak však etanol nepochádza z destilátu uvedeného ovocia, na etikete sa musí uviesť v rovnakom riadku, ako je zložený názov a slovo „likér“ aj údaj o použití liehu, ako napr. „vyrobené s“, „pripravené s“, „s“ spolu so slovom „liehom“.

(11) Ak sa v označení uvádzajú suroviny použité na výrobu liehu, musí sa uviesť aj názov použitého liehu vyrobeného z týchto surovín, a to v zostupnom poradí podľa použitého množstva.

(12) Označenie liehoviny pripravenej egalizáciou možno doplniť slovom „zmes“, „blend“ alebo „blended“.

(13) Čas stárenia možno uvádzať v označení liehoviny, len ak sa tento údaj vzťahuje na alkoholovú zložku s najkratším časom stárenia a ak stárenie prebiehalo pod dohľadom kontroly³⁾.

(14) Geografické názvy liehovín uvedené v prílohe č. 3 k tejto hlave potravinového kódexu a označenie „*Rum-Verschnitt*“ sa nemusia prekladať do štátneho jazyka; tieto údaje musia byť doplnené o označenie v štátnom jazyku tak, aby spotrebiteľ nebol uvedený do omylu.

(15) Požiadavky na používanie osobitných názvov liehovín sú uvedené v prílohe č. 3.

(16) Ak tento výnos neustanovuje inak, v označení liehoviny, ktorá spĺňa požiadavky na zaradenie do kategórie liehovín podľa § 5 ods. 2 až 22, sa nemusí uvádzať jej zloženie.

(17) V označení zložiek liehoviny sa nemusí uvádzať voda ako jej zložka.

(18) V označení liehoviny sa musí uvádzať skutočná objemová koncentrácia etanolu.

(19) Číselný údaj vyjadrujúci objemovú kon-

³⁾ § 19 zákona Národnej rady Slovenskej republiky č. 152/1995 Z. z.

centráciu etanolu obsahuje najviac jedno desatinné číslo, za ktorým nasleduje symbol „% obj.“ alebo „% vol.“; pričom mu môže predchádzať aj slovo „etanol“, „alkohol“ alebo skratka „et.“, „alk.“ alebo „vol.“.

(20) Absolútna hodnota odchýlky koncentrácie etanolu vyjadrená v objemových percentách od koncentrácie etanolu deklarovanej na obale môže byť najviac

- a) 0,3 objemového percenta, ak ide o liehovinu všeobecne,
- b) 1,5 objemového percenta, ak ide o liehovinu obsahujúcu macerované ovocie alebo časti rastlín.

(21) Odchýlky podľa odseku 19 sa uplatňujú bez toho, aby boli dotknuté odchýlky analytických metód používaných pri stanovovaní objemovej koncentrácie etanolu.

§ 9

Skladovanie a balenie

(1) Liehoviny sa musia chrániť pred priamym slnečným žiarením.

(2) Liehoviny možno plniť do spotrebiteľských obalov len o menovitých objemoch podľa osobitného predpisu⁴⁾.

(3) Najväčšia prípustná odchýlka od menovitého objemu liehoviny pri 20 °C je uvedená v prílohe č. 4 k tejto hlave potravinového kódexu.

(4) Liehoviny možno uvádzať do obehu, len ak sú plnené do spotrebiteľských obalov podľa osobitného predpisu⁵⁾.

(5) Liehoviny sa nesmú plniť, skladovať ani uvádzať do obehu v obaloch zabezpečených uzávermi obsahujúcimi olovo, ak tieto prichádzajú do priameho styku s liehovinou.

⁴⁾ Vyhláška Úradu pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo Slovenskej republiky č. 207/2000 Z. z. o označenom spotrebiteľskom balení v znení vyhlášky č. 420/2001 Z. z.

⁵⁾ § 10 ods. 3 zákona č. 105/2004 Z. z. o spotrebnej dani z liehu a o zmene a doplnení zákona č. 467/2002 Z. z. o výrobe a uvádzaní liehu na trh v znení zákona č. 211/2003 Z. z.

Štvrtý oddiel

Referenčné metódy skúšania a falšovanie

§ 10

Referenčné metódy skúšania

(1) Na skúšanie kvality liehu sa vzťahujú referenčné metódy skúšania liehu uvedené v prílohe č. 5.

(2) Na skúšanie kvality liehovín sa vzťahujú referenčné metódy skúšania liehovín uvedené v prílohe č. 6.

§ 11

Falšovanie

Za falšovanie liehu a liehovín sa považuje, ak

- a) sa na výrobu liehu alebo liehovín použije lieh, ktorý nie je poľnohospodárskeho pôvodu, a to syntetický lieh alebo sulfitový lieh,
- b) je v označení liehoviny uvedený akýkoľvek nepravdivý údaj,
- c) zaradenie liehoviny do kategórie nezodpovedá skutočnosti, napríklad ak neboli dodržané zo zaradenia do kategórie vyplývajúce predpísané technologické operácie,
- d) sa do liehovín pridávajú syntetické vonné látky a chuťové látky podľa § 6 ods. 5 písm. c) a tieto liehoviny patria do kategórie liehovín podľa § 5 ods. 2 až 22,
- e) absolútna hodnota odchýlky koncentrácie etanolu vyjadrená v objemových percentách od koncentrácie etanolu deklarovanej na obale nespĺňa požiadavky ustanovené v § 8 ods. 17.

§ 12

Prechodné ustanovenia

(1) Liehoviny, ktoré spĺňajú požiadavky na zaradenie do kategórie liehoviny podľa § 5 ods. 23 a ktorých označenie nie je v súlade s ustanovením podľa tejto hlavy, možno uvádzať do obehu do 31. decembra 2005.

(2) Liehoviny, ktorých absolútna hodnota odchýlky koncentrácie etanolu sa posudzuje podľa § 8 ods. 20 písm. a), možno vyrábať s absolútnou hodnotou odchýlky koncentrácie etanolu vyjadrenú v objemových percentách od koncentrácie etanolu deklarovanej na obale najviac 0,5 objemového percenta do 30. júna 2005 a uvádzať do obehu do vypredania zásob.

(3) Liehoviny možno v Slovenskej republike plniť do spotrebiteľského obalu o menovitom objeme 0,75 l do 31. decembra 2007 a uvádzať do obehu do vypredania zásob, ak spotrebiteľské balenie nie je označené podľa osobitného predpisu⁶⁾.

(4) Liehoviny dovezené na územie Slovenskej republiky do 31. decembra 2004 v spotrebiteľskom obale o menovitom objeme 0,75 l možno uvádzať do obehu do vypredania zásob, ak spotrebiteľské balenie nie je označené podľa osobitného predpisu⁶⁾.

⁶⁾ § 21 ods. 4 zákona č. 142/2000 Z. z. o metrológii a o zmene a doplnení niektorých zákonov.

§ 13

Záverečné ustanovenia

Zrušuje sa výnos Ministerstva pôdohospodárstva Slovenskej republiky a Ministerstva zdravotníctva Slovenskej republiky z 3. mája 2001 č. 787/2/2001-100, ktorým sa vydáva hlava Potravinového kódexu Slovenskej republiky upravujúca lieh a liehoviny (oznámenie č. 195/2001 Z. z.) v znení výnosu č. 2800/2002-100 (oznámenie č. 635/2002 Z. z.) a výnosu č. 3723/2002-100 (oznámenie č. 752/2002 Z. z.).

§ 14

Účinnosť

Tento výnos nadobúda účinnosť dňom uverejnenia oznámenia o jeho vydaní v zbierke zákonov a stráca účinnosť dňom nadobudnutia platnosti zmluvy o pristúpení Slovenskej republiky k Európskej únii okrem § 8 ods.16 až 21 a § 12.

**Minister zdravotníctva
Slovenskej republiky**

Rudolf Zajac, v. r.

**Minister pôdohospodárstva
Slovenskej republiky**

Zsolt Simon, v. r.

Príloha č. 1
k tridsiatej hlave tretej časti
potravinového kódexu

Požiadavky na kvalitu liehu

Parameter	v g na jeden hl 100 percentného etanolu	v g na jeden l 100 percentného etanolu
Celková kyslosť (ako kyselina octová)	najviac 1,5	najviac 0,015
Estery (ako octan etylnatý)	najviac 1,3	najviac 0,013
Aldehydy (ako acetaldehyd)	najviac 0,5	najviac 0,005
Vyššie alkoholy (ako 3-metyl-1-butanol)	najviac 0,5	najviac 0,005
Metanol	najviac 50	najviac 0,5
Sušina	najviac 1,5	najviac 0,015
Prchavé zložky obsahujúce dusík (ako dusík)	najviac 0,1	najviac 0,001
2- furánkarbaldehyd	nezistiteľný	nezistiteľný

Najmenšie množstvo etanolu v liehu je 96,0 objemového percenta.

**Príloha č. 2
k tridsiatej hlave tretej časti
potravinového kódexu**

Geografické názvy liehovín

Kategória liehovín	Geografické označenie
1. Rum	Rhum de la Martinique Rhum de la Guadeloupe Rhum de la Reunion Rhum de la Guyane (tieto názvy možno doplniť slovom „traditionne“) Ron de Malaga Ron de Granada Rum de Madeira
2. Whisky	Scotch Whisky Irish Whisky Whisky español (tieto názvy možno doplniť slovom „Malt“ alebo „Grain“)
Whiskey	Irish Whiskey Uisce Beatha Eierennach/Irish Whiskey (tento názov možno doplniť slovami „Pot Still“)
3. Obilný destilát	Eau-de-vie de seigle, marque nationale luxembourgeoise
4. Vínny destilát	Eau-de-vie de Cognac Eau-de-vie des Charentes Cognac (tieto názvy možno doplniť niektorým z týchto názvov: a) Fine b) Grande Fine Champagne c) Petite Champagne d) Fine Champagne e) Borderies f) Fins Bois g) Bons Bois)

Fine Bordeaux
Armagnac
Bas-Armagnac
Haut-Armagnac
Ténarèse
Eau-de-vie de vin de la Marne
Eau-de-vie de vin originaire d'Aquitaine
Eau-de-vie de vin de Bourgogne
Eau-de-vie de vin originaire de Centre-Est
Eau-de-vie de vin originaire de Franche-Comté
Eau-de-vie de vin originaire du Bugey
Eau-de-vie de vin de Savoie
Eau-de-vie de vin originaire des Côtes-du-Rhône
Eau-de-vie de vin originaire de Provence
Faugères or eau-de-vie de Faugères
Eau-de-vie de vin originaire du Languedoc
Aguardente do Minho
Aguardente do Douro
Aguardente da Beira Interior
Aguardente da Bairrada
Aguardente do Oeste
Aguardente do Ribatejo
Aguardente do Alentejo
Aguardente do Algarve

5. Brandy

Brandy de Jerez
Brandy de Penedes
Brandy italiano
Attica Brandy
Peloponese Brandy
Brandy from Central Greece
Deutscher Weinbrand
Karpatské brandy speciál

6. Liehovina z výliskov hroznových bobúl'

Eau-de-vie de marc de Champagne ou marc de Champagne
Eau-de-vie de marc originaire d'Aquitaine
Eau-de-vie de marc de Bourgogne
Eau-de-vie de marc originaire du Centre-Est
Eau-de-vie de marc originaire de Franche-Comté
Eau-de-vie de marc originaire de Bugey
Eau-de-vie de marc originaire de Savoie
Marc de Savoie
Marc d'Auvergne
Eau-de-vie de marc originaire des Coteaux de la Loire
Eau-de-vie de marc des Côtes du Rhône
Eau-de-vie de marc originaire de Provence

Eau-de-vie de marc originaire du Languedoc
Marc d'Alsace Gewurztraiminer
Marc de Lorraine
Bagaceira do Minho
Bagaceira do Douro
Bagaceira da Beira Interior
Bagaceira da Bairrada
Bagaceira do Oeste
Bagaceira do Ribatejo
Bagaceira do Alentejo
Bagaceira do Algarve
Orujo gallego
Grappa di Barolo
Grappa piemontese or del Piemonte
Grappa lombarda or di Lombardia
Grappa trentina or del Trentino
Grappa friulana or del Friuli
Grappa veneta or del Veneto
Sudtiroler Grappa/Grappa dell'Alto Adige
Tsikoudia from Grete
Tsipouro from Macedonia
Tsipouro from Thessaly
Tsipouro from Tynavos
Eau-de-vie de marc marque nationale
Luxembourgeoise

7. Ovocný destilát

Schwarzwälder Kirschwasser
Schwarzwälder Himbeergeist
Schwarzwälder Mirabellenwasser
Schwarzwälder Williamsbirne
Schwarzwälder Zwetschgenwasser
Fränkisches Zwetschgenwasser
Fränkisches Kirschwasser
Fränkischer Obstler
Mirabelle de Lorraine
Kirsch d'Alsace
Quetsch d'Alsace
Framboise d'Alsace
Mirabelle d'Alsace
Kirsch de Fougerolles
Sudtiroler Williams/Williams dell'Alto Adige
Sudtiroler Aprikot or Sudtiroler
Marille/Aprikot dell'Alto Adige or Marille
dell'Alto
Adige
Sudtiroler Kirsch/Kirsch dell'Alto Adige

Sudtiroler Zwetschgeler/Zwetschgeler dell'Alto Adige
Sudtiroler Obstler/Obstler dell'Alto Adige
Sudtiroler Gravensteiner/Gravensteiner dell'Alto Adige
Sudtiroler Golden Delicious/Golden delicious dell'Alto Adige
Williams friulano or del Friuli
Sliwovitz del Veneto
Sliwovitz del Trentino-Alto Adige
Distillato di mele trentino or del Trentino
Williams trentino or del Trentino
Sliwovitz trentino or del Trentino
Aprikot trentino or del Trentino
Medronheira trentino or del Trentino
Kirsch or Kirschwasser Friulano
Kirsch or Kirschwasser Trentino
Kirsch or Kirschwasser Veneto
Aguardente de péra da Lousa
Eau-de-vie de pommes marque nationale luxembourgeoise
Eau-de-vie de poires marque nationale luxembourgeoise
Eau-de-vie, de kirsch marque nationale Luxembourgeoise
Eau-de-vie de quetsch marque nationale luxembourgeoise
Eau-de-vie de mirabelle marque nationale luxembourgeoise
Eau-de-vie de prunelles marque nationale Luxembourgeoise
Bošácka slivovica

8. Liehovina z jablk, liehovina z hrušiek

Calvados du Pays d'Auge
Calvados
Eau-de-vie de cidre de Bretagne
Eau-de-vie de poiré de Bretagne
Eau-de-vie de cidre de Normandie
Eau-de-vie de poiré de Normandie
Eau-de-vie de cidre du Maine
Aguardiente de sidra de Asturias
Eau-de vie do poiré du Maine

9. Liehovina z horca (enciánu)

Bayerischer Gebirgsenzian
Sudtiroler Enzian/Genziana dell'Alto Adige
Genziana trentina or del Trentino

- | | |
|---|---|
| 10. Ovocné liehoviny na báze macerátov | Pacharán navarro |
| 11. Liehoviny aromatizované borievkami | Ostfriesischer Korngener
Genièvre Fladres Artois
Hasseltse jenever
Balegemse jenever
Péket de Wallonie
Steinhäger
Plymouth Gin
Gin de Mahón
Spišská borovička
Slovenská borovička Juniperus
Slovenská borovička
Inovecká borovička
Liptovská borovička |
| 12. Liehoviny aromatizované rascou | Dansk Akvavit/Dansk Aquavit |
| 13. Liehoviny aromatizované anízom | Anis español
Évora anisada
Cazalla
Chinchón
Ojén
Rute |
| 14. Likéry | Berliner Kummel
Hamburger Kummel
Munchener Kummer
Chiemseer Klosterlikor
Bayerischer Kräuterlikor
Cassis de Dijon
Cassis de Beaufort
Irish Cream
Palo de Mallorca
Ginjinha portuguesa
Licor de Singeverga
Benediktbeurer Klosterlikor
Ettaler Klosterlikor
Ratafia de Champagne
Ratafia catalana
Anis portugués
Demänovka bylinný likér |
| 15. Likér s vajcom | Konigsberger Bärenfang
Ostpreussischer Bärenfang |

16. **Liehoviny**

Pommeau de Bretagne
Pommeau du Maine
Pommeau de Normandie
Demänovka bylinná horká

17. **Vodka**

Svensk Vodka/Sweish Vodka
Suomalainen Vodka/Finsk Vodka/
Vodka of Finland
Laugarício vodka

Požiadavky na používanie osobitných názvov liehovín

Okrem názvov podľa zaradenia liehovín do kategórie podľa § 5 ods. 2 až 22 možno používať tieto osobitné názvy liehovín:

- a) „Vruchtenjenever“ alebo „Jenever met vruchten“ označujúce likér alebo inú kategóriu liehoviny, ktorá
1. sa vyrába aromatizovaním „geneveru“
 - 1.1. ovocím, rastlinami alebo ich časťami,
 - 1.2. rezaním s ovocnou šťavou, ovocným destilátom alebo destilátom koncentrovaných vonných látok a chuťových látok z ovocia alebo z rastlín,
 - 1.3. vykazuje organoleptické vlastnosti použitej suroviny,
 - 1.4. obsahuje etanol v množstve najmenej 20,0 objemového percenta,
 2. môže mať vlastnosti upravované pridaním prírodných vonných látok a chuťových látok alebo identických s prírodnými vonnými látkami a chuťovými látkami,
 3. môže byť sladená;
- označenie „vruchten“ možno nahradiť názvom spracovanej suroviny (plodu alebo rastliny),
- b) „Berenburg“, „Beerenburg“ označujúce liehovinu, ktorá
1. sa vyrába z liehu, v ktorom sa maceruje ovocie alebo rastliny alebo ich časti,
 2. obsahuje, ako osobitnú vonnú látku a chuťovú látku, destilát z koreňa horca, borievkových bobúľ a vavrínových listov,
 3. je svetlohnedej až tmavohnedej farby,
 4. má najviac 20 g cukru na jeden l liehoviny vyjadrený ako invertný cukor; pridávanie cukru je prípustné,
 5. musí obsahovať etanol o množstve 30,0 objemového percenta,
- c) „Guignolet“ označujúci likér, ktorý sa vyrába macerovaním čerešní vo veľmi jemnom liehu,
- d) „Pastis de Marseille“ označuje liehovinu „pastis“ podľa § 5 ods. 16 písm. b), ktorá obsahuje anetol v množstve najmenej 2 g na jeden l liehoviny a musí obsahovať etanol v množstve 45,0 objemového percenta,
- e) „Punsch au rhum“ označujúci likér, ktorého etanol pochádza len z pridaného rumu,
- f) „Sloe Gin“ označujúci likér, ktorý sa vyrába macerovaním trniek v liehovine „gin“ podľa § 5 ods. 14 písm. c), do ktorej možno pridávať šťavu z trniek; môže byť aromatizovaný len prírodnými vonnými látkami a chuťovými látkami a musí obsahovať etanol v množstve najmenej 25,0 objemového percenta,
- g) „Topinambur“ označujúci liehovinu ktorá sa vyrába len fermentáciou hl'úz topinamburu (*Helianthus tuberosus L.*) a následnou destiláciou; musí obsahovať etanol v množstve najmenej 38,0 objemového percenta,
- h) „Hefebrand“ označujúci liehovinu, ktorá sa vyrába z vínneho kalu alebo z ovocného kalu; musí obsahovať etanol o množstve najmenej 38,0 objemového percenta; označenie „Hefebrand“ musí byť doplnené názvom použitej základnej suroviny,

- i) „Sambuca“ označujúci bezfarebný likér, ktorý sa vyrába aromatizovaním anízom, hviezdicovým anízom alebo inými aromatickými bylinami; musí obsahovať etanol v množstve najmenej 38,0 objemového percenta, cukor v množstve najmenej 350 g na jeden l liehoviny vyjadrený ako invertný cukor; množstvo prírodného anetolu musí byť najmenej 1 g a najviac 2 g na jeden l liehoviny,
- j) „Mistra“ označujúci bezfarebný likér aromatizovaný anízom alebo prírodným anetolom, pričom množstvo anetolu musí byť najmenej 1 g a najviac 2 g na jeden l liehoviny; môže byť aromatizovaný bylinkovým destilátom; musí obsahovať etanol v množstve najmenej 40,0 objemového percenta a najviac 47,0 objemového percenta; pridávanie cukru nie je prípustné,
- k) „Maraschino“, „Marrasquino“ označujúci bezfarebný likér, ktorého príchuť je tvorená prevažne použitím destilátu z dalmátskych višní, destilátom alebo macerátom tohto ovocia; musí obsahovať etanol v množstve najmenej 24,0 objemového percenta a cukor najmenej 250 g na jeden l liehoviny vyjadrený ako invertný cukor,
- l) „Noccino“ označujúci likér, ktorého príchuť sa tvorí prevažne macerovaním alebo macerovaním a následnou destiláciou celých jadier vlašských orechov; musí obsahovať etanol v množstve najmenej 30,0 objemového percenta a cukru najmenej 100 g na jeden l liehoviny vyjadrený ako invertný cukor.

Príloha č. 4
k tridsiatej hlave tretej časti
potravinového kódexu

Najväčšia prípustná odchýlka od menovitého objemu liehoviny pri 20 °C

Menovitý objem	Prípustná odchýlka, vyjadrená v	
	v ml	objemových percentách
od 5 do 50	-9	-
nad 50 do 100	-	-4,5
nad 100 do 200	-4,5	-
nad 200 do 300	-	-9
nad 300 do 500	-3	-
nad 500 do 1 000	-	-15
nad 1 000 do 10 000	-1,5	-

Väčší ako deklarovaný objem liehovín je prípustný.

Referenčné metódy skúšania liehu

I. VŠEOBECNÉ USTANOVENIA

Na účely tohto výnosu:

1. Limit opakovateľnosti je hodnota, ktorej absolútny rozdiel dvoch výsledkov testov získaných za rovnakých podmienok (ten istý vykonávateľ, tá istá aparátúra, to isté laboratórium a krátky časový interval) sa nachádza v rozsahu stanovenej pravdepodobnosti.
2. Limit reprodukovateľnosti je hodnota, ktorej absolútny rozdiel dvoch výsledkov testov získaných za rozdielných podmienok (iný vykonávateľ, iná aparátúra a/alebo iné laboratórium a/alebo iný časový interval) sa nachádza v rozsahu stanovenej pravdepodobnosti.
3. Pojem „výsledok testu“ znamená hodnotu získanú pri uplatnení štandardnej testovacej metódy jedenkrát na jednu vzorku. Ak nie je určené inak, uvažuje sa s pravdepodobnosťou 95 %.

II. METÓDY SKÚŠANIA

Úvod

1. PRÍPRAVA VZORKY NA ANALÝZU

1.1. Všeobecné ustanovenia

Objem laboratórnej vzorky určenej na analýzu má byť 1,5 l, ak nie je určené väčšie množstvo na špecifické stanovenia.

1.2. Príprava vzorky

Vzorka sa musí pred analýzami homogenizovať.

1.3. Uchovávanie

Pripravená vzorka sa vždy má uchovávať vo vzduchotesnej a vlhkotesnej nádobe a tak, aby sa predišlo znehodnoteniu; najmä uzávery z korku, gummy a plastu nesmú prísť do priameho kontaktu s alkoholom a použitie pečatného vosku sa zakazuje.

2. ČINIDLÁ

2.1. Voda

2.1.1. Ak sa v texte uvádzajú slová „voda na roztoky, rozpúšťanie alebo umývanie“, používa sa destilovaná voda alebo demineralizovaná voda rovnakej čistoty.

2.1.2. Ak sa v texte uvádzajú slová „roztok“ alebo „riedenie“ bez ďalšej špecifikácie činidla, tieto označujú vodný roztok.

2.2. Chemikálie

Všetky chemikálie musia mať analytickú kvalitu okrem prípadov, ak je uvedené inak.

3. ZARIADENIE

3.1. Zoznam zariadenia

Zoznam vybavenia obsahuje iba tie položky, ktoré majú špecializované použitie s určitou špecifikáciou.

3.2. Analytické váhy

Analytické váhy sú váhy o citlivosti 0,1 mg alebo o citlivosti väčšej.

4. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

4.1. Výsledky

Výsledok uvedený v analytickej správe je priemerom získaným z aspoň dvoch stanovení, opakovateľnosť (r) ktorých je uspokojivá.

4.2. Výpočet výsledkov

Ak nie je uvedené inak, výsledky sa počítajú v g na hl 100 percentného etanolu.

4.3. Počet platných číslíc

Výsledok nebude obsahovať viac platných číslíc, ako je stanovené presnosťou použitej analytickej metódy.

Metóda 1: Stanovenie obsahu alkoholu

Obsah alkoholu sa stanoví v súlade s platnými ustanoveniami členského štátu alebo, v prípade sporu, alkoholometrami alebo hydrometrami, ako je uvedené v smernici rady 76/765/EHS z 27. júla 1976 o aproximácii práva členských štátov vo vzťahu k alkoholometrom a alkoholovým hydrometrom¹⁾.

Obsah alkoholu sa vyjadruje ako objemové percento tak, ako je uvedené v smernici Rady 76/766/EHS z 27. júla 1976 o aproximácii zákonov členských štátov vo vzťahu k alkoholovým tabuľkám²⁾.

Uvedené právne akty Európskych spoločenstiev sú transponované v osobitnom predpise³⁾.

Metóda 2: Vyhodnotenie farby a/alebo čírosti

1. ZAMERANIE A OBLASŤ POUŽITIA

Metóda umožňuje vyhodnotiť farbu a/alebo čírosť alkoholu.

Vysvetlivky:

¹⁾ Ú. v. ES L 262, 27.9.1976, s. 143.

²⁾ Ú. v. ES L 262, 27.9.1976, s. 149.

³⁾ Príloha č. 16 k vyhláske Úradu pre normalizáciu, metrologiu a skúšobníctvo Slovenskej republiky č. 210/2000 Z. z. o meradlách a metrologickej kontrole v znení neskorších predpisov.

2. DEFINÍCIA

Farba a/alebo čírosť je farba a/alebo čírosť vyhodnotená uvedenou metódou.

3. PRINCÍP

Farba a čírosť sa posudzujú vizuálne porovnávaním s vodou oproti bielu, respektíve čiernemu podkladu.

4. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

Sklenené valce bezfarebné, najmenej 40 cm vysoké.

5. POSTUP

Umiestnite dva valce (4) na biely podklad alebo čierny podklad a naplňte jeden valec so vzorkou aspoň do výšky 40 cm a druhý valec s vodou do rovnakej výšky.

Pozorujte vzorku zvrchu, t. j. po dĺžke valca a porovnajte s porovnávacím valcom.

6. INTERPRETÁCIA

Zhodnot'te farbu a/alebo čírosť vzorky na základe pozorovania podľa bodu 5.

Metóda 3: Stanovenie času čírenia manganistanu draselného

1. ZAMERANIE A ROZSAH POUŽITIA

Metóda stanovuje čas čírenia alkoholu od manganistanu draselného.

2. DEFINÍCIA

Čas čírenia manganistanu draselného, stanovený uvedenou metódou, je počet minút potrebných na to, aby farba vzorky po pridaní 1 ml 1 mmol/l roztoku manganistanu draselného dosiahla farbu štandardu.

3. PRINCÍP

Určí sa čas, za ktorý sa vyčíri vzorka po pridaní manganistanu draselného a dosiahne farbu štandardu a určí sa ako čas čírenia od manganistanu draselného.

4. ČINIDLÁ

4.1.1 mmol/l roztok manganistanu draselného pripraveného tesne pred použitím.

4.2. Farebný roztok A (červený)

4.2.1. Odvážte presne 59,50 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4.2.2. Pripravte vodný roztok 25 ml kyseliny chlorovodíkovej ($P^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) a 975 ml vody.

4.2.3. Pridajte chlorid kobaltnatý do trochu vodného roztoku HCl/vody rozmiešajte v 1000 ml odmernej banke a dolejte po značku zvyškom roztoku pri 20°C.

4.3. Farebný roztok B (žltý)

4.3.1. Odvážite presne 45,00 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4.3.2. Pripravte vodný roztok z 25 ml kyseliny chlorovodíkovej ($P^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) a 975 ml vody a potom postupujte s chloridom železitým postupne, ako pri príprave farebného roztoku A.

4.4. Štandardný farebný roztok

4.4.1. Pipetujte 13 ml farebného roztoku A a 5,5 ml farebného roztoku B do 100 ml odmernej banky a doplňte vodou po značku pri teplote 20°C .

Poznámka:

Farebné roztoky A a B sa môžu skladovať chránené pri teplote 4°C niekoľko mesiacov; čerstvá farba štandardu sa z času na čas pripravuje.

5. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

5.1. 100 ml Nesslerove skúmavky z bezfarebného priesvitného skla, delené po 50 ml, so zátkou so zábrusom, alebo skúmavky s približne 20 mm priemerom.

5.2. Pipety o objeme 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml a 50 ml.

5.3. Teploměr s rozsahom do 50°C s delením po 0,1 alebo $0,2^\circ\text{C}$.

5.4. Analytické váhy.

5.5. Vodný kúpeľ s termostatom na $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$.

5.6. Odmerné banky 100 ml a 1000 ml so sklenenou zátkou.

6. POSTUP

6.1. Pipetujte 10 ml vzorky do skúmavky alebo 50 ml do Nesslerovej skúmavky.

6.2. Dajte na vodný kúpeľ s 20°C .

6.3. Pridajte 1 ml alebo 5 ml, podľa použitého množstva vzorky, 1 mmol/l KMnO_4 , roztok miešajte a nechajte na vodnom kúpeli pri 20°C .

6.4. Zaznamenajte čas.

6.5. Pipetujte 10 ml farebného štandardu do skúmavky rovnakého priemeru alebo 50 ml do Nesslerovej skúmavky.

6.6. Sledujte zmenu farby vzorky a porovnávajte z času na čas s farebným štandardom oproti bielymu podkladu.

6.7. Zaznamenajte čas, kedy bola farba vzorky rovnaká, ako farba farebného štandardu.

Poznámka:

Počas testu nevystavujte vzorku priamemu slnečnému žiareniu.

7. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

7.1. Vyjadrenie času čírenia bude čas potrebný na to, aby farba vzorky v skúmavke dosiahla farbu štandardu v skúmavke. Pre alkohol tento čas musí byť najmenej 18 minút pri teplote 20°C.

7.2. Opakovateľnosť

Rozdiel vo výslednom čase dvoch testov, uskutočnených súčasne alebo rýchlo za sebou tým istým analytikom, s tou istou vzorkou, za rovnakých podmienok, nesmie presiahnuť dve minúty.

8. POZNÁMKY

8.1. Stopy dioxidu mangánu majú katalytický efekt na reakciu, zabezpečte preto, aby použité pipety a skúmavky boli starostlivo vyčistené a určené výhradne na tieto účely. Vyčistite ich kyselinou chlorovodíkovou a vypláchnite vodou, aby na skle nebolo žiadne hnedé zafarbenie.

8.2. Kvalita vody na prípravu roztoku manganistanu draselného (4.1) sa musí starostlivo sledovať; nesmie sa spotrebovať žiadny hypermangán. Ak sa požadovaná kvalita nemôže dosiahnuť, destilovaná voda sa privedie do varu a pridá sa malé množstvo manganistanu draselného, aby sa dosiahlo veľmi slabé ružové zafarbenie. Táto voda sa potom schladí a použije na prípravu roztoku.

8.3. Pre niektoré vzorky sa odfarbenie môže dostaviť bez prechodu presného odtieňa referenčného roztoku.

8.4. Manganistanový test môže skresliť výsledky, ak vzorka nebola uchovávaná v úplne čistej sklenej nádobe, zatvorená buď so sklenenou zátkou, ktorá bola opláchnutá alkoholom alebo inou zátkou podloženou s tenkou alumíniovou fóliou.

Metóda 4: Stanovenie aldehydov

1. ZAMERANIE A OBLASŤ POUŽITIA

Metódou sa stanovia aldehydy vyjadrené ako acetaldehyd v alkohole.

2. DEFINÍCIA

Obsah aldehydov je obsah aldehydov vyjadrené ako acetaldehyd stanovených uvedenou metódou.

3. PRINCÍP

Farba získaná po reakcii vzorky so Schiffovým činidlom sa porovná so štandardným roztokom so známym obsahom acetaldehydu.

4. ČINIDLÁ

p-rosanilín hydrochlorid (základný fuchsín)
síričitán sodný alebo bezvodý metabisulfit sodný
kyselina chlorovodíková, hustoty $\rho^{20} = 1,19$ g/ml
práškový aktívny uhlík

roztok škrobu, ktorý sa pripraví z 1 g rozpustného škrobu a 5 mg HgI_2 (konzervácia), z ktorých sa vytvorí suspenzia v troche studenej vody, zmieša sa s 500 ml vriacej vody, varí sa 5 minút a po vychladnutí prefiltruje.

jódový roztok 0,05 mol/l

1-amino-etanol $\text{CH}_3\cdot\text{CH}(\text{NH}_2)\text{OH}$ (MW 61.08)

Schiffovo činidlo:

- rozpustíte 5,0 g práškového hydrochloridu p-rosanilínu v približne 1000 ml horúcej vody v 2000 ml odmernej nádobe,
- ak je to potrebné, nechajte na vodnom kúpeli až pokiaľ sa úplne nerozpustí
- rozpustíte 30 g bezvodého síričitanu sodného alebo ekvivalentné množstvo metabisulfitu sodného v približne 200 ml vody a pridajte do chladného prosanilínového roztoku,
- nechajte 10 minút postáť,
- pridajte 60 ml kyseliny chlorovodíkovej ($p^{20} = 1,19$ g/ml),
- ak je roztok bezfarebný (slabý odtieň hnedého zafarbenia je prípustný), doplňte vodou po značku,
- ak je to potrebné, roztok prefiltrujte cez aktívny uhlík na skladanom filtri, aby sa stal bezfarebným.

Poznámky:

(1) Schiffovo činidlo sa pripravuje najmenej 14 dní pred použitím.

(2) Voľný SO_2 obsiahnutý v činidle má byť medzi 2,8 a 6 mmol/100 ml, pH musí byť 1.

Stanovenie voľného SO_2

- Pipetujte 10 ml Schiffovho činidla do 250 ml Erlenmayerovej banky,
- pridajte 200 ml vody,
- pridajte 5 ml škrobového roztoku,
- titrujte s 0,05 mol/l jódovým roztokom na konečný bod škrobu, ak obsah voľného SO_2 je mimo uvedeného rozsahu bude buď:
 1. zvýšený s vypočítaným množstvom metabisulfitu sodného (0,126 g Na_2SO_3 /100 ml činidla na mmol SO_2 chýba), alebo
 2. znížený prebublaním do vzduchu cez činidlo.

Výpočet voľného SO_2 v činidle.

mmol voľného SO_2 /100 ml činidla:

$$\begin{aligned} & (\text{spotrebované ml jódového roztoku (0,05 mol/l)} \cdot 3,2 \cdot 100) / 64 \cdot 10 \\ & = (\text{spotrebované ml jódového roztoku (0,005 mol/l)}) / 2 \end{aligned}$$

Dôležité:

Pokiaľ sa použijú iné metódy na prípravu Schiffovho činidla, citlivosť činidla sa skontroluje tak, že počas testu:

- sa nesfarbí s referenčným alkoholom bez aldehydu,
- ružové zafarbenie by malo byť viditeľné od 0,1 g acetaldehydu na hl 100 % alkoholu.

(3) Čistenie komerčného 1-amino-etanolu

- úplne rozpustite 5g 1-amino-etanolu približne v 15 ml absolútneho etanolu,
- pridajte asi 50 ml suchého dietyléteru (1-amino-etanol sa vyzráža),
- nechajte niekoľko hodín v chladničke,
- odfiltrujte kryštály a vymyte so suchým dietyléterom,
- sušte tri až štyri hodiny v desikátore nad kyselinou sírovou v čiastočnom vákuu.

Poznámka:

Čistený 1-amino-etanol musí byť biely; pokiaľ nie je, opakujte rekryštalizačný proces.

5. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

- 5.1. Kolorimetrické skúmavky, každá so zátkou so zábrusom, s objemom 20 ml.
- 5.2. 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml a 10 ml pipety.
- 5.3. Vodný kúpeľ s termostatom na $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.4. Spektrofotometer s kyvetami s 50 mm šírkou (aktívna dĺžka prechodu svetelného lúča).

6. POSTUP

6.1. Predbežná poznámka

Ak sa táto metóda použije na stanovenie obsahu aldehydu, zabezpečte, aby obsah alkoholu vo vzorke bol najmenej 90 objemových %. Ak tomu tak nie je, koncentrácia sa musí zvýšiť pridaním príslušného množstva etanolu bez aldehydu.

6.2. Kalibračná krivka

- 6.2.1. Odvážte na analytických váhach presne 1,3860 g vyčisteného a vysušeného 1-amino-etanolu.
- 6.2.2. Dajte do 1000 ml odmernej banky a pridajte etanol bez aldehydu, doplňte po značku pri teplote $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Obsah roztoku 1 g/l acetaldehydu.
- 6.2.3. Pripravte sériu riedení v dvoch stupňoch na získanie 10 referenčných roztokov s obsahom od 0,1 do 1,0 mg acetaldehydu na 100 ml roztoku.
- 6.2.4. Zmerajte absorbanciu pre tieto referenčné roztoky podľa 6.3 a zostrojte graf.

6.3. Určenie obsahu aldehydu

- 6.3.1. Pipetujte 5 ml vzorky do kolorimetrickej skúmavky.
- 6.3.2. Pridajte 5 ml vody, miešajte a udržiajte pri stálej teplote $20\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 6.3.3. V rovnakom čase urobte slepú vzorku s použitím 5 ml etanolu bez aldehydu s koncentráciou 96 objemových %, pridajte 5 ml vody a udržiajte pri teplote $20\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 6.3.4. Pridajte 5 ml Schiffovho činidla do každej skúmavky, zatvorte so sklenenými zátkami a dobre pretraste.
- 6.3.5. Udržiajte vo vodnom kúpeli 20 minút pri $20\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 6.3.6. Dajte obsah do kyviet.
- 6.3.7. Určite hodnotu absorbancie pri 546 nm.

Poznámky:

(1) Na stanovenie aldehydov je potrebné skontrolovať platnosť kalibračných kriviek porovnaním s testovacím roztokom; ak nie, kalibračná krivka sa musí pripraviť znova.

(2) Uistite sa, že slepý pokus je vždy bezfarebný.

7. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

7.1. Vzorec a metóda výpočtu

Urobte graf optickej hustoty v závislosti od koncentrácie aldehydov a určite koncentráciu vo vzorke z tohto grafu.

Obsah aldehydov, vyjadrený ako acetaldehyd, v g/hl 100 % etanolu je daný vzorcom

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

kde:

A= obsah v g, na hl acetaldehydu v roztoku vzorky, ako je určené z kalibračnej krivky,

T= obsah alkoholu vzorky určený metódou 1.

7.2. Opakovateľnosť

Rozdiel medzi dvomi výsledkami dvoch testov, uskutočnených súčasne alebo rýchlo za sebou tým istým analytikom, s tou istou vzorkou, za rovnakých podmienok, nesmie prekročiť 0,1 g aldehydu na hl 100 % etanolu .

Metóda 5: Stanovenie vyšších alkoholov

1. ZAMERANIE A ROZSAH POUŽITIA

Metóda stanovuje vyššie alkoholy, vyjadrené ako 2 metylpropan-1-ol v alkohole.

2. DEFINÍCIA

Obsah vyšších alkoholov: obsah vyšších alkoholov, vyjadrený ako 2-metylpropán-1-ol, ako je určené touto metódou.

3. PRINCÍP

Absorbancia farbených produktov reakcie vyšších alkoholov a aromatického aldehydu v horúcom roztoku kyseliny sírovej (Komarowského reakcia) sa stanoví pri 560 nm, opraví sa na prítomnosť akéhokoľvek aldehydu vo vzorke a potom sa porovná s tými, ktoré sa produkujú s 2-metylpropán-1-ol, ktorý reaguje za rovnakých podmienok.

4. ČINIDLÁ

4.1. Roztok salicyl aldehydu, 1 hmotnostné %. Pripravte pridaním 1 g salicyl aldehydu do 99 g etanolu s 96 objemového %, ktorý je bez prbudliny.

4.2. Koncentrovaná kyselina sírová s hustotou 1,84 g/cm³.

4.3. 2-metylpropán-1-ol.

4.4. Štandardný roztok 2-metylpropán-1-ol

Rozpustite 2-metylpropán-1-ol (4.3) s vodným roztokom etanolu o koncentrácii 96 objemových % na získanie série štandardov s množstvom 0,1 g, 0,2 g, 0,4 g, 0,6 g a 1,0 g 2-metylpropán-1-ol-u na 100 ml roztoku.

4.5. Štandardné acetaldehydové roztoky.

Pripravte štandardné acetaldehydové roztoky, ako je uvedené v oddieli 6.2 metódy 4.

4.6. Etanol o koncentrácii 96 objemových % bez vyšších alkoholov a aldehydov.

5. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

5.1. UV-VIS spektrofotometer, schopný stanoviť absorbciu roztokov pri 560 nm.

5.2. Spektrofotometrické kyvety 10, 20 a 50 mm šírky – (aktívna dĺžka prechodu svetelného lúča).

5.3. Vodný kúpeľ s termostatom na 20 °C ± 0,5 °C.

5.4. Kolorimetrické skúmavky z hrubého skla Pyrex alebo podobné so sklenenými zátkami, s obsahom asi 50 ml.

6. POSTUP

6.1. Obsah aldehydu

Stanovte obsah aldehydu, vyjadrený ako acetaldehyd vo vzorke s použitím metanolu 4.

6.2. Kalibračná krivka 2-metylpropán-1-ol.

Pipetujte 10 ml každého štandardu 2-metylpropán-ol (4.4) do 50 ml sklenených valcov, každý so sklenenou zátkou. Pipetujte 1 ml roztoku salicylaldehydového roztoku (4.1) do valcov a potom 20 ml kyseliny sírovej (4.2) Starostlivo rozmiešajte obsah s opatrným pohybovaním valcov dopredu a dozadu niekoľko krát (sledujte, aby sa náhodne neuvoľnila zátku). Nechajte 10 minút pri izbovej teplote a potom položte na vodný kúpeľ (5.3) pri 20 ± 0,5 °C. Po 20 minútach vylejte obsah do série kyviet spektrofotometra.

Presne 30 minút po pridaní kyseliny sírovej stanovte absorbanciu roztoku pri 560 nm s použitím vody v referenčnej kyvete spektrofotometra.

Zostrojte kalibračnú krivku absorbancie v závislosti od koncentrácie 2-metylpropán-ol.

6.3. Kalibračná krivka aldehydy

Opakujte 6.2 ale s nahradením každého štandardu z 2-metylpropán-1-ol 10 ml acetaldehydových vzoriek.

Zostrojte kalibračnú krivku absorbancie pri 560 nm v závislosti na koncentrácii acetaldehydu.

6.4. Stanovenie vzorky

Opakujte 6.2 ale s nahradením 10 ml 2-metylpropán-1-ol štandardy 10 ml vzorky.
Určite absorbančiu vzorky.

7. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

7.1. Vzorec a metóda výpočtu

7.1.1. Opravte absorbančiu vzorky odčítaním hodnoty absorbančie zodpovedajúcej aldehydovej koncentrácii vo vzorke (získanú z kalibračnej krivky 6.3).

7.1.2. Určite koncentráciu vyšších alkoholov vyjadrenú ako 2-metylpropán-1-ol vo vzorke z kalibračnej krivky skonštruovanej podľa 6.2, ale s použitím správnej absorbančie (7.1.1).

7.1.3. Koncentrácia vyšších alkoholov, vyjadrená ako 2-metylpropán-1ol v g na hl 100 % etanolu sa stanoví podľa:

$$\frac{A \cdot 100}{T} \quad A \cdot 100/T$$

kde:

A= koncentrácia vyšších alkoholov vo vzorke, ako je vypočítané v 7.1.2.

T= obsah alkoholu vzorky určený metódou 1.

7.2. Opakovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch testov, uskutočnených súčasne alebo rýchlo za sebou tým istým analytikom, s tou istou vzorkou, za rovnakých podmienok, nesmie prekročiť 0,2 g na hl 100 % etanolu.

Metóda 6: Stanovenie celkovej kyslosti

1. ZAMERANIE A ROZSAH POUŽITIA

Metódou sa stanovuje celková kyslosť, vyjadrená ako kyselina octová v alkohole.

2. DEFINÍCIA

Celkový obsah kyslosti, vyjadrený ako kyselina octová: obsah celkovej kyslosti, vyjadrený ako kyselina octová, ako je stanovené uvedenou metódou.

3. PRINCÍP

Vzorka po odplynení sa titruje s štandardným roztokom hydroxidu sodného a kyslosť sa prepočíta na kyselinu octovú.

4. ČINIDLÁ

4.1. Roztoky hydroxidu sodného, 0,01 mol/l a 0,1 mol/l, uskladnené tak, že sa minimalizuje styk s oxidom uhličitým.

4.2. Indigo karmínový roztok (A)

- Odvážte 0,2 g indigo karmínu,
- rozpustite v 40 ml vody a doplňte do 100 g s etanolom.

Roztok fenolovej červenej (B)

- odvážte 0,2 g fenolovej červenej,
- rozpustite v 6 ml hydroxidu sodného 0,1 mol/l a doplňte po značku s vodou do 100 ml odmernej banky.

5. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

5.1. Byreta alebo automatický titrovací prístroj.

5.2. Pipety 100 ml.

5.3. banka s okrúhlym dnom a sklenenou zátkou, 250 ml.

5.4. Reflux so sklenenou zátkou.

6. POSTUP

- pipetujte 100 ml vzorky do 250 ml, banky s okrúhlym dnom,
- pridajte varné kamienky a krátko zohrievajte do varu s refluxom,
- pridajte jednu kvapku každého z uvedených roztokov A a B do horúceho roztoku,
- potom titrujte s hydroxidom sodným 0,01 mol/l pokiaľ sa neobjavia prvé náznaky zmeny farby zo zelenožltej na fialovú.

7. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

7.1. Vzorec a metóda výpočtu

Obsah celkovej kyslosti, vyjadrený ako kyselina octová, v g/hl 100 % etanolu je daný:

$$\frac{V \cdot 60}{T}$$

kde:

V= množstvo v ml 0,01 mol/l hydroxidu sodného potrebného na neutralizáciu.

T= obsah alkoholu vzorky určený metódou 1.

7.2. Opakovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch testov, uskutočnených súčasne alebo rýchlo za sebou tým istým analytikom, s tou istou vzorkou, za rovnakých podmienok, nesmie prekročiť 0,1 g na hl 100 % etanolu.

Metóda 7: Stanovenie esterov

1. ZAMERANIE A ROZSAH POŽITIA

Metóda stanovenia esterov, vyjadrených ako etylacetát v alkohole.

2. DEFINÍCIA

Obsah esteru je obsah esterov, vyjadrený ako atylacetát, stanovený uvedenou metódou.

3. PRINCÍP

Estery reagujú kvantitatívne s hydrochloridhydroxylamínom v alkalickom roztoku a vytvárajú hydroxylaminové kyseliny. Tieto vytvárajú farebné komplexy s iónmi železa v kyslom prostredí. Optická hustota týchto komplexov sa meria pri 525 nm.

4. ČINIDLÁ

4.1. Kyselina chlorovodíková 4 mol/l.

4.2. Roztok chloridu železitého, 0,37 mol/l v 1 mol/l kyseliny chlorovodíkovej.

4.3. hydroxylamín hydrochlorid, 2 mol/l. Uskladnený v chladničke.

4.4. Roztok hydroxidu sodného 3, 5 mol/l.

4.5. Štandardné roztoky etylacetátu s obsahom 0,0 g, 0,2 g, 0,4 g, 0,6 g, 0,8 g a 1,0 g etyl acetátu na hl 96 objemových % etanolu bez esterov .

5. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

5.1. Spektrofotometer s 50 mm širokými kvetami (aktívna dĺžka prechodu svetelného lúča).

6. POSTUP

6.1. Kalibračná krivka

- odvážte presne 1,0 g etylacetátu na analytických váhach,
- pridajte alkohol bez esteru do 1000 ml odmernej banky a doplňte po značku pri 20°C,
- pripravte série roztokov v dvoch krokoch na získanie 20 referenčných roztokov s obsahom od 0,1 do 2 mg etylacetátu na 100 ml roztoku,
- určite absorbnú hodnotu pre referenčné roztoky v súlade s 6.2 a zostrojte graf.

6.2. Stanovenie obsahu esterov

- pipetujte 10 ml vzorky do testovacích skúmaviek so sklenenými zátkami,
- pridajte 2 ml roztoku hydroxylamínu hydrochloridu,
- v rovnakom čase pripravte slepú vzorku s použitím 10 ml etanolu bez esteru o koncentrácii 96 objemového % a 2 ml roztoku hydroxylamínu hydrochloridu,

- potom pridajte 2 ml hydroxidu sodného do každého roztoku, zatvorte skúmavky so sklenenými uzávermi a dobre premiešajte,
- nechajte 15 minút v 20°C vodnom kúpeli,
- pridajte 2 ml kyseliny chlorovodíkovej do každej skúmavky a krátko premiešajte,
- pridajte 2 ml roztoku chloridu železitého a dobre premiešajte,
- dajte obsah do kyviet spektrofotometra.
- zmerajte hodnotu absorpcie pri 525 nm.

7. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

7.1. Vzorec a metóda výpočtu

Zostrojte kalibračný graf optickej hustoty štandardov v závislosti od koncentrácií.

Obsah esteru (vyjadrený ako etylacetát = A) zodpovedajúci hodnote absorpcie sa určí z grafu a vypočíta podľa vzorca:

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

a stanoví v 9 na hl 100 % etanolu,

kde: T = obsah alkoholu vo vzorke v % obj. stanovené, ako je opísané v metóde 1.

7.2. Opakovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch testov uskutočnených súčasne alebo rýchlo za sebou tým istým analytikom, s tou istou vzorkou, za rovnakých podmienok, by nemal byť vyšší ako 0,1 g esterov prepočítaných na etylacetát na hl 100 objemových % etanolu.

Metóda 8: Stanovenie prchavých zložiek obsahujúcich dusík

1. ZAMERANIE A ROZSAH POUŽITIA

Touto metódou sa stanovujú prchavé zložky obsahujúce dusík, vyjadrené ako dusík v alkohole.

2. DEFINÍCIA

Obsah prchavých zložiek obsahujúcich dusík: obsah prchavých zložiek obsahujúcich dusík, vyjadrené ako dusík, ako je stanovené uvedenou metódou.

3. PRINCÍP

Vzorka sa vyparuje na malý objem za prítomnosti kyseliny sírovej a obsah amoniaku sa potom stanoví s použitím Conwayovej mikro-difúznej techniky.

4. ČINIDLÁ

4.1. Kyselina sírová 1 mol/l.

4.2. Indikačný roztok kyseliny boritej. Rozpusťte 10 g kyseliny boritej, 8 mg bromkrezolovej zelenej a 4 mg metylovej červenej v 30% vol propán-2-ol v 1000 ml odmernej banke a doplňte s 30 % vol propán-2-ol po značku.

4.3. Roztok hydroxidu draselného, 500 g/l; bez oxidu uhličitého.

4.4. Kyselina chlorovodíková 0,02 mol/l.

5. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

5.1. Odparovacia miska s dostatočnou kapacitou na 50 ml vzorky.

5.2. Vodný kúpeľ.

5.3. Conwayova banka s tesne priliehajúcim viečkom; pozri obrázok 1, kvôli opisu a predstave rozmerov.

5.4. Mikro byreta, s obsahom od 2 do 5 ml, delená po 0,01 ml.

6. POSTUP

6.1. Pipetujte 50 ml vzorky (pri predpokladanom obsahu dusíka menej ako 0,2 g na hl vzorky vezmite 200 ml vzorky) do sklenenej misky pridajte 1 ml 1 mol/l kyseliny sírovej (4.1), dajte misku (5.1) na vodný kúpeľ a odparujte pokiaľ nezostane iba 1 ml.

6.2. Pipetujte 1 ml indikačného roztoku kyseliny boritej (4.2) do vnútornej komory Conwayovej banky (5.3) a zmyte zostatkový roztok z odparovacieho procesu (6.1) do vonkajšej komory. Zľahka premiešajte Conwayovu banku a pridajte asi 1 ml roztoku hydroxidu draselného (4.3) do vonkajšej komory tak rýchlo, ako je to možné, ale čo najďalej od väčšiny roztoku vo vonkajšej komore, ako je to možné. Okamžite zatvorte Conwayovu banku uzáverom s tesne priliehajúcim viečkom potretým vazelínou.

6.3. Premiešajte dva roztoky vo vonkajšej komore, pričom dajte pozor, aby sa roztoky vo vnútornej a vonkajšej časti nezmiešali. Nechajte stáť dve hodiny.

6.4. Titrujte amoniak vo vnútornej komore s 0,02 mol/l kyselinou chlorovodíkovou (4.4) s použitím mikrobyrety (5.4) až do neutralizácie. Objem použitej kyseliny má byť od 0,2 ml do 0,9 ml; označte objem použitej kyseliny ako V_1 ml.

6.5. Urobte slepú titráciu opakovaním bodov 6.1 až 6.4, ale s nahradením 50 ml vzorky v bode 6.1 tým istým objemom vody. Označte objem použitej kyseliny chlorovodíkovej ako V_2 .

7. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

7.1. Vzorec a metóda výpočtu.

Obsah prchavých zložiek obsahujúcich dusík v g na hl 100 objemových % etanolu, vypočítaný a vyjadrený, ako dusík sa stanoví ako:

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

kde:

V_1 = objem v ml, kyseliny chlorovodíkovej použitej na neutralizáciu vzorky.

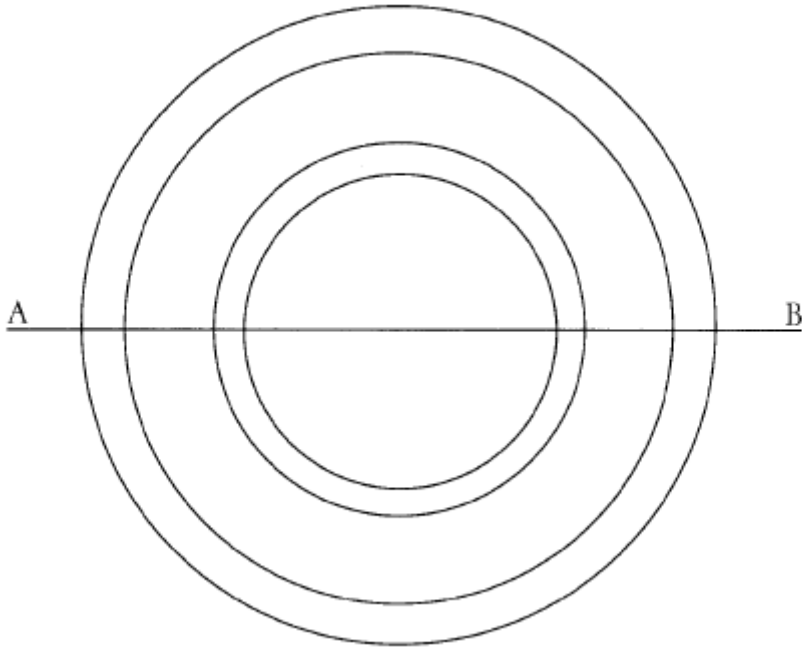
V_2 = objem v ml kyseliny chlorovodíkovej použitej na slepý pokus.

T = obsah alkoholu vzorky určený metódou 1.

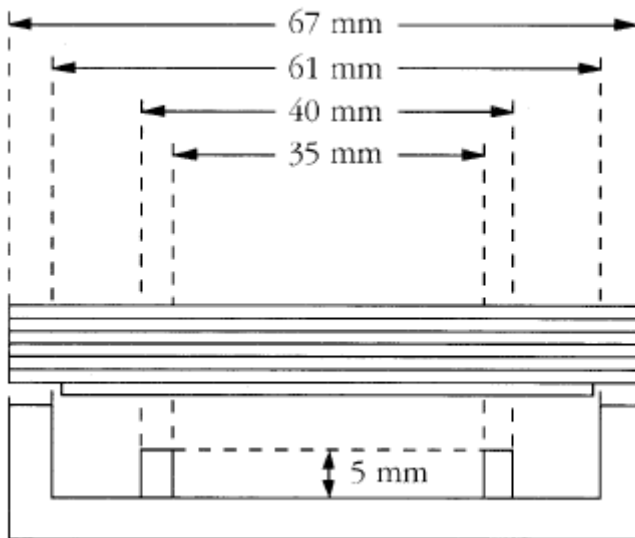
E = množstvo použitej vzorky v ml.

7.2. Opakovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch testov uskutočnených súčasne alebo rýchlo za sebou tým istým analytikom, s tou istou vzorkou, za rovnakých podmienok, nesmie byť vyšší ako 0,05 g na hl 100 objemových % etanolu.



Pohľad na fľašku zvrchu



Vertikálna sekcia línie A-B
Typické rozmery

Obázok 1: Conwayova fľaška

Metóda 9: Stanovenie metanolu

1. ZAMERANIE A ROZSAH POUŽITIA

Metódou sa stanovuje obsah metanolu v alkohole.

2. DEFINÍCIA

Obsah metanolu: obsah metanolu, ako je stanovené uvedenou metódou.

3. PRINCÍP

Koncentrácia metanolu sa stanoví priamym vstrekaním vzorky do plynového chromatografu.

4. POSTUP

Ktorákoľvek GLC metóda je vhodná za predpokladu, že plynový chromatografický stĺpec a vytvorené podmienky sú schopné dosiahnuť výraznú separáciu medzi metanolom, acetaldehydom a etyl acetátom. Limit detekcie metanolu v etanole má byť menej ako 2 g/hl.

5. OPAKOVATEĽNOSŤ

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo rýchlo za sebou tým istým analytikom, s tou istou vzorkou, za rovnakých podmienok, nesmie presiahnuť 2 g metanolu na hl 100 objemových % etanolu.

Metóda 10: STANOVENIE SUŠINY

1. ZAMERANIE A ROZSAH POUŽITIA

Metódou sa stanovuje obsah sušina v alkohole.

2. DEFINÍCIA

Obsah sušiny je obsah sušiny stanovené uvedenou metódou.

3. PRINCÍP

Pomernú časť vzorky sa vysuší pri 103°C a sušina sa stanoví gravimetricky.

4. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

4.1. Vodný kúpeľ, vriaci.

4.2. Odparovacia miska s vhodným objemom.

4.3. Exsikátor, ktorý obsahuje čerstvo aktivovaný silikagél (alebo ekvivalentný desikant) s indikátorom vlhkosti.

4.4. Analytické váhy.

4.5. Sušiareň, termostaticky nastavená na 103 °C ± 2 °C.

5. POSTUP

Presne odvážte hmotnosť čistej suchej odparovacej misky s presnosťou na 0,1 mg (4.2) (m_0). Pipetujte podľa potreby na niekoľkokrát vhodný objem vzorky do misky (100 – 250 ml) (V_0 ml). Dajte misku so vzorkou na vriaci vodný kúpeľ (4.1) a vysušujte. Dajte do pece (4.5) pri $103\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ na 30 minút a potom dajte misku s odparkom do exsikátora (4.3). Nechajte misku 30 minút vychladnúť a potom misku s rezíduom m_1 odvážte s presnosťou na 0,1 mg.

6. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

6.1. Vzorec a metóda výpočtu

Obsah suchých rezíduí v g na hl 100 % etanolu sa stanoví:

$$\frac{(M_1 - M_0) \cdot 10^7}{V_0 \cdot T}$$

kde:

M_0 = hmotnosť suchej čistej misky,

M_1 = hmotnosť misky s rezíduom po vysušení,

V_0 = objem vzorky odobratej na sušenie a

T = obsah alkoholu vzorky určený metódou 1.

6.2. Opakovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch testov uskutočnených súčasne alebo rýchlo za sebou tým istým analytikom, s tou istou vzorkou, za rovnakých podmienok, nesmie presiahnuť 0,5 g na hl 100 objemových % etanolu

Metóda 11: Limitný test na stanovenie neprítomnosti furfuralu

1. ZAMERANIE A ROZSAH POUŽITIA

Metódou sa určí prítomnosť furfuralu v alkohole.

2. DEFINÍCIA

Stanovenie limitných testov koncentrácie furfuralu je výsledok limitného testu, stanoveného uvedenou metódou.

3. PRINCÍP

Vzorka alkoholu sa zmieša s anilínom a ľadovou kyselinou octovou. Prítomnosť furfuralu indikuje lososovo ružové zafarbenie v roztoku do 20 minút od zmiešania.

4. ČINIDLÁ

4.1. Čerstvo destilovaný anilín.

4.2. Ľadová kyselina octová

5. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

Skúmavky uzavreté so sklenenými zátkami.

6. POSTUP

Pipetujte 10 ml vzorky do skúmavky (5); pridajte 0,5 ml anilínu a 2 ml ľadovej kyseliny octovej. Pretrepaním zmiešajte obsah.

7. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

7.1. Interpretácia limitného testu

Pokiaľ je sa do 20 minút objaví akékoľvek losovo ružové zafarbenie v skúmavke, test je pozitívny a vzorka obsahuje furfural.

7.2. Pozorovania

Výsledky dvoch testov uskutočnených súčasne alebo rýchlo za sebou tým istým analytikom, s tou istou vzorkou, za rovnakých podmienok, musí byť rovnaký.

Metóda 12: UV test

1. ROZSAH

Táto metóda určuje optickú transparentnosť alkoholu.

2. PRINCÍP

Optická transparentnosť vzorky pri vlnovej dĺžke v rozsahu 220 nm až 270 nm sa meria v rôznych referenčných substanciách s vysokou optickou transparentnosťou.

3. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

3.1. UV-VIS spektrofotometer

3.2. Kremenné kyvety o dĺžke 10 mm s rovnakým transmisným spektrom.

4. ČINIDLÁ

n-hexán pre spektroskopiu.

5. POSTUP

Vypláchnite čistú kyvetu s roztokom vzorky a potom naplňte vzorkou; vysušte vonkajšok kyviet,

- rovnako urobte s referenčnou kyvetou a s n-hexánom a naplňte ju n-hexánom,
- stanovte hodnoty absorbcie a zostrojte graf.

6. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

Hodnoty absorbancie pri 270 nm, 240 nm, 230 nm a 220 nm nesmú presiahnuť tieto hodnoty: 0,02, 0,08, 18 a 0,3.

Krivka absorbancie musí byť plynulá a pravidelná.

Metóda 13: Stanovenie obsahu ¹⁴C v etanole

1. METÓDA NA STANOVENIE TYPU ALKOHOLU

Stanovenie obsahu ¹⁴C v etanole dovoľuje zistiť alkohol z fosílnych palív (syntetický alkohol) a alkohol zo súčasných surovín (alkohol získaný kvasením).

2. DEFINÍCIA

Obsahom ¹⁴C v etanole sa rozumie obsah ¹⁴C stanovený s použitím tejto metódy.

Prirodzený obsah ¹⁴C v atmosfére (referenčná hodnota), ktorý sa absorbuje živými organizmami asimiláciou nie je konštantná hodnota. Referenčná hodnota sa preto stanoví v etanole zo suroviny z čo najbližšieho vegetačného obdobia. Táto ročná referenčná hodnota sa stanoví každý rok na základe spoločných analýz organizovaných Úradom spoločenstva pre referencie a Spojené výskumné centrum, Ispra.

3. PRINCÍP

Obsah ¹⁴C vo vzorkách s obsahom alkoholu s najmenej 85% hmotnosti etanolu sa stanoví priamo odčítaním scintilácie roztoku.

4. ČINIDLÁ

4.1. Toulénový scintilátor

5,0 g 2,5-difenyloxazol (PPO)

0,5 g p-bis-[4-metyl-5-fenyloxazolyl(2)]-benzén (dimetyl-POPOP) v 1 litri toluénu analytického stupňa čistoty.

Obchodný, použiteľný toluénový scintilátor tohto zloženia sa môže tiež použiť.

4.2. ¹⁴C štandard

n-hexadekán ¹⁴C s aktivitou asi 1×10^6 dpm/g (približne $1,67 \times 10^6$ cBq/g) a garantovaná presnosť stanovenia aktivity ± 2 % rel.

4.3. Etanol bez ¹⁴C

Syntetický alkohol s pôvodom z fosílny suroviny s najmenej 85% hmotnosti etanolu, na stanovenie pozadia.

4.4. Alkohol zo súčasných vegetačných surovín s najmenej 85% hmotnosti etanolu, ako referenčný materiál.

5. PRÍSTROJOVÉ VYBAVENIE

- 5.1. Multikanálový roztokový scintilačný spektrometer s procesorom a automatickou vonkajšou štandardizáciou a displejom vonkajšieho pomeru štandardu/kanál (bežný tvar: tri meracie kanále a dva vonkajšie štandardné kanále).
- 5.2. Trubice s nízkym obsahom draslíka vhodné pre spektrometer, s tmavými uzávermi na závit s polyetylénovou vložkou.
- 5.3. Pipety s objemom 10 ml.
- 5.4. Automatický dávkovač 10 ml.
- 5.5. Banka s okrúhlym dnom a sklenou zátkou, 250 ml.
- 5.6. Destilačná aparátúra s vyhrievaním, t. j. typ Micko.
- 5.7. Mikrostriekačka 50 ml.
- 5.8. Nálevka pyknometra, pyknometer na 25 ml a 50 ml.
- 5.9. Termostat s tepelnou stabilitou $\pm 0,01$ °C.
- 5.10. Oficiálne alkoholové tabuľky v súlade so smernicou Rady z 27. júla 1976 o aproximácii zákonov členských štátov, ktoré sa vzťahujú na alkoholové tabuľky, uverejnené Komisiou Európskych spoločenstiev (ISBN 92-825-0146-9).
Uvedené právne akty Európskych spoločenstiev sú transponované v osobitnom predpise.

6. POSTUP

6.1. Nastavenie prístrojov

Prístroje sa majú nastaviť podľa pokynov výrobcu. Meracie podmienky sú optimálne, keď hodnota E_2/B , index kvality je maximálna.

E = účinnosť

B = pozadie

Optimalizujú sa iba dva meracie kanály. Tretí je úplne otvorený na účely kontroly.

6.2. Výber trubíc

Väčší počet trubíc, ktoré budú neskôr potrebné sa naplní s 10 ml syntetického etanolu bez ^{14}C a 10 ml toluénového scintilátora. Každý sa meria aspoň x 100 minút. Trubice, ktorých pozadie kolíše viac ako ± 1 % relatívne od priemeru sa vylúčia. Iba trubice nové od výrobcu a z tej istej šarže sa môžu použiť.

6.3. Stanovenie vonkajšieho pomeru štandard/kanál (ESCR)

Počas procesov nastavovania kanálov podľa bodu 6.1. sa ESCR stanoví s použitím vhodného počítačového programu, kde sa stanoví účinnosť. Ako vonkajší štandard sa použije cézium 137, ktoré je už zabudované výrobcom.

6.4. Príprava vzorky

Vzorky s obsahom etanolu najmenej 85% hmotnosti a bez nečistôt, ktoré absorbujú pri vlnovej dĺžke menej ako 450 nm sa meria. Malé rezíduá esterov a aldehydov nie sú problém. Po odpustení prvých niekoľko ml, vzorka sa priamo destiluje do pyknometra a obsah alkoholu sa stanoví pyknometrom. Hodnoty sa vyčítajú z Oficiálnych alkoholových tabuliek.

7. MERANIE VZORIEK S POŽITÍM VONKAJŠIEHO ŠTANDARDU

7.1. Slabo naplnené vzorky, ako je popísané v bode 6.4 s ESCR približne 1.8 sa môžu merať s ESCR, ktorým sa uskutoční meranie účinnosti.

7.2. Meranie

10 ml každej vzorky pripravenej podľa 6.4 sa pipetuje do vybranej trubice, skontrolovanej na pozadí a 10 ml toluén scintilátora sa pridá cez automatické dávkovacie zariadenie. Vzorky v trubiciach sa homogenizujú vhodným rotačným pohybom; roztok nesmie zvlhčiť polyetylén vložený do vrchných uzáverov. Trubica s obsahom alkoholu bez ^{14}C sa pripraví rovnako na meranie pozadia. Na meranie príslušnej ročnej hodnoty ^{14}C sa pripraví alkohol z najbližšej vegetácie a trubica sa mieša s vnútorným štandardom (bod 8).

Kontrolná vzorka a vzorka pozadia sa umiestnia na začiatok meraných sérií, ktoré obsahujú nie viac, ako 10 vzoriek na analýzy. Celkový čas merania na vzorku je najmenej 2 x 100 minút, s individuálnymi vzorkami meranými v čiastočných štádiách 100 minút tak, aby sa žiadne zariadenie neposunulo alebo aby sa neprejavil iný vplyv. (Jeden cyklus teda zodpovedá meraciemu intervalu 100 minút na vzorku).

Vzorky pozadia a kontrolné vzorky sa čerstvo pripravujú každé štyri týždne.

Táto metóda vyžaduje málo času a materiálu a je vhodná pre nešpecializované laboratóriá, ktoré spracúvajú veľké množstvo vzoriek.

Ak ide o slabo naplnené vzorky (ESC asi 1,8), účinnosť je iba zanedbateľne ovplyvnená zmenou tejto hodnoty. Pokiaľ je zmena v $\pm 5\%$ rel., možno očakávať rovnakú účinnosť. Pre oveľa viac ovplyvnené vzorky, ako sú denaturované alkoholy, účinnosť možno zabezpečiť pomocou korekčného grafu na odstránenie ovplyvnení. Vo vhodnom počítačovom programe nie sú dostupné vnútorné štandardy, ktoré sa musia použiť, a to dáva neočakávané výsledky.

8. MERANIE VZORIEK S POUŽITÍM VNÚTORNÉHO ŠTANDARDU HEXADEKÁNU ^{14}C

8.1. Postup

Kontrolná vzorka a vzorka pozadia (súčasný a fosílny etanol) a neznámy materiál sa duplicitne meria. Jedna vzorka duplikátu sa pripraví v nevybranej trubici a s presne stanoveným množstvom (30 ml) hexadekánu ^{14}C , ktorý sa pridá, ako vnútorný štandard (pridaná aktivita približne 26269 dpm/g C priemerne 43782 cBq/g C). Na prípravu vzorky a merací čas vzorky, pozri 7.2, ale merací čas vzoriek s vnútorným štandardom sa môže redukovať na asi päť minút s prednastavením na 105 pulzov. Jeden duplikát pozadia s kontrolnou vzorkou sa použije na meranie sérií; tieto sa umiestnia na začiatok meraných sérií.

8.2. Nakladanie s vnútorným štandardom a trubicami

Aby sa predišlo kontaminácii pri meraní vnútorného štandardu musia sa uskladňovať a musí sa s nimi

manipulovať dostatočne ďaleko od pripravovaných a meraných vzoriek. Po meraní sa trubice skontrolujú na pozadie a môžu sa znova použiť. Skrutkovacie uzávery trubic s obsahom vnútorného štandardu sa odnímu.

9. VYJADROVANIE VÝSLEDKOV

9.1. Jednotkou aktivity rádioaktívnej substancie je becquerel; 1 Bq= 1 impulz za sekundu.

Indikácia špecifickej rádioaktivity sa vyjadří, ako pomerné becquerely na jeden gram uhlíka = Bq/g C. Na získanie praktickejších výsledkov je najlepšie vyjadriť výsledky v centi becquereloch = cBq/g C. Opis a formulácia vzorca použitého v literatúre, založenom na dpm, možno zatiaľ ponechať. Na získanie zodpovedajúcich hodnôt v cBq zhruba vynásobte hodnotu dpm 100/60.

9.2. Vyjadrenie výsledkov s vonkajším štandardom

$$cBq/g C = \frac{(cpm_{pr} - cpm_{NE}) \cdot 1,918 \cdot 100}{V \cdot F \cdot Z \cdot 60}$$

9.3. Vyjadrenie výsledkov s vnútorným štandardom

$$cBq/g C = \frac{(cpm_{pr} - cpm_{NE}) \cdot dpm_{IS} \cdot 1,918 \cdot 100}{(cpm_{IS} - cpm_{pr}) \cdot V \cdot F \cdot 60}$$

kde:

cpm_{pr} = hlavná vzorka počítania počas meracieho času.

cpm_{NE} = pomer pulzov hlavného pozadia vypočítaný rovnakým spôsobom.

cpm_{IS} = hodnota pridaného vnútorného štandardu (kalibračná rádioaktivita dpm).

dpm_{IS} = množstvo pridaného vnútorného štandardu (kalibračná rádioaktivita dpm).

E = objem použitej vzorky v ml.

F= obsah čistého alkoholu v gramoch na ml zodpovedajúce svojej koncentrácii.

Z = účinnosť zodpovedajúca ESCR hodnote.

1,918 = počet gramov alkoholu na gram uhlíka.

10. SPOĽAHLIVOSŤ METÓDY

10.1. Opakovateľnosť (r)

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

10.2. Porovnateľnosť (R)

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

Referenčné metódy skúšania liehovín

1. Referenčnými metódami skúšania liehovín sú metódy požívané:
 - a) pri každej úradnej kontrole alebo
 - b) v spornom prípade.

2. Pri úradnej kontrole podľa bodu 1 písmena a) sa povoľuje používať iné analytické metódy na zodpovednosť vedúceho laboratória s podmienkou, že správnosť a presnosť (opakovateľnosť a reprodukovateľnosť) výsledkov týchto metód je aspoň rovnocenná s presnosťou a správnosťou výsledkov príslušných analytických metód uvedených v tejto prílohe.

3. Ak nie sú stanovené analytické referenčné metódy na zisťovanie a kvantifikáciu látok obsiahnutých v konkrétnej liehovine, použijú sa tieto metódy:
 - a) analytické metódy, ktoré sú validované medzinárodne uznávanými postupmi a ktoré predovšetkým spĺňajú kritériá uvedené v prílohe k smernici 85/591/EHS;
 - b) analytické metódy, ktoré vyhovujú odporúčaným normám Medzinárodnej organizácie pre normalizáciu (ISO);
 - c) analytické metódy, ktoré uznáva a uverejňuje Valné zhromaždenie Medzinárodného úradu pre vínu révu a vína (OIV);
 - d) ak neexistuje metóda podľa písmen a) až c), ak ide o presnosť, opakovateľnosť a reprodukovateľnosť:
 1. analytická metóda, ktorú schválil príslušný členský štát,
 2. v prípade potreby ktorákoľvek iná vhodná analytická metóda.

4. Na účely tohto výnosu:
 - a) „limit opakovateľnosti“ je hodnota, pre ktorú je možné s pravdepodobnosťou 95 % očakávať, že absolútna hodnota rozdielu medzi dvomi výsledkami skúšok získanými za podmienok opakovateľnosti, t. j. ten istý obslužný pracovník, ten istý prístroj, to isté laboratórium a krátky časový interval, je menšia alebo rovná tejto hodnote⁴⁾,
 - b) „limit reprodukovateľnosti“ je hodnota, pre ktorú je možné s pravdepodobnosťou 95 % očakávať, že absolútna hodnota rozdielu medzi dvomi výsledkami skúšok získanými za podmienok reprodukovateľnosti, t. j. rôzni obslužní pracovníci, rôzne prístroje a rôzne laboratória, je menšia alebo rovná tejto hodnote⁴⁾,
 - c) „správnosť“ je blízkosť zhody medzi výsledkom skúšky a prijatou referenčnou hodnotou⁴⁾.

5. Popis analytických referenčných metód:

I. Stanovenie obsahu etanolu v liehovinách v objemových percentách alkoholu

I. 1: Príprava destilátu

I. 2: Meranie hustoty destilátu

- Metóda A = pyknometria
- Metóda B = elektronické meranie hustoty
- Metóda C = meranie hustoty pomocou hydrostatických váh

⁴⁾ STN ISO 3534-1.

- II. Stanovenie celkovej sušiny gravimetrickým meraním
- III. Stanovenie prchavých látok a metanolu
 - III.1 Všeobecné poznámky
 - III.2 Prchavé spoluvznikajúce zložky (kogenery): aldehydy, vyššie alkoholy, etylacetát a metanol (plynovou chromatografiou)
 - III.3 Prchavé kyseliny (p. m.)
- IV. Kyselina kyanovodíková (p. m.)
- V. Anetol
- VI. Kyselina glycyrrhizová
- VII. Chlakóny
- VIII. Celkový cukor (p. m.)
- IX. Vaječný žltok

I. STANOVENIE OBSAHU ETANOLU V LIEHOVINÁCH V OBJEMOVÝCH PERCENTÁCH ALKOHOLU

Úvod

Popis referenčnej metódy obsahuje dve prílohy, a to:

- a) prílohu I.1: Príprava destilátu,
- b) prílohu I.2: Meranie hustoty destilátu

1. Zameranie

Táto metóda je vhodná na určovanie skutočného obsahu etanolu v liehovinách v objemových percentách alkoholu.

2. Odkazy na normy

STN EN ISO 3696 Kvalita vody na analytické účely. Špecifikácia a skúšobné metódy.

3. Pojmy a definície

3.1. Referenčná teplota:

Referenčná teplota pre stanovenie obsahu etanolu na základe objemu, hustoty a mernej tiaže je 20 °C.

Poznámka 1: Pojem „pri t °C“ je vyhradený pre všetky prípady, keď sú určované hodnoty (hustota alebo obsah etanolu v objemových percentách alkoholu) vyjadrené pri teplote rôznej od referenčnej teploty 20 °C.

3.2. Hustota:

Hustota je hmotnosť na jednotku objemu liehovín vo vákuu (*in vacuo*) pri 20 °C. Vyjadruje sa v kilogramoch na meter kubický a jej symbol je $\rho_{20^{\circ}\text{C}}$ alebo $r_{20^{\circ}}$.

3.3. Merná tiaž:

Merná tiaž je pomer hustoty liehovín pri 20 °C k hustote vody pri tej istej teplote vyjadrený ako desatinné číslo. Označuje sa symbolom $d_{20^{\circ}\text{C}/20^{\circ}\text{C}}$ alebo $d_{20^{\circ}/20^{\circ}}$, alebo jednoducho d , ak neexistuje

žiadna možnosť zámény. Charakteristika, ktorá bola nameraná, sa musí uviesť v protokole zo skúšky iba pomocou vyššie definovaných symbolov.

Poznámka 2: Hodnotu mernej tiaže je možné získať z hustoty r_{20° pri 20 °C:

$$r_{20^\circ} = 998,203 \times d_{20^\circ/20^\circ} \quad \text{alebo} \quad d_{20^\circ/20^\circ} = r_{20^\circ} / 998,203$$

kde 998,203 je hustota vody pri 20 °C

3.4. Skutočný obsah etanolu v liehovinách v objemových percentách alkoholu:

Skutočný obsah etanolu v liehovinách v objemových percentách alkoholu sa rovná počtu litrov etylalkoholu obsiahnutých v 100 l zmesi vody a alkoholu, ktorá má rovnakú hustotu ako alkohol alebo lieh po destilácii. Referenčné hodnoty obsahu etanolu v objemových percentách alkoholu (% obj.) pri 20 °C v závislosti od hustoty pri 20 °C pre rôzne zloženia zmesi vody a alkoholu, ktoré sa majú používať, sú uvedené v medzinárodnej tabuľke, ktorú prijala Medzinárodná organizácia legálnej metrológie vo svojom Odporúčaní č. 22.

Všeobecná rovnica týkajúca sa obsahu etanolu v liehovinách v objemových percentách alkoholu a hustoty zmesi vody a alkoholu pri danej teplote je uvedená na strane 40 v kapitole 3 'Obsah etanolu v liehovinách v objemových percentách alkoholu' prílohy k nariadeniu komisie (EHS) č. 2676/90 (OJ L 272, 3. 10. 1990, s. 1) alebo v príručke analytických metód OIV (1994) (s. 17).

Poznámka 3: Ak ide o likéry a krémové likéry, ktorým sa veľmi ťažko presne meria objem, vzorka sa musí odvážiť a najprv sa vypočíta obsah etanolu v hmotnostných percentách alkoholu.

Prevodový vzorec:

$$\text{obsah etanolu v liehovine v objemových percentách} \quad \frac{\text{ASM (\% hmotn.)} \times r_{20} \text{ (vzorka)}}{r_{20} \text{ (alkohol)}} \\ \text{alkoholu (\% obj.)} =$$

kde:

$$\begin{aligned} \text{ASM} &= \text{obsah etanolu v hmotnostných percentách} \\ r_{20} \text{ (alkohol)} &= 789,24 \text{ kg/m}^3 \end{aligned}$$

4. Princíp

Po destilácii sa určí obsah etanolu v destiláte v objemových percentách alkoholu pyknometrickým meraním, elektronickým meraním hustoty alebo meraním hustoty pomocou hydrostatických váh.

I. 1: PRÍPRAVA DESTILÁTU

1. Zameranie

Táto metóda je vhodná na prípravu destilátov, ktoré sa používajú pri určovaní skutočného obsahu etanolu v liehovinách v objemových percentách alkoholu.

2. Princíp

Liehoviny sa destilujú, aby sa oddelil etylalkohol a iné prchavé zlúčeniny od extrahovateľných látok, t. j. látok, ktoré sa nedeštilujú.

3. Reagenty a materiály

3.1. Granule proti búrlivému varu.

3.2. Koncentrovaná protipenová emulzia pre krémové likéry.

4. Prístroje a vybavenie

Obvyklé laboratórne prístroje, najmä tie, ktoré sú uvedené ďalej.

4.1. Vodný kúpeľ, ktorý možno udržiavať pri teplote 10 °C až 15 °C.

Vodný kúpeľ, ktorý možno udržiavať pri teplote 20 °C ± 0,2 °C.

4.2. Odmerné banky triedy A, s objemom 100 ml a 200 ml, ktoré boli úradne ciachované na 0,1 % a 0,15 %.

4.3. Destilačný prístroj:

4.3.1. Všeobecné požiadavky

Destilačný prístroj musí spĺňať tieto technické požiadavky:

- počet spojov nesmie byť vyšší než prísne najmenšie množstvo potrebné na zabezpečenie tesnosti systému,
- do prístroja musí byť zapojené zariadenie určené na zabránenie prenikaniu (strhávaníu vriacej kvapaliny parami) a zrovnomenenie destilačnej rýchlosti pár s vysokým obsahom alkoholu,
- rýchla a úplná kondenzácia alkoholových pár,
- prvé destilačné frakcie sa musia zachytávať vo vodnom prostredí.

Musí sa používať tepelný zdroj vybavený vhodným tepelným difúzorom, ktorý úplne zabráni možným pyrolytickým reakciám pri kontakte s etrahovateľnými látkami.

4.3.2. Príklad vhodného destilačného prístroja je znázornený na obrázku 1. Prístroj sa skladá z týchto častí:

- banka so zaobleným dnom, 1 liter, s normalizovaným zabrúseným skleneným spojom,
- rektifikačná kolóna vysoká najmenej 20 cm, napríklad Vigreuxova kolóna,
- kolenová spojovacia trubka s približne 10 cm dlhým vodorovne osadeným kondenzátorom s priamym okrajom (kondenzátor typu West), nasadená vertikálne,
- 40 cm dlhá chladiaca špirála,
- odvodná trubka, ktorou sa destilát privádza ku dnu ociachovanej zbernej odmerky obsahujúcej malé množstvo vody.

Poznámka: Vyššie popísaný prístroj je určený na prácu so vzorkou s objemom najmenej 200 ml. Možno ním však destilovať aj vzorky s menším objemom (100 ml) pomocou menšej destilačnej banky za predpokladu, že sa použije rozstrekovacia hlava alebo nejaké iné zariadenie, ktorým sa zabráni strhávaníu vriacej kvapaliny parami.

5. Skladovanie skúšobných vzoriek

Vzorky sa pred analýzou skladujú pri izbovej teplote.

6. Postup

Predbežná poznámka:

Destiláciu možno vykonávať aj postupom, ktorý uverejnila IUPAC (1968).

6.1. Overenie destilačného prístroja.

Použitý prístroj musí byť schopný vykonávať tieto činnosti:

Pri destilácii 200 ml vodného roztoku alkoholu so známou koncentráciou blízkou k 50 % obj. nesmú vznikáť vyššie straty alkoholu ako 0,1 % obj.

6.2. Liehoviny s obsahom etanolu menej ako 50 objemových % alkoholu.

Odmerajte pomocou odmernej banky 200 ml liehoviny.

Zaznamenajte si teplotu tejto kvapaliny, alebo ju udržiajte pri štandardnej teplote (20 °C).

Vylejte vzorku do banky so zaobleným dnom, ktorá je súčasťou destilačného prístroja a vypláchnite odmernú banku tromi dávkami po približne 20 ml destilovanej vody. Každú dávku výplachovej vody pridajte k obsahu destilačnej banky.

Poznámka: Takéto 60-ml zriedenie je dostatočné pre liehoviny s menším obsahom sušiny než 250 g na liter. V opačnom prípade, aby sa zabránilo pyrolýze, musí byť objem výplachovej vody aspoň 70 ml, ak je koncentrácia sušiny 300 g/l, 85 ml pri 400 g/l sušiny a 100 ml pre 500 g/l sušiny (niektoré ovocné likéry alebo krémové likéry). Upravte tieto objemy úmerne rôznym objemom vzoriek.

Pridajte niekoľko granúl proti búrlivému varu (3.1.), ak ide o krémové likéry aj protipenovú emulziu.

Nalejte 20 ml destilovanej vody do pôvodnej odmernej banky s objemom 200 ml, v ktorej bude uložený destilát. Túto banku potom musíte vložiť do studeného vodného kúpeľa (4.1.) (10 °C až 15 °C pre liehoviny s anízovou príchuťou).

Destilujte, dávajte pozor na to, aby ste zabránili strhávaniu vriacej kvapaliny parami a opaľovaniu a príležitostne premiešajte obsah banky, kým hladina destilátu neklesne niekoľko milimetrov pod kalibračnú značku na odmernej banke.

Keď teplota tohto destilátu klesne na hodnotu v rozmedzí 0,5 °C od počiatočnej teploty kvapaliny, dolejte destilovanú vodu až po kalibračnú značku a dôkladne premiešajte.

Tento destilát sa používa na určenie obsahu etanolu v objemových percentách alkoholu (príloha II).

6.3. Liehoviny s obsahom etanolu viac ako 50 % obj.

Odmerajte 100 ml liehoviny pomocou odmernej banky s objemom 100 ml a vylejte vzorku do banky so zaobleným dnom, ktorá je súčasťou destilačného prístroja.

Odmernú banku niekoľkokrát vypláchnite destilovanou vodou a výplachovú vodu pridajte k obsahu destilačnej banky so zaobleným dnom. Na vyplachovanie použite dostatočné množstvo vody na to, aby sa objem kvapaliny v banke zväčšil približne na 230 ml.

Nalejte 20 ml destilovanej vody do odmernej banky s objemom 200 ml, v ktorej bude uložený destilát.

Túto banku potom musíte vložiť do studeného vodného kúpeľa (4.1.) (10 °C až 15 °C pre liehoviny s anízovou príchuťou).

Destilujte, príležitostne premiešajte obsah banky, kým hladina destilátu neklesne niekoľko milimetrov pod kalibračnú značku na 200 ml odmernej banke.

Keď teplota tohto destilátu klesne na hodnotu v rozmedzí 0,5 °C od počiatočnej teploty kvapaliny, dolejte destilovanú vodu až po kalibračnú značku a dôkladne premiešajte.

Tento destilát sa používa na určenie obsahu etanolu v objemových percentách alkoholu (príloha II).

Poznámka: Obsah etanolu v liehovine v objemových percentách alkoholu je dvojnásobne väčší než obsah etanolu v destiláte.

I. 2: MERANIE HUSTOTY DESTILÁTU

METÓDA A: STANOVENIE SKUTOČNÉHO OBSAHU ETANOLU V LIEHOVINÁCH V OBJEMOVÝCH PERCENTÁCH ALKOHOLU - PIKNOMETRICKÉ MERANIE

A.1. Princíp

Obsah etanolu v objemových percentách alkoholu sa získa z hodnoty hustoty destilátu nameranej pyknometricky.

A.2. Reagenty a materiály

Ak nie je uvedené inak, v priebehu analýzy používajte iba reagenty uznávanej analytickej triedy a vodu aspoň triedy 3 ako je definované v technickej norme⁵⁾.

A.2.1. Roztok chloridu sodného (2 % w/v)

Na prípravu 1 litra odvážte 20 g chloridu sodného a rozpustite ho v 1 litri vody.

A.3. Prístroje a vybavenie

Obvyklé laboratórne prístroje, najmä tie, ktoré sú uvedené ďalej:

A.3.1. Analytické váhy s rozlíšením 0,1 mg.

A.3.2. Teplomer so zabrúseným skleným spojom kalibrovaný v desatinách stupňa od 10 °C do 30 °C. Tento teplomer musí byť ciachovaný alebo skontrolovaný vzhľadom na ciachovaný teplomer.

A.3.3. Pyknometer z pyrexového skla s objemom približne 100 ml osadený odnímateľným teplomerom so zabrúseným skleným spojom (A.3.2). Pyknometer má bočnú trubku dlhú 25 mm s vnútorným priemerom najviac 1 mm zakončenú zabrúseným kuželovým spojom. Iné pyknometre sú popísané v technickej norme⁶⁾, ak je to vhodné, môže sa použiť pyknometer s objemom napríklad 50 ml.

A.3.4. Tarovacia fľaša s rovnakým vonkajším objemom (do 1 ml) ako pyknometer a s hmotnosťou rovnou hmotnosti pyknometra naplnená kvapalinou s hustotou 1,01 (roztok chloridu sodného A.2.1).

A.3.5. Tepelne izolovaný plášť, ktorý sa presne hodí na teleso pyknometra.

⁵⁾ STN EN ISO 3696.

⁶⁾ STN ISO 3507.

Poznámka 1: Metóda určovania hustôt liehovín vo vákuu (*in vacuo*) si vyžaduje použitie dvojmiskové váhy, pyknometer a tarovaciu fľašu s rovnakým vonkajším objemom, ktorá bude v každom danom okamihu rušiť vztlakový účinok vzduchu.

Túto jednoduchú techniku je možné uplatniť pomocou jednomiskových váh za predpokladu, že sa znova váži tarovacia fľaša tak, aby sa sledovali zmeny vztlaku v čase.

A.4. Postup

Predbežné poznámky:

Ďalej je popísaný postup využívajúci pyknometer s objemom 100 ml pre stanovenie obsahu etanolu v liehovine v objemových percentách alkoholu; takým spôsobom sa získa najvyššia presnosť. Možno použiť tiež menší pyknometer, napríklad s objemom 50 ml.

A.4.1. Kalibrácia pyknometra

Pyknometer sa kalibruje určením týchto parametrov:

- hmotnosť prázdneho pyknometra,
- objem pyknometra pri 20 °C,
- hmotnosť pyknometra naplneného vodou pri 20 °C.

A.4.1.1. Kalibrácia pomocou jednomiskových váh:

Určíte hodnotu:

- hmotnosti čistého, suchého pyknometra (P),
- hmotnosti pyknometra naplneného vodou pri t °C (P1),
- hmotnosti tarovacej fľaše (T0).

A.4.1.1.1. Odvážte čistý, suchý pyknometer (P).

A.4.1.1.2. Opatrne naplňte pyknometer destilovanou vodou s teplotou okolia a nasadte teplomer.

Opatrne vytrite pyknometer dosucha a vložte ho do tepelne izolovaného plášt'a. Miešajte prevracaním nádoby dovtedy, kým sa neustáli hodnota teploty na teplomere.

Hornou hranou bočnej trubky nastavte hladinu prepadu v pyknometri. Starostlivo odčítajte teplotu t °C a ak treba, skorigujte ju na akékoľvek nepresnosti stupnice teploty.

Odvážte pyknometer naplnený vodou (P1).

A.4.1.1.3. Odvážte tarovaciu fľašu (T0).

A.4.1.1.4. Výpočet

- Hmotnosť obalu prázdneho pyknometra = P - m

kde m je hmotnosť vzduchu v pyknometri.

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

Poznámka 2: 0,0012 je hustota suchého vzduchu pri 20 °C a tlaku 760 mm Hg stĺpca.

- Objem pyknometra pri 20 °C:

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

kde F_t je faktor teploty t °C prevzatý z tabuľky I v kapitole 1 'Hustota a merná tiaž' prílohy k nariadeniu (EHS) č. 2676/90 (s. 10).

Hodnota $V_{20^{\circ}\text{C}}$ musí byť známa s presnosťou na najbližšiu 0,001 ml.

- Hmotnosť vody v pyknometri pri 20 °C:

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

kde 0,998203 je hustota vody pri 20 °C.

Poznámka 3: Ak je to potrebné, možno použiť hodnotu hustoty vzduchu 0,99715 a vypočítať obsah etanolu v liehovine v objemových percentách alkoholu vzhľadom na zodpovedajúcu hustotu vzduchu v Tabuľkách ciel a nepriamych daní Jej Veličenstva (HM).

A.4.1.2. Metóda kalibrácie pomocou dvojmiskových váh:

A.4.1.2.1. Položte tarovaciu fľašu na ľavú miskú a čistý, suchý pyknometer s nasadenou zbernou zátkou na pravú miskú. Vyvážite ich položením závaží na stranu pyknometra: p gramov.

A.4.1.2.2. Opatrne naplňte pyknometer destilovanou vodou s teplotou okolia a nasadíte teplomer; opatrne vytrite pyknometer dosucha a vložte ho do tepelne izolovaného plášt'a; miešajte prevracaním nádoby dovtedy, kým sa neustáli hodnota teploty na teplomere.

Presne nastavte hladinu po hornú hranu bočnej trubky. Vyčistite bočnú trubku, nasadíte zbernú zátku; odčítajte opatrne hodnotu teploty t °C a ak treba, skorigujte ju na všetky nepresnosti stupnice teploty.

Odvážte pyknometer naplnený vodou tak, že dosiahnete rovnováhu závažiami s hmotnosťou p' gramov.

A.4.1.2.3. Výpočet

– Hmotnosť obalu prázdneho pyknometra = $p + m$

kde m je hmotnosť vzduchu v pyknometri.

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

– Objem pyknometra pri 20 °C:

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

kde F_t je faktor teploty t °C prevzatý z tabuľky I v kapitole 1 'Hustota a merná tiaž' prílohy k nariadeniu (EHS) č. 2676/90 (s. 10).

Hodnota $V_{20^\circ\text{C}}$ musí byť známa s presnosťou na najbližšiu 0,001 ml.

– Hmotnosť vody v pyknometri pri 20 °C:

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

kde 0,998203 je hustota vody pri 20 °C.

A.4.2. Stanovenie obsahu etanolu v skúšobnej vzorke v objemových percentách alkoholu

A.4.2.1. Použitie jednomiskových váh.

A.4.2.1.1. Odvážte tarovaciu fľašu, jej hmotnosť označte T1.

A.4.2.1.2. Odvážte pyknometer s pripraveným destilátom (pozri príloha I), jeho hmotnosť pri t °C označte P2.

A.4.2.1.3. Výpočet

$$- dT = T1 - T0$$

– Hmotnosť prázdneho pyknometra v okamihu merania = $P - m + dT$

– Hmotnosť kvapaliny v pyknometri pri t °C

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

– Hustota pri t °C v g/ml

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

– Vyjadrite hustotu pri t °C v kilogramoch na m^3 vynásobením $r_{t^\circ\text{C}}$ číslom 1000. Táto hodnota je známa ako r_t .

– Skorigujte r_t na 20°C pomocou tabuliek hustoty r_T pre zmesi vody a alkoholu (tabuľka II v prílohe k príručke analytických metód OIV (1994) s. 17-29).

V tabuľke nájdite vodorovný riadok, ktorý zodpovedá celej hodnote teploty T v stupňoch hneď pod hodnotou t °C a najmenšiu hustotu nad hodnotou r_t . Zistený tabuľkový rozdiel pod touto hodnotou hustoty využite na výpočet hustoty liehu r_t pri tej celej hodnote teploty T v stupňoch.

- Pomocou celého riadku s hodnotami teploty vypočítajte rozdiel medzi hustotou r' , ktorú nájdete v tabuľke hneď nad hodnotou r_t a vypočítanou hodnotou r_t . Vydeľte tento rozdiel zisteným tabuľkovým rozdielom vpravo od hodnoty hustoty r' . Podiel predstavuje desatinnú časť obsahu etanolu v objemových percentách alkoholu, kým celú časť obsahu etanolu v objemových percentách alkoholu nájdete navrchu toho stĺpca, v ktorom sa nachádza hodnota r' (Dt, sila v objemových percentách alkoholu).

Poznámka 4: Alternatívne, keď dolievate pyknometer po značku, nechajte ho vo vodnom kúpeli udržiavanom na teplote 20 °C ($\pm 0,2$ °C).

A.4.2.1.4. Výsledok

Pomocou hustoty r_{20} vypočítajte skutočný obsah etanolu v objemových percentách alkoholu a použite pritom ďalej určené tabuľky obsahu etanolu v objemových percentách alkoholu:

Tabuľkou, ktorá udáva hodnoty obsahu etanolu v zmesiach vody s alkoholom v objemových percentách alkoholu (% obj.) pri 20 °C v závislosti od hustoty pri 20 °C, je medzinárodná tabuľka, ktorú prijala Medzinárodná organizácia legálnej metrológie vo svojom odporúčaní č. 22.

A.4.2.2. Metóda využívajúca dvojmiskové váhy

A.4.2.1.1. Odvážte pyknometer s pripraveným destilátom (pozri časť I), jej hmotnosť pri t °C je p'' .

A.4.2.2.2. Výpočet

- Hmotnosť kvapaliny v pyknometri pri t °C = $p + m - p''$
- Hustota pri t °C v g/ml

$$r_{t\text{°C}} = (p + m - p'') / V_{20\text{°C}}$$
- Pri výpočte obsahu etanolu v objemových percentách alkoholu pri 20°C vyjadrite hustotu pri t °C v kilogramoch na m^3 a skorigujte teplotu takým spôsobom, ako je uvedené v prípade použitia jednomiskových váh.

A.5. Pracovné charakteristiky metódy (presnosť)

A.5.1. Štatistické výsledky medzilaboratórnej porovnávacej skúšky

Ďalej uvedené údaje boli získané z medzinárodnej porovnávacej štúdie metódy, ktorá bola vypracovaná podľa medzinárodne odsúhlasených postupov [1], [2].

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	20
Počet vzoriek	6

Vzorky	A	B	C	D	E	F
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	19	20	17	19	19	17
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	1	--	2	1	1	3
Počet akceptovaných výsledkov	38	40	34	38	38	34
Stredná hodnota (\bar{x}) % obj.	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51 (*)			42,93 (*)	45,73 (*)	63,03 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) % obj.	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Limit opakovateľnosti (r) v % obj.	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) % obj.	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	0,52	0,52	0,38	0,57	0,54	0,53
Limit reprodukovateľnosti (R) v % obj.	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90
Typy vzoriek						
A	Ovocný likér; rozdelená úroveň (split level) (*).					
B	Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.					
C	Whisky; slepé duplikáty.					
D	Grappa; rozdelená úroveň (*).					
E	Akvavit; rozdelená úroveň (*).					
F	Rum; rozdelená úroveň (*).					

METÓDA B: STANOVENIE SKUTOČNÉHO OBSAHU ETANOLU V LIEHOVINÁCH V OBJEMOVÝCH PERCENTÁCH ALKOHOLU - ELEKTRONICKÉ MERANIE HUSTOTY (ZALOŽENÉ NA OSCILÁCIÍ VZORKY NA REZONANČNEJ FREKVENCII V OSCILAČNEJ KOMORE)

B.1. Princíp

Hustota kvapaliny sa určuje elektronickým meraním oscilácií vibračnej U-trubky. Kvôli realizácii tohto merania sa vzorka vkladá do oscilujúceho systému, ktorého špecifická frekvencia oscilácií sa v dôsledku pridanej hmotnosti zmení.

B.2. Reagenty a materiály

Ak nie je uvedené inak, v priebehu analýzy používajte iba reagenty uznávanej analytickej triedy a vodu aspoň triedy 3 ako je definované v technickej norme⁷⁾.

B.2.1. Acetón (CAS 666-52-4) alebo absolútny alkohol.

B.2.2. Suchý vzduch.

B.3. Prístroje a vybavenie

Obvyklé laboratórne prístroje, najmä tie, ktoré sú uvedené ďalej:

B.3.1. Hustomer s digitálnym displejom

Elektronický hustomer určený pre vykonávanie takýchto meraní musí byť schopný vyjadriť hustotu v g/ml na 5 desatinných miest.

Poznámka 1: Hustomer by mal byť umiestnený na dokonale stabilnom stojane, ktorý je oddelený od všetkých vibrácií.

⁷⁾ STN EN ISO 3696

B.3.2. Regulácia teploty

Výsledky činnosti hustomera sú platné iba vtedy, keď je meracia komora pripojená k vstavanému regulátoru teploty, ktorý je schopný dosiahnuť rovnakú teplotnú stabilitu $\pm 0,02$ °C alebo lepšiu.

Poznámka 2: Presné nastavenie a sledovanie teploty v meracej komore je veľmi dôležité, pretože chyba veľkosti 0,1 °C môže viesť k zmene hustoty rádovo o 0,1 kg/m³.

B.3.3. Injekčné striekačky na vstrekovanie vzoriek alebo automatický dávkovač

B.4. Postup

B.4.1. Kalibrácia hustomera

Prístroj sa musí kalibrovať podľa pokynov výrobcu prístroja vtedy, keď sa po prvýkrát uvádza do činnosti. Potom sa musí pravidelne kalibrovať a kontrolovať vzhľadom na overený referenčný štandard alebo laboratórny vnútorný referenčný roztok založený na overenom referenčnom štandarde.

B.4.2. Určenie hustoty vzorky

B.4.2.1. Ak je to potrebné, predtým, než začnete merať, vyčistíte meraciu komoru acetónom alebo absolútnym alkoholom a vysušte ju suchým vzduchom. Vypláchnite komoru vzorkou.

B.4.2.2. Vstreknite vzorku do komory (pomocou injekčnej striekačky alebo automatickým dávkovačom) tak, aby sa komora celkom zaplnila. Počas plnenia sa presvedčte, že všetky vzduchové bublinky sú úplne odstránené. Vzorka musí byť homogénna a nesmie obsahovať žiadne tuhé častice. Všetky rozptýlené látky by sa mali pred začatím analýzy odstrániť filtrovaním.

B.4.2.3. Po ustálení meranej hodnoty zaznamenajte hustotu r_{20} alebo obsah etanolu v percentách alkoholu zobrazenú na displeji hustomeru.

B.4.3. Výsledok

Keď používate hustotu r_{20} , vypočítajte skutočný obsah etanolu v objemových percentách alkoholu a použite pritom ďalej určené tabuľky obsahu etanolu v objemových percentách alkoholu:

Tabuľkou, ktorá udáva hodnoty obsahu etanolu v zmesiach vody s alkoholom v objemových percentách alkoholu (% obj.) pri 20 °C v závislosti od hustoty pri 20 °C, je medzinárodná tabuľka, ktorú prijala Medzinárodná organizácia legálnej metrológie vo svojom Odporúčaní č. 22.

B.5. Pracovné charakteristiky metódy (presnosť)

B.5.1. Štatistické výsledky medzilaboratórnej porovnávacej skúšky

Nasledovné údaje boli získané z medzinárodnej porovnávacej štúdie metódy, ktorá bola vypracovaná podľa medzinárodne odsúhlasených postupov [1], [2].

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	16
Počet vzoriek	6

Vzorky	A	B	C	D	E	F
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	11	13	15	16	14	13
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	2	3	1	--	1	2
Počet akceptovaných výsledkov	22	26	30	32	28	26
Stredná hodnota (\bar{x}) % obj.	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
	26,52 (*)			43,10 (*)	45,91 (*)	63,31 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_f) % obj.	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_f) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Limit opakovateľnosti (r) v % obj.	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) % obj.	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Limit reprodukovateľnosti (R) v % obj.	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58
Typy vzoriek						
A	Ovocný likér; rozdelená úroveň (split level) (*).					
B	Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.					
C	Whisky; slepé duplikáty.					
D	Grappa; rozdelená úroveň (*).					
E	Akvavit; rozdelená úroveň (*).					
F	Rum; rozdelená úroveň (*).					

METÓDA C: STANOVENIE SKUTOČNÉHO OBSAHU ETANOLU V LIEHOVINÁCH V OBJEMOVÝCH PERCENTÁCH ALKOHOLU - MERANIE HUSTOTY POMOCOU HYDROSTATICKÝCH VÁH

C1. Princíp

Obsah etanolu v liehovinách v objemových percentách alkoholu možno merať odmeraním hustoty pomocou hydrostatických váh založených na Archimedovom zákone, podľa ktorého teleso ponorené do kvapaliny je nadľahčované silou rovnou hmotnosti kvapaliny telesom vytlačenej.

C.2. Reagenty a materiály

Pokiaľ nie je uvedené inak, v priebehu analýzy používajte iba reagenty uznávanej analytickej triedy a vodu aspoň triedy 3 ako je definované v technickej norme⁷⁾.

C.2.1. Čistiaci roztok plaváka (hydroxid sodný, 30 %w/v)

Na prípravu 100 ml odvážte 30 g hydroxidu sodného a dolejte do potrebného objemu 96 % obj. etanolu.

C.3. Prístroje a vybavenie

Obvyklé laboratórne prístroje, najmä tie, ktoré sú uvedené ďalej:

C.3.1. Jednomiskové hydrostatické váhy s citlivosťou 1 mg.

C.3.2. Plavák s objemom aspoň 20 ml špeciálne prispôsobený váham zavesený na vlákne s priemerom najviac 0,1 mm.

C.3.3. Merací valec, na ktorom je vyznačená výšková značka. Plavák sa musí celý vojsť do objemu valca pod značkou; cez povrch kvapaliny môže prechádzať iba závesné vlákno. Merací valec musí mať vnútorný priemer aspoň o 6 mm väčší ako je priemer plaváka.

⁷⁾ STN EN ISO 3696

- C.3.4. Teplomer alebo sonda na meranie teploty ociachovaný v stupňoch a desatinách stupňa od 10 °C do 40 °C a kalibrovaný po 0,05 °C.
- C.3.5. Závažia kalibrované uznávaným certifikačným orgánom.

Poznámka 1: Je možné použiť dvojmiskové váhy. Princíp je popísaný v kapitole 1 'Hustota a meraná tiaž' v prílohe k nariadeniu (EHS) č. 2676/90 (strana č. 7).

C.4. Postup

Plavák a merací valec sa musia pred každým meraním vyčistiť destilovanou vodou, vysušiť mäkkým laboratórnym papierom, ktorý nezanecháva vlákna a vypláchnuť tým roztokom, ktorého hustota sa má stanoviť. Merania sa musia vykonávať hneď po ustálení prístroja, aby sa obmedzili straty alkoholu vyparovaním.

C.4.1. Kalibrácia váh

Hoci váhy sú obvykle vybavené vnútorným kalibračným systémom, musí existovať možnosť kalibrovať hydrostatické váhy pomocou závaží kontrolovaných úradným certifikačným orgánom.

C.4.2. Kalibrácia plaváka

C.4.2.1. Naplňte merací valec až po značku dvakrát destilovanou vodou (alebo vodou s ekvivalentnou čistotou, napr. mikrofiltrovanou vodou s vodivosťou 18,2 MW/cm) s teplotou medzi 15 °C a 25 °C, ale najvhodnejšia je 20 °C.

C.4.2.2. Ponorte do valca plavák a teplomer, miešajte a odčítajte na prístroji hodnotu hustoty kvapaliny a ak treba, skorigujte odčítanú hodnotu tak, aby sa rovnala hustote vody pri teplote merania.

C.4.3. Kontrola pomocou vodného roztoku alkoholu

C.4.3.1. Naplňte merací valec až po značku zmesou vody a alkoholu so známym obsahom etanolu a s teplotou medzi 15 °C a 25 °C, ale najvhodnejšia je 20 °C.

C.4.3.2. Ponorte do valca plavák a teplomer, miešajte a odčítajte na prístroji hodnotu hustoty kvapaliny (alebo obsah etanolu v percentách objemu alkoholu, ak je to možné). Takto určený obsah etanolu v percentách objemu alkoholu by sa mal rovnať obsahu etanolu určenému podľa predchádzajúceho bodu.

Poznámka 2: Tento roztok so známym obsahom etanolu v objemových percentách alkoholu sa môže použiť aj pri kalibrácii plaváka namiesto dvakrát destilovanej vody.

C.4.4. Meranie hustoty destilátu alebo, ak prístroj umožňuje, meranie obsahu etanolu v objemových percentách alkoholu.

C.4.4.1. Nalejte skúšobnú vzorku do meracieho valca až po ciachovnú značku.

- C.4.4.2. Ponorte do valca plavák a teplomer, premiešajte a odčítajte na prístroji hodnotu hustoty kvapaliny (alebo obsah etanolu v percentách objemu alkoholu, ak je to možné). Ak sa hustota meria pri $t\text{ }^{\circ}\text{C}$ (r_t), zaznamenajte si hodnotu teploty.
- C.4.4.3. Skorigujte r_t na teplotu $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ pomocou tabuľky hustôt r_T pre zmesi vody a alkoholu (tabuľka II v prílohe II k Príručke analytických metód OIV(1994), s. 17-29)

C.4.5. Čistenie plaváka a meracieho valca

- C.4.5.1. Ponorte plavák do čistiaceho roztoku plaváka v meracom valci.
- C.4.5.2. Nechajte plavák namočený jednu hodinu a periodicky ním otáčajte.
- C.4.5.3. Opláchnite výdatnými množstvami vody z vodovodu a po nej destilovanou vodou.
- C.4.5.4. Vysušte mäkkým laboratórnym papierom, ktorý nezanecháva vlákna.
Tento postup absolvujte po prvom použití plaváka a potom pravidelne podľa potreby.

C.4.6. Výsledok

Pomocou hustoty r_{20} vypočítajte skutočný obsah etanolu silu v objemových percentách alkoholu a použite pritom ďalej určené tabuľky obsahu etanolu v objemových percentách alkoholu.

Tabuľkou, ktorá udáva hodnoty obsahu etanolu v zmesiach vody s alkoholom v objemových percentách alkoholu (% obj.) pri $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ v závislosti od hustoty pri $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, je medzinárodná tabuľka, ktorú prijala Medzinárodná organizácia legálnej metrológie vo svojom odporúčaní č. 22.

C.5. Pracovné charakteristiky metódy (presnosť)

C.5.1. Štatistické výsledky medzilaboratórnej porovnávacej skúšky

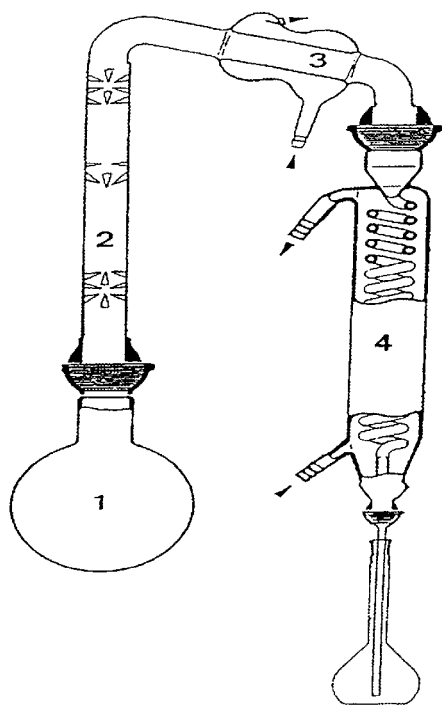
Nasledovné údaje boli získané z medzinárodnej porovnávacej štúdie metódy, ktorá bola vypracovaná podľa medzinárodne odsúhlasených postupov [1], [2].

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	12
Počet vzoriek	6

Vzorky	A	B	C	D	E	F
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	12	10	11	12	11	9
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	--	2	1	--	1	2
Počet akceptovaných výsledkov	24	20	22	24	22	18
Stredná hodnota (\bar{x}) % obj.	23,80	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,51 (*)			43,09 (*)	45,89 (*)	63,44 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) % obj.	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Pomerná štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Limit opakovateľnosti (r) v % obj.	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) % obj.	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Limit reprodukovateľnosti (R) v % obj.	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

Typy vzoriek

- A Ovocný likér; rozdelená úroveň (split level) (*).
 B Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.
 C Whisky; slepé duplikáty.
 D Grappa; rozdelená úroveň (*).
 E Akvavit; rozdelená úroveň (*).
 F Rum; rozdelená úroveň (*).



Obrázok č.1: Destilačný prístroj na meranie skutočného obsahu etanolu v liehovinách v objemových percentách alkoholu

Vysvetlivky k obrázku č. 1:

- 1 litrová banka so zaobleným dnom a s normalizovaným gu³/4ovým zabrúseným skleneným spojom.
- 20 cm vysoká Vigreuxova rektifikačná kolóna.
- 10 cm dlhý kondenzátor s priamym okrajom typu West.
- 40 cm chladiaca špirála.

II. STANOVENIE CELKOVEJ SUŠINY V LIEHOVINÁCH GRAVIMETRICKÝM MERANÍM

1. Zameranie

Nariadenie (EHS) č. 1576/89 stanovuje, že táto metóda sa používa iba pre akvavit, u ktorého je koncentrácia sušiny obmedzená na 15 g/l.

2. Odkazy na normy

STN EN ISO Kvalita vody na analytické účely. Špecifikácia a skúšobné metódy.

3. Definícia

Do celkovej sušiny alebo do celkového obsahu suchých látok patria všetky látky, ktoré v stanovených fyzikálnych podmienkach nie sú prchavé.

4. Princíp

Odváženie zvyšku, ktorý zostal po odparení liehoviny vlozenej do kúpeľa s vriacou vodou a vysušenie v sušiacей piecke.

5. Prístroje a vybavenie

5.1. Valcová odparovacia nádoba s plochým dnom a s priemerom 55 mm.

5.2. Kúpeľ s vriacou vodou.

5.3. Pipeta 25 ml, trieda A.

5.4. Sušiacia piecka.

5.5. Vysušovač (exsikátor).

5.6. Analytické váhy s presnosťou na 0,1 mg.

6. Odber vzoriek a vzorky

Vzorky sa pred analýzou skladujú pri izbovej teplote.

7. Postup

7.1. Pipetou preneste 25 ml liehoviny, ktorá obsahuje menej ako 15 g/l sušiny, do valcovej odparovacej nádoby s plochým dnom a priemerom 55 mm, ktorú ste predtým odvážili. Počas prvej hodiny odparovania je odparovacia nádoba položená na veku kúpeľa s vriacou vodou tak, aby kvapalina nevrela, pretože by to mohlo viesť k stratám vyšpliechaním. Ďalšiu hodinu nechajte nádobu v styku s parou z kúpeľa s vriacou vodou.

7.2. Dokončite sušenie vloženíím odparovacej nádoby na dve hodiny do sušiacей piecky pri teplote $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$. Nechajte odparovaciú nádobu vychladnúť vo vysušovači a odvážte ju aj s obsahom.

8. Výpočet

Hmotnosť zvyšku vynásobená 40 sa rovná koncentrácii sušiny obsiahnutej v liehovine a musí sa vyjadriť v g/l na jedno desatinné miesto.

9. Pracovné charakteristiky metódy (presnosť)

9.1. Štatistické výsledky medzilaboratórnej porovnávacej skúšky ďalej uvedené údaje boli získané z medzinárodnej porovnávacej štúdie metódy, ktorá bola vypracovaná podľa medzinárodne odsúhlasených postupov [1], [2].

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	10
Počet vzoriek	4

Vzorky	A	B	C	D
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	9	9	8	9
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	1	1	2	--
Počet akceptovaných výsledkov	18	18	16	18
Stredná hodnota (\bar{x}) g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) g/l	0,075	0,041	0,028	0,123
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Limit opakovateľnosti (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Limit reprodukovateľnosti (R) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6
Typy vzoriek				
A	Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.			
B	Rum; rozdelená úroveň (split level) .			
C	Grappa; rozdelené úrovne..			
D	Akvavit; rozdelené úrovne.			

III. STANOVENIE PRCHAVÝCH LÁTOK A METANOLU V LIEHOVINÁCH

III. 1 VŠEOBECNÉ POZNÁMKY

1. Definície

Nariadenie (EHS) č. 1576/89 stanovuje pre určitú skupinu liehovín, ako napríklad rum, liehoviny vinohradníckeho pôvodu, ovocné liehoviny a iné, najnižšie koncentrácie prchavých zlúčenín okrem etanolu a metanolu. Pre túto skupinu liehovín sa tieto koncentrácie konvenčne považujú za rovnocenné súčtu koncentrácií:

1. prchavých kyselín vyjadrených ako koncentrácia kyseliny octovej;
2. aldehydov vyjadrených ako etanal súčtom koncentrácií etanolu (acetaldehydu) a etanalovej frakcie obsiahnutej v 1,1-dietoxyetáne (v acetále);
3. týchto vyšších alkoholov: propán-1-ol, bután-1-ol, bután-2-ol, 2-metylpropán-1-ol, analyzovaných ako individuálny alkohol a 2-metylbután-1-ol a 3-metylbután-1-ol, analyzovaných ako individuálny alkohol alebo súčet koncentrácií týchto dvoch alkoholov;
4. etylacetátu.

Ďalej sú uvedené konvenčné metódy merania koncentrácií prchavých zlúčenín:

- prchavé kyseliny prostredníctvom koncentrácie prchavých kyselín,
- aldehydy (etanal a acetal), etylacetát a alkoholy metódou plynovej chromatografie (GPC).

2. Analýza prchavých zlúčenín metódou plynovej chromatografie

Môže sa ukázať, že analýzy iných ako vyššie uvedených prchavých zlúčenín metódou plynovej chromatografie sú zvlášť zaujímavé ako prostriedok určovania pôvodu suroviny použitej pri destilácii a skutočných podmienok destilácie.

Niektoré liehoviny obsahujú iné prchavé zložky, ako sú aromatické zlúčeniny, ktoré sú charakteristické pre suroviny použité na získanie alkoholu, pre arómu liehoviny a pre zvláštne prvky prípravy liehoviny. Tieto zlúčeniny sú dôležité pre vyhodnocovanie požiadaviek ustanovených v tomto výnose.

III. 2 STANOVENIE PRCHAVÝCH ZLOŽIEK: ALDEHYDOV, VYŠŠÍCH ALKOHOLOV, ETYLACETÁTU A METANOLU METÓDOU PLYNOVEJ CHROMATOGRAFIE

1. Zameranie

Táto metóda je vhodná na použitie pri určovaní koncentrácií týchto zlúčenín: 1,1-dietoxyetán (acetál), 2-metylbután-1-ol (aktívny amylalkohol), 3-metylbután-1-ol (izoamylalkohol), metanol (metylalkohol), etyl etanoát (etylacetát), bután-1-ol (n-butanol), bután-2-ol (sekundárny butanol), 2-metylpropán-1-ol (izobutylalkohol), propán-1-ol (n-propanol) a etanal (acetaldehyd) v liehovinách na princípe plynovej chromatografie. Metóda využíva vnútorný štandard, napríklad pentán-3-ol. Koncentrácie analyzovaných látok sa vyjadrujú v gramoch na 100 litrov absolútneho alkoholu; obsah etanolu v objemových percentách alkoholu sa musí určiť pred vykonaním analýzy. Medzi liehoviny, ktoré môžu byť analyzované touto metódou patria whisky, brandy, vínne liehoviny, ovocné liehoviny a liehoviny z hroznových výliskov.

2. Odkazy na normy

STN EN ISO 3696 Kvalita vody na analytické účely. Špecifikácia a skúšobné metódy.

3. Definícia

Kongenery (spoluzvnikajúce zložky, congeners) sú prchavé látky, ktoré vznikajú spolu s etanolom v priebehu kvasenia, destilácie a dozrievania liehovín.

4. Princíp

Koncentrácie spoluzvnikajúcich zložiek v liehovinách sa určujú priamym vstreknutím liehoviny alebo vhodne zriedenej liehoviny do systému plynovej chromatografie (GC) systému. Pred vstreknutím sa do liehoviny pridá vhodný vnútorný štandard. Spoluzvnikajúce zložky sa separujú na vhodnej kolóne programovým riadením teploty a zisťujú sa pomocou plameňového ionizačného detektora (FID). Koncentrácia každej spoluzvnikajúcej zložky sa určuje vzhľadom na vnútorný štandard z faktorov odozvy, ktorých hodnoty sa získavajú v priebehu kalibrácie v rovnakých chromatografických podmienkach, ako sú tie, ktoré sú vytvorené počas analýzy liehoviny.

5. Reagenty a materiály

Ak nie je uvedené inak, používajte iba reagenty s vyššou čistotou než 97 %, kúpené od dodávateľa s akreditáciou podľa noriem ISO, s certifikátom čistoty, ktoré pri skúšobnom zriedení neobsahujú iné spoluzvnikajúce zložky, čo možno potvrdiť vstreknutím štandardov jednotlivých spoluzvnikajúcich zložiek pri skúšobnom zriedení v podmienkach plynovej chromatografie definovaných v bode 6.4. a iba takú vodu, ktorá má aspoň triedu 3 definovanú v technickej norme⁷⁾. Acetal a acetaldehyd sa musia skladovať v tme a pri teplote menej ako 5 °C. Ostatné reagenty možno skladovať pri izbovej teplote.

5.1. Absolútny etanol (CAS 64-17-5)

5.2. Metanol (CAS 67-56-1).

5.3. Propán-1-ol (CAS 71-23-8).

5.4. 2-metylpropán-1-ol (CAS 78-33-1).

5.5. Prijateľné vnútorné štandardy: pentán-3-ol (CAS 584-02-1), pentán-1-ol (CAS 71-41-0), 4-metylpentán-1-ol (CAS 626-89-1) alebo metylnonaoát (CAS 1731-84-6).

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

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

5.8. Etylacetát (CAS 141-78-6).

5.9. Bután-1-ol (CAS 71-36-3).

5.10. Bután-2-ol (CAS 78-92-2).

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

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

5.13. 40 % v/v roztok etanolu

Na prípravu roztoku etanolu s koncentráciou 400 ml/l nalejte 400 ml etanolu (5.1) do odmernej banky s objemom 1 liter, dolejte do tohto objemu destilovanú vodu a premiešajte.

5.14. Príprava a skladovanie štandardných roztokov (postup používaný pre validovanú metódu). Všetky štandardné roztoky sa musia skladovať pri teplote menej ako 5 °C a každý mesiac sa musia pripraviť čerstvé roztoky. Hmotnosť zložiek a roztokov by sa mala zaznamenávať s presnosťou na najbližšiu 0,1 mg.

5.14.1. Štandardný roztok – A

Pipetou preneste ďalej uvedené reagenty do odmernej banky s objemom 100 ml, ktorá kvôli minimalizácii odparovania zložiek už obsahuje približne 60 ml roztoku etanolu (5.13), dolejte roztok etanolu (5.13) do 100 ml a dôkladne premiešajte. Zaznamenajte si hmotnosť odmernej banky, každej pridanej zložky a celkovú konečnú hmotnosť obsahu.

Zložka	Objem (ml)
Metanol (5.2)	3,0
Propán-1-ol (5.3)	3,0
2-metylpropán-1-ol (5.4)	3,0
2-metylbután-1-ol (5.6)	3,0
3-metylbután-1-ol (5.7)	3,0
Etylacetát (5.8)	3,0
Bután-1-ol (5.9)	3,0
Bután-2-ol (5.10)	3,0
Acetaldehyd (5.11)	3,0
Acetál (5.12)	3,0

Poznámka 1: Kvôli minimalizácii strát odparovaním je lepšie pridať acetal a acetaldehyd až nakoniec.

5.14.2. Štandardný roztok – B

Pipetou preneste 3 ml pentán-3-olu alebo iného vhodného vnútorného štandardu (5.5) do odmernej banky s objemom 100 ml, ktorá už obsahuje približne 80 ml roztoku etanolu (5.13), dolejte roztok etanolu (5.13) do 100 ml a dôkladne premiešajte.

Zaznamenajte si hmotnosť odmernej banky, hmotnosť pentán-3-olu alebo iného pridaného vnútorného štandardu a celkovú konečnú hmotnosť obsahu.

5.14.3. Štandardný roztok – C

Pipetou preneste 1 ml roztoku A (5.14.1) a 1 ml roztoku B (5.14.2) do odmernej banky s objemom 100 ml, ktorá už obsahuje približne 80 ml roztoku etanolu (5.13), dolejte roztok etanolu (5.13) do 100 ml a dôkladne premiešajte.

Zaznamenajte si hmotnosť odmernej banky, hmotnosť každej pridanej zložky a celkovú konečnú hmotnosť obsahu.

5.14.4. Štandardný roztok - D

Kvôli udržaniu analytickej kontinuity pripravte štandardný roztok pre kontrolu kvality pomocou predtým pripraveného štandardného roztoku A (5.14.1). Pipetou preneste 1 ml roztoku A (5.14.1) do odmernej banky s objemom 100 ml, ktorá už obsahuje približne 80 ml roztoku etanolu (5.13), dolejte roztok etanolu (5.13) do 100 ml a dôkladne premiešajte.

Zaznamenajte si hmotnosť odmernej banky, hmotnosť každej pridanej zložky a celkovú konečnú hmotnosť obsahu.

5.14.5. Štandardný roztok - E

Pipetou preneste 10 ml roztoku B (5.14.2) do odmernej banky s objemom 100 ml, ktorá už obsahuje približne 80 ml roztoku etanolu (5.13), dolejte roztok etanolu (5.13) do 100 ml a dôkladne premiešajte.

Zaznamenajte si hmotnosť odmernej banky, hmotnosť každej pridanej zložky a celkovú konečnú hmotnosť obsahu.

5.14.6. Štandardné roztoky používané na kontrolu linearity odozvy plameňového ionizačného detektora

Do samostatných odmerných baniek s objemom 100 ml, ktoré už obsahujú 80 ml roztoku etanolu (5.13) preneste pipetou 0, 0,1, 0,5, 1,0 a 2,0 ml roztoku A (5.14.1) a 1 ml roztoku B (5.14.2), dolejte roztok etanolu (5.13) do 100 ml a dôkladne premiešajte.

Zaznamenajte si hmotnosť odmernej banky, hmotnosť každej pridanej zložky a celkovú konečnú hmotnosť obsahu.

5.14.7. Štandardný roztok používaný na kontrolu kvality

Pipetou preneste 9 ml štandardného roztoku D (5.14.4) a 1 ml štandardného roztoku E (5.14.5) do navažovacej nádoby a dôkladne premiešajte.

Zaznamenajte si hmotnosť odmernej banky, hmotnosť každej pridanej zložky a celkovú konečnú hmotnosť obsahu.

6. Prístroje a vybavenie

6.1. Prístroj schopný merať hustotu a silu v objemových percentách alkoholu.

6.2. Analytické váhy schopné merať na štyri desatinné miesta.

6.3. Plynový chromatograf s programovým riadením teploty osadený plameňovým ionizačným detektorom a integrátorom alebo iným systémom na spracovanie údajov schopný merať plochy alebo výšky pík.

6.4. Plynová(é) chromatografická(é) kolóna(y) schopná(é) separovať analyzované látky takým spôsobom, že minimálne rozlíšenie medzi jednotlivými zložkami (okrem 2-metylbután-1-olu a 3-metylbután-1-olu) je najmenej 1,3.

Poznámka 2: Vhodnými príkladmi sú tieto kolóny a podmienky plynovej chromatografie:

1. Predkolóna 1 m x vnútorný priemer 0,32 mm pripojená ku kolóne CP-WAX 57 CB 50 m x vnútorný priemer 0,32 mm s hrúbkou vrstvy 0,2 mm (stabilizovaný polyetylén glykol), za ktorou je zapojená kolóna Carbowax 400 50 m x vnútorný priemer 0,32 mm s hrúbkou vrstvy 0,2 mm. Kolóny sú spojené pomocou lisovaných konektorov.
Nosný plyn a tlak: hélium (135 kPa)
Teplota na kolóne: 35 °C po dobu 17 minút, z 35 na 70 °C s rýchlosťou nárastu 12 °C/min, držať na 70 °C po dobu 25 minút.
Teplota v injektore: 150 °C
Teplota detektora: 250 °C
Vstrekaný objem: 1 ml, split 20 až 100:1
2. Predkolóna 1 m x vnútorný priemer 0,32 mm pripojená ku kolóne CP-WAX 57 CB 50 m x vnútorný priemer 0,32 mm s hrúbkou vrstvy 0,2 mm (stabilizovaný polyetylén glykol). Predkolóna je pripojená pomocou lisovaného konektora.
Nosný plyn a tlak: hélium (65 kPa)
Teplota na kolóne: 35 °C po dobu 10 minút, z 35 na 110 °C s rýchlosťou nárastu 5 °C/min, zo 110 na 190 °C s rýchlosťou nárastu 30 °C/min, držať na 190 °C po dobu 2 minút.
Teplota v injektore: 260 °C
Teplota detektora: 300 °C
Vstrekaný objem: 1 ml, split 55:1
3. Náplňová kolóna (5 % CW 20M, Carbowax B), 2 m x vnútorný priemer 2 mm.
Teplota v kolóne: 65 °C po dobu 4 minút, zo 65 na 140 °C s rýchlosťou nárastu 10 °C/min, držať na 140 °C po dobu 5 minút, zo 140 °C na 150 °C rýchlosťou nárastu 5 °C/min, držať na 150 °C po dobu 3 minút.
Teplota v injektore: 65 °C
Teplota detektora: 200 °C
Vstrekaný objem: 1 ml

7. Odber vzoriek a vzorky

7.1. Laboratórna vzorka

Po prijatí sa meria obsah etanolu v každej vzorke v objemových percentách alkoholu (6.1)

8. Postup (používaný pre validovanú metódu)

8.1. Skúšobná vzorka

8.1.1. Odvážte vhodnú utesnenú navažovaciu nádobu a zaznamenajte si jej hmotnosť.

8.1.2. Pipetou preneste do nádoby 9 ml laboratórnej vzorky a zaznamenajte si hmotnosť (M_{VZORKA}).

8.1.3. Pridajte 1 ml štandardného roztoku E (5.14.5) a zaznamenajte si hmotnosť (M_{IS}).

8.1.4. Skúšobný materiál riadne premiešajte (nádobu aspoň 20 krát prevráťte). Pred analýzou sa vzorky musia skladovať pri teplote menej ako 5 °C, aby sa minimalizovali straty odparovaním.

8.2. Slepý pokus (blank)

8.2.1. Na váhach, ktoré sú schopné merať na štyri desatinné miesta (6.2), odvážte vhodnú navažovaciu nádobu a zaznamenajte si jej hmotnosť.

8.2.2. Pipetou preneste do nádoby 9 ml roztoku etanolu (5.13) s koncentráciou 400 ml/l a zaznamenajte si hmotnosť.

8.2.3. Pridajte 1 ml štandardného roztoku E (5.14.5) a zaznamenajte si hmotnosť.

8.2.4. Skúšobný materiál riadne premiešajte (nádobu aspoň 20 krát prevráťte). Pred analýzou sa vzorky musia skladovať pri teplote menej ako 5 °C, aby sa minimalizovali straty odparovaním.

8.3. Predbežná skúška

Vstreknite štandardný roztok C (5.14.3), čím sa zabezpečí, že všetky analyzované látky budú separované s minimálnym rozlíšením 1,3 (okrem 2-metylbután-1-olu a 3-metylbután-1-olu).

8.4. Kalibrácia

Kalibrácia by sa mala skontrolovať nasledujúcim postupom. Zabezpečte, aby bola odozva lineárna takým spôsobom, že postupne za sebou analyzujete trikrát každý zo štandardných roztokov používaných na kontrolu linearity (5.14.6), ktorý obsahuje vnútorný štandard (IS). Z plôch alebo výšok pík, ktoré namerá integrátor pre každý vstreknutý roztok, vypočítajte pre každú spoluvznikajúcu zložku (kogener) pomer R a nakreslite grafický priebeh závislosti R od pomeru koncentrácie spoluvznikajúcej zložky ku koncentrácii vnútorného štandardu (IS), C. Mali by ste získať lineárny

$$R = \frac{\text{Plocha alebo výška píku spoluvznikajúcej zložky}}{\text{Plocha alebo výška píku vnútorného štandardu}}$$

$$C = \frac{\text{Koncentrácia spoluvznikajúcej zložky (mg/g)}}{\text{Koncentrácia vnútorného štandardu (mg/g)}}$$

8.5. Určenie (analýza)

Vstreknite štandardný roztok C (5.14.3) a 2 štandardné roztoky používané na kontrolu kvality (5.14.7). Potom pokračujte neznámymi vzorkami (pripravenými podľa bodov 8.1 a 8.2), pričom po každých 10 vzorkách vstreknite jeden štandardný roztok používaný na kontrolu kvality, čím zabezpečíte analytickú stabilitu. Po každých 5 vzorkách vstreknite jeden štandardný roztok C (5.14.3).

9. Výpočet

Je možné použiť automatizovaný systém spracovania údajov za predpokladu, že údaje možno kontrolovať na základe ďalej uvedených princípov.

Merajte buď plochy alebo výšky pík spoluvznikajúcej zložky a píky vnútorných štandardov.

9.1. Výpočet faktora odozvy

Z chromatogramu štandardného roztoku C (5.14.3) vypočítajte z rovnice (1) faktory odozvy pre každú spoluvznikajúcu zložku.

$$(1) \text{ Faktor odozvy} = \frac{\text{Plocha alebo výška píku IS}}{\text{Plocha alebo výška píku spoluvznik. zložky}} \times \frac{\text{Konc. spoluvznik. zložky (mg/g)}}{\text{Konc. IS (mg/g)}}$$

kde

IS = Vnútný štandard

Konc. spoluvznik. zložky = koncentrácia spoluvznikajúcej zložky v roztoku C (5.14.3)

Konc. IS = koncentrácia vnútorného štandardu v roztoku C (5.14.3)

9.1.2. Analýza vzorky

Z nasledovnej rovnice (2) vypočítajte koncentráciu každej spoluvzniknutej zložky vo vzorkách.

(2) Koncentrácie spoluvznikajúcich zložiek (mg/g) =

$$\frac{\text{Plocha alebo výška píku spoluvznik. zložky}}{\text{Plocha alebo výška píku IS}} \times \frac{M_{\text{IS}} \text{ (g)}}{M_{\text{VZORKA}} \text{ (g)}} \times \text{Konc. IS (mg/g)} \times \text{RF}$$

kde:

M_{VZORKA} = hmotnosť vzorky (8.1.2)

M_{IS} = hmotnosť vnútorného štandardu (8.1.3);

Konc. IS = koncentrácia vnútorného štandardu v roztoku E (5.14.5);

9.1.3. Analýza štandardného roztoku používaného na kontrolu kvality (QC)

Z ďalej uvedenej rovnice (3) vypočítajte percento výťažnosti cieľovej hodnoty každej spoluvznikajúcej zložky v štandardoch používaných pre kontrolu kvality (QC) (5.14.7):

$$(3) \% \text{ obnovy vzorky QC} = \frac{\text{koncentrácia analyzovanej látky v štandarde QC}}{\text{koncentrácia analyzovanej látky v roztoku D}} \times 100$$

Koncentrácia analyzovanej látky v štandarde používanom na

kontrolu kvality sa vypočíta z vyššie uvedených rovníc (1) a (2).

9.2. Závěrečná prezentácia výsledkov

Pomocou rovnice (4) sa výsledky prevedú z jednotiek mg/g na g na 100 litrov absolútneho alkoholu:

$$(4) \quad \text{Koncentrácia v g na liter absolútneho alkoholu} = \text{Koncentrácia } (\mu\text{g/g}) \times \rho \times 10 / (\text{obsah etanolu v } (\% \text{ obj.)} \times 1000)$$

kde ρ = hustota v kg/m³.

Výsledky sa uvádzajú na tri platné číslice a maximálne jedno desatinné miesto, napr. 11,4 g na 100 litrov absolútneho alkoholu.

10. Zabezpečenie kvality a kontrola kvality (používaná pre validovanú metódu)

Z vyššie uvedenej rovnice (2) vypočítajte koncentráciu každej spoluvznikajúcej zložky v štandardných roztokoch používaných na kontrolu kvality, ktoré boli pripravené postupom popísaným v bodoch 8.1.1 až 8.1.4. Z rovnice (3) vypočítajte percento výťažnosti cieľovej hodnoty. Ak sú analyzované výsledky pre každú spoluvznikajúcu zložku v rozmedzí $\pm 10\%$ od ich teoretických hodnôt, je možné pokračovať v analýze. Ak nie, mala by sa vyšetriť príčina nepresnosti a vykonať vhodné nápravné opatrenia.

11. Pracovné charakteristiky metódy (presnosť)

Štatistické výsledky medzilaboratórnej porovnávacej skúšky: ďalej uvedené tabuľky obsahujú hodnoty pre tieto zlúčeniny: etanal, etylacetát, celková koncentrácia etanolu, metanol, bután-2-ol, propán-1-ol, bután-1-ol, 2-metyl-propán-1-ol, 2-metyl-bután-1-ol, 3-metyl-bután-1-ol. Nasledovné údaje boli získané z medzinárodnej porovnávacej štúdie metódy, ktorá bola vypracovaná podľa medzinárodne odsúhlasených postupov.

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	5
Analyzovaná látka	etalanal

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	28	26	27	27	28
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	2	4	3	3	2
Počet akceptovaných výsledkov	56	52	54	54	56
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	63,4	71,67	130,4	38,4	28,6
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) $\mu\text{g/g}$.	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	12	14	22	6,8	8,9
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1
Typy vzoriek					
A	Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.				
B	Griotka; slepé duplikáty.				
C	Grappa; slepé duplikáty.				
D	Whisky; rozdelené úrovne (split levels) (*).				
E	Rum; rozdelené úrovne (*).				

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	5
Analyzovaná látka	etylacetát

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	24	24	25	24	24
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	2	2	1	2	2
Počet akceptovaných výsledkov	48	48	50	48	48
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	96,8	1046	120,3	112,5	99,1
				91,8 (*)	117,0 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) $\mu\text{g/g}$.	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	6,6	7,6	6,8	6,22	6,6
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0
Typy vzoriek					
A Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.					
B Griotka; slepé duplikáty.					
C Grappa; slepé duplikáty.					
D Whisky; rozdelené úrovne (split levels) (*).					
E Rum; rozdelené úrovne (*).					

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	5
Analyzovaná látka	acetál

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	20	21	22	17	21
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	4	3	2	4	3
Počet akceptovaných výsledkov	40	42	44	34	42
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60 (*)	28,3 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) $\mu\text{g/g}$.	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7
Typy vzoriek					
A	Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.				
B	Griotka; slepé duplikáty.				
C	Grappa; slepé duplikáty.				
D	Whisky; rozdelené úrovne (split levels) (*).				
E	Rum; rozdelené úrovne (*).				

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	5
Analyzovaná látka	celková koncentrácia etanolu

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	23	19	22	21	22
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	1	5	2	3	2
Počet akceptovaných výsledkov	46	38	44	42	44
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8 (*)	61,8 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) $\mu\text{g/g}$.	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	15	24,1	7,3	9,0
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2
Typy vzoriek					
A	Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.				
B	Griotka; slepé duplikáty.				
C	Grappa; slepé duplikáty.				
D	Whisky; rozdelené úrovne (split levels) (*).				
E	Rum; rozdelené úrovne (*).				

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	5
Analyzovaná látka	metanol

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	26	27	27	28	25
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	4	3	3	1	4
Počet akceptovaných výsledkov	52	54	54	56	50
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	319,8	2245	1326	83,0	18,6
				61,5 (*)	28,9 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) $\mu\text{g/g}$.	4,4	27	22	1,5	1,3
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9
Typy vzoriek					
A Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.					
B Griotka; slepé duplikáty.					
C Grappa; slepé duplikáty.					
D Whisky; rozdelené úrovne (split levels) (*).					
E Rum; rozdelené úrovne (*).					

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	4
Analyzovaná látka	bután-2-ol

Vzorky	A	B	C	E
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	21	27	29	22
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	4	3	1	3
Počet akceptovaných výsledkov	42	54	58	44
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83
				14,12 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_i) $\mu\text{g/g}$.	0,40	2,2	0,87	0,64
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_i) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4
Typy vzoriek				
A	Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.			
B	Griotka; slepé duplikáty.			
C	Grappa; slepé duplikáty.			
E	Rum; rozdelené úrovne (split levels) (*).			

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	5
Analyzovaná látka	propán-1-ol

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	29	27	27	29	29
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	2	4	3	2	2
Počet akceptovaných výsledkov	58	54	54	58	58
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	86,4	3541	159,1	272,1	177,1
				229,3 (*)	222,1 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_i) $\mu\text{g/g}$.	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_i) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7
Typy vzoriek					
A	Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.				
B	Griotka; slepé duplikáty.				
C	Grappa; slepé duplikáty.				
D	Whisky; rozdelené úrovne (split levels) (*).				
E	Rum; rozdelené úrovne (*).				

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	5
Analyzovaná látka	propán-1-ol

Vzorky	A	B	C
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	20	22	22
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	4	4	6
Počet akceptovaných výsledkov	40	44	44
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	3,79	5,57	7,54
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) $\mu\text{g/g}$.	0,43	0,20	0,43
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	11,2	3,6	5,6
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	0,6	1,2
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,59	0,55	0,82
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	15,7	9,8	10,8
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3
Typy vzoriek			
A Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.			
B Griotka; slepé duplikáty.			
C Grappa; slepé duplikáty (*).			

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	5
Analyzovaná látka	2-metylpropán-1-ol

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	28	31	30	26	25
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	3	0	1	5	6
Počet akceptovaných výsledkov	56	62	60	52	50
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8 (*)	133,87 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) $\mu\text{g/g}$.	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4
Typy vzoriek					
A Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.					
B Griotka; slepé duplikáty.					
C Grappa; slepé duplikáty.					
D Whisky; rozdelené úrovne (split levels) (*).					
E Rum; rozdelené úrovne (*).					

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	5
Analyzovaná látka	2-metyl-bután-1-ol

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	25	26	285	27	25
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	3	2	3	1	2
Počet akceptovaných výsledkov	50	52	50	54	50
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2 (*)	61,5 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) $\mu\text{g/g}$.	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5
Typy vzoriek					
A Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.					
B Griotka; slepé duplikáty.					
C Grappa; slepé duplikáty.					
D Whisky; rozdelené úrovne (split levels) (*).					
E Rum; rozdelené úrovne (*).					

Rok vykonania medzilaboratórnej porovnávacej skúšky	1997
Počet laboratórií	32
Počet vzoriek	5
Analyzovaná látka	3-metyl-bután-1-ol

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré zostali po vylúčení tých, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	23	23	24	27	21
Počet laboratórií, ktorých hodnoty sa príliš odlišovali	5	5	4	1	6
Počet akceptovaných výsledkov	46	46	48	54	42
Stredná hodnota (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4 (*)	245,6 (*)
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) $\mu\text{g/g}$.	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Limit opakovateľnosti (r) $\mu\text{g/g}$	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	29,8	13	21	8,5	6,7
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Limit reprodukovateľnosti (R) $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7
Typy vzoriek					
A	Ovocná pálenka (brandy); slepé duplikáty.				
B	Griotka; slepé duplikáty.				
C	Grappa; slepé duplikáty.				
D	Whisky; rozdelené úrovne (split levels) (*).				
E	Rum; rozdelené úrovne (*).				

V. ANETOL. STANOVENIE TRANS-ANETOLU V LIEHOVINÁCH PLYNOVOU CHROMATOGRAFIU

1. Pôsobnosť

Táto metóda je vhodná pre stanovenie trans-anetolu v liehovinách s príchutou anízu s použitím kapilárnej plynovej chromatografie.

2. Odkazy na normy

STN EN ISO 3696 Kvalita vody na analytické účely. Špecifikácia a skúšobné metódy.

3. Princíp

Koncentrácia trans-anetolu v liehu sa určuje plynovou chromatografiou (PC). Do skúšobnej vzorky a do referenčného roztoku trans-anetolu známej koncentrácie sa pridá rovnaké množstvo vnútorného štandardu, t.j. 4-alylanizolu (estragolu), ak nie je prirodzene prítomný vo vzorke, ktoré sa potom zriedia so 45 % roztokom etanolu a vstrekujú priamo do systému PC. Ak ide o likéry, ktoré obsahujú veľké množstvo cukru, je pred prípravou vzorky a analýzou potrebná extrakcia.

4. Činidlá a materiály

Počas analýzy používame len činidlá s čistotou najmenej 98 %. Mala by sa použiť voda o triede najmenej 3 podľa technickej normy.⁷⁾

Referenčné chemikálie by sa mali skladovať v chlade (pri 4 °C), chrániť pred svetlom, v hliníkových zásobníkoch, alebo vo farebných (tmavých) sklenených reagenčných fľašiach. Zátky by mali byť vybavené tesnením, najvýhodnejšie hliníkovým. Pred použitím bude treba previesť trans-anetol z jeho kryštalického stavu do stavu „kvapalného“, v takom prípade teplota nesmie presiahnuť 35 °C.

- 4.1** 96 % obj. etanol (CAS 64-17-5)
- 4.2** 1-metoxi-4-(1-propenyl) benzén, (trans-anetol) (CAS 4180-23-8)
- 4.3** 4-alylanizol, (estragol) (CAS 140-67-0), navrhovaný vnútorný štandard (IS)
- 4.4** Etanol 45 % obj.

Pridajte 560 g destilovanej vody do 378 g etanolu 96 % obj.

4.5 Príprava roztokov štandardu

Všetky roztoky štandardu treba skladovať pri teplote miestnosti (15 °C až 35 °C) chránené pred svetlom, v hliníkových zásobníkoch alebo vo farebných (tmavých) sklenených reagenčných fľašiach. Zátky by mali byť vybavené prednostne hliníkovým tesnením.

Trans-anetol a 4-alylanizol sú prakticky nerozpustné vo vode a preto ich treba pred pridaním 45 % etanolu (4.4) rozpustiť v troške 96 % etanolu (4.4).

Zásobné roztoky sa musia čerstvo pripraviť každý týždeň.

4.5.1 Roztok štandardu A

Roztok štandardu trans-anetolu (koncentrácia 2 g/l)

Odvážte 40 mg trans-anetolu (4.2) v 20 ml odmernej banke (alebo 400 mg v 200 ml, atď.). Pridajte trošku 96 % obj. etanolu (4.1) a doplňte po značku 45 % obj. etanolom (4.4), dôkladne zamiešajte.

4.5.2 Roztok vnútorného štandardu B

Zásobný roztok vnútorného štandardu, t.j. estragolu (koncentrácia 2 g/l)

Odvážte 40 mg estragolu (4.3) v 20 ml odmernej banke (alebo 400 mg v 200 ml, atď.). Pridajte trošku 96% obj. etanolu (4.1) a doplňte po značku 45 % obj. etanolom (4.4), dôkladne zamiešajte.

4.5.3 Roztoky, ktoré sa používajú na kontrolu linearitu odozvy plamenného ionizačného detektoru (PID)

Linearita odozvy PID pre analýzu sa musí skontrolovať berúc do úvahy rozsah koncentrácií trans-anetolu v liehovinách od 0 g/l až do 2,5 g/l. V procese analýzy neznáme vzorky liehovín, ktoré sa majú analyzovať, sa zriedujú 10 násobne (8.3). Pre podmienky analýzy opísanej v tejto metóde sa pripraví zásobné roztoky zodpovedajúce koncentráciám 0 g/l trans-anetolu, 0,05 g/l trans-anetolu, 0,1 g/l trans-anetolu, 0,15 g/l trans-anetolu, 0,2 g/l trans-anetolu a 0,25 g/l trans-anetolu vo vzorke, ktorá sa má analyzovať, takto: Vezmite 0,5 ml, 1,5 ml, 2 ml a 2,5 ml zásobného roztoku A (4.5.1) a pipetujte do oddelených 20 ml odmerných baniek. Do každej banky pipetujte 2 ml roztoku vnútorného štandardu B (4.5.2) a doplňte po značku 45 % obj. etanolom (4.4) a dôkladne zamiešajte.

Ako slepé vzorky (8.4) sa použijú roztoky s 0 g/l.

4.5.4 Roztok štandardu C

Vezmite 2 ml roztoku štandardu A (4.5.1) a pipetujte do 20 ml odmernej banky, potom pridajte 2 ml roztoku vnútorného štandardu B (4.5.2) a doplňte po značku 45 % obj. etanolom (4.4), dôkladne zamiešajte.

5. Prístroj a zariadenie

5.1 Kapilárny plynový chromatograf vybavený plamenným ionizačným detektorom (PID) a integrátorom, alebo iným zariadením na spracovanie údajov na meranie výšky píku alebo plochy a s automatickým, alebo manuálnym dávkovačom.

5.2 Injektor split/splitless

5.3 Kapilárna kolóna, napríklad:

Dĺžka: 50 m

Vnútorný priemer: 0,32 mm

Hrúbka filmu: 0,2 mm

Stacionárna fáza: FFAP – modifikovaný TPA polyetylén glykol sieťový, porézny polymér.

5.4 Bežné laboratórne zariadenie: A stupeň kvality odmerných sklenených nádob, analytické váhy (presnosť $\pm 0,1$ mg).

6. Chromatografické podmienky

Typ kolóny a rozmery a podmienky chromatografie by mali byť také, aby anetol a vnútorný štandard boli oddelené jeden od druhého a bez akýchkoľvek rušiacich látok. Typické podmienky pre kolónu sú uvedené ako príklad v 5.3:

6.1 Nosný plyn: analytické hélium

6.2 Prietok: 2 ml/min

6.3 Teplota injektora: 250 °C

6.4 Teplota detektora: 250 °C

6.5 Teplotné podmienky pece: izotermický režim, 180 °C, čas chodu 10 minút

6.6 Vstrekaný objem: 1 ml, split 1:40

7. Vzorky

Vzorky by sa mali skladovať pri teplote miestnosti, chránené pred svetlom a chladom.

8. Postup

8.1 Kontrola vzorky na estragol

Aby sme zabezpečili, že vo vzorke nie je prítomný žiadny estragol, musí sa vykonať analýza slepej vzorky bez pridania vnútorného štandardu. Ak je estragol prirodzene prítomný, potom sa musí vybrať iný vnútorný štandard (napríklad mentol).

Pipetujte 2 ml vzorky do 20 ml odmernej banky a doplňte po značku 45 % obj. etanolom (4.4), dôkladne zamiešajte.

8.2 Príprava neznámych vzoriek

Pipetujte 2 ml vzorky do 20 ml odmernej banky, potom pridajte 2 ml roztoku vnútorného štandardu B (4.5.2) a doplňte po značku 45 % obj. etanolom (4.4), dôkladne zamiešajte.

8.3 Slepý pokus

Pipetujte 2 ml roztoku vnútorného štandardu B (4.5.2) do 20 ml odmernej banky a doplňte po značku 45 % obj. etanolom (4.4), dôkladne zamiešajte.

8.4 Skúška linearity

Pred začatím analýzy by sa mala skontrolovať linearita odozvy PID postupne analýzou v trikrát opakovaným nástrekom každého z roztokov štandardu linearity (4.5.3).

Z plôch pík alebo z výšok pík integrátora pre každý nástrek zostrojte graf koncentrácií ich materských roztokov (g/l) voči pomeru R.

$R = \text{výška píku alebo plocha trans-anetolu} / \text{výška píku alebo plocha estragolu}$.

Graf by mal byť lineárny.

8.5 Stanovenie

Vstreknite roztok slepej vzorky (8.3), po ktorom nasleduje roztok štandardu C (4.5.4), po ktorom nasleduje jeden z roztokov štandardu pre určenie linearity (4.5.3), ktorý sa použije ako kontrolná vzorka kvality (táto sa môže vybrať ako referenčná k predpokladanej koncentrácii trans-anetolu v neznámej vzorke), po ktorej nasleduje päť neznámych vzoriek (8.2); nastreknite štandard pre kontrolu linearity (kontrola kvality) po každých piatich neznámych vzorkách, aby ste zabezpečili analytickú stabilitu.

9. Výpočet faktoru odozvy

Zmerajte buď plochy pík (použitím integrátora, alebo inej data stanice) alebo výšky pík (ručná integrácia) pre píky trans-anetolu a vnútorného štandardu.

9.1 Výpočet faktoru odozvy (RF_i)

Faktor odozvy sa vypočíta takto:

$$RF_i = (C_i / \text{plocha alebo výška}_i) * (\text{plocha, alebo výška}_{is} / C_{is})$$

kde:

C_i je koncentrácia trans-anetolu v roztoku štandardu A (4.5.1)

C_{is} je koncentrácia vnútorného štandardu v roztoku štandardu B (4.5.2)

plocha_i je plocha píku (alebo výška píku) trans-anetolu

plocha_{is} je plocha píku (alebo výška píku) vnútorného štandardu

RF_i sa vypočíta z piatich vzoriek roztoku C (4.5.4).

9.2 Analýza linearity odozvy analyzovaných roztokov

Vstreknite roztoky (4.5.3.) pre skúšku linearity odozvy.

9.3 Analýza vzorky

Vstreknite neznámy roztok vzorky (8.2).

10. Výpočet výsledkov

Vzorec pre výpočet koncentrácie trans-anetolu je nasledujúci:

$$c_i = C_{is} * (\text{plocha, alebo výška}_i / \text{plocha, alebo výška}_{is}) * RF_i$$

kde:

c_i je neznáma koncentrácia trans-anetolu

C_{is} je koncentrácia vnútorného štandardu v neznámej vzorke (4.5.2)

$\text{plocha alebo výška}_i$ je plocha píku alebo výška píku trans-anetolu

$\text{plocha alebo výška}_{is}$ je plocha píku alebo výška píku vnútorného štandardu

RF_i je koeficient odozvy (vypočítaný ako v 9.1)

Koncentrácia trans-anetolu je vyjadrená g/l na jedno desatinné miesto.

11. Zabezpečovanie a kontrola kvality

Chromatogramy musia byť také, aby anetol a vnútorný štandard boli oddelené jeden od druhého a od akýchkoľvek rušiacich látok. Hodnota RF_i sa vypočíta z výsledkov pre päť nástrekov roztoku C (4.5.4). Ak koeficient variácie ($CV \% = (\text{štandardná odchýlka} / \text{stredná}) * 100$) je v rozsahu plus, alebo mínus 1 %, priemerná hodnota RF_i je prijateľná.

Uvedený výpočet treba použiť na výpočet koncentrácie trans-anetolu vo vzorke vybratej pre kontrolu kvality z roztokov na kontrolu linearity (4.5.3).

Ak stredné vypočítané výsledky z analýzy roztoku linearity vybratej pre vzorku vnútornej kontroly kvality (IQC) sú v rozsahu plus, alebo mínus 2,5 % ich teoretickej hodnoty, potom výsledky pre neznáme vzorky môžu byť prijateľné.

12. Úprava vzorky liehoviny, ktorá obsahuje veľké množstvo cukru a so vzorkou likéru pred analýzou PC

Extrakcia alkoholu z liehového nápoja obsahujúceho veľké množstvo cukru tak, aby bol vhodný na stanovenie koncentrácie trans-anetolu použitím kapilárnej plynovej chromatografie.

12.1 Princíp

Odoberie sa podiel vzorky likéru a pridá sa k nej vnútorný štandard, v koncentrácii podobnej stanovovanej zložke (trans-anetol) v likéri. K tomuto sa pridá dodekahydrát hydrogenfosforečnanu disodného a bezvodý síran amónny. Výsledná zmes sa dobre zamieša a schladí, vytvoria sa dve vrstvy a horná alkoholická vrstva sa odstráni. Odoberie sa podiel tejto alkoholickéj vrstvy a zriedi 45 % roztokom etanolu (4.4) (Poznámka: v tomto stupni sa žiadny vnútorný štandard nepridáva, pretože už bol pridaný). Výsledný roztok sa analyzuje plynovou chromatografiou.

12.2 Činidlá a materiály

Počas extrakcie používajte len činidlá s čistotou viac než 99 %.

12.2.1 Síran amónny, bezvodý (CAS 7783-20-2)

12.2.2 Dodekahydrát hydrogenfosforečnanu disodného (CAS 10039-32-4).

12.3 Prístroj a zariadenia

Kužeľové banky, deliace banky, chladnička.

12.4 Postup

12.4.1 Kontrola vzorky na estragol

Na zabezpečenie, aby vo vzorke nebol prirodzene prítomný žiadny estragol, bolo by potrebné vykonať extrakciu slepej vzorky (12.6.2) a analýzu urobiť bez prídania vnútorného štandardu. Ak je estragol prirodzene prítomný, potom sa musí vybrať iný vnútorný štandard.

12.4.2 Extrakcia

Pipetujte 5 ml 96 % etanolu (4.1) do kužeľovej banky, navážte do tejto banky 50 mg vnútorného štandardu (4.3) a pridajte 50 ml vzorky. Pridajte 12 g síranu amónneho, bezvodého (12.2.1) a 8,6 g dodekahydrátu hydrogenfosforečnanu disodného (12.2.2). Zazátkujte kužeľovú banku. Traste bankou aspoň 30 minút. Môžete použiť aj mechanickú trepačku, ale nie magnetickú miešaciu tyčinku pokrytú teflónom, pretože teflón by mohol absorbovať časť stanovovanej zložky. Sledujte, až kým sa pridané soli úplne nerozpustia.

Umiestnite zazátkovanú banku do chladničky ($T < 5^{\circ}\text{C}$) najmenej na dve hodiny.

Po tomto čase by sa mali vytvoriť dve rozdielne kvapalné vrstvy a pevný zvyšok. Alkoholová vrstva by mala byť číra; ak nie je, dajte banku znovu do chladničky, až kým sa nedosiahne číre oddelenie.

Keď je alkoholová vrstva číra, opatrne odoberte podiel (napr. 10 ml) bez porušenia vodnej vrstvy, dajte do vialky z tmavého skla a bezpečne uzatvorte.

12.4.3 Príprava extrahovanej vzorky, ktorá sa má analyzovať

Nechajte extrakt (12.4.2) tak, aby dosiahol teplotu miestnosti.

Vezmite 2 ml alkoholovej vrstvy temperovanej vzorky a pipetujte do 20 ml odmernej banky, doplňte po značku 45 % etanolom (4.4), dôkladne zamiešajte.

12.5 Stanovenie

Dodrżujte postup opísaný v 8.5.

12.6 Výpočet výsledkov

Použite nasledujúci vzorec na výpočet výsledkov:

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

kde:

m_{is} je hmotnosť (v mg) odobratého (12.4.2) vnútorného štandardu (4.3)

V je objem neznámej vzorky (50 ml)

RF_i je faktor odozvy (9.1)

plocha_i je plocha píku trans-anetolu

plocha_{is} je plocha píku vnútorného štandardu

Výsledky sú vyjadrené v g/l na jedno desatinné miesto.

12.7 Zabezpečovanie a kontrola kvality

Dodrżujte postup opísaný v 11.

13. Charakteristika vybraných metrologických parametrov metódy (presnosť)

Štatistické výsledky medzilaboratórnej skúšky:
nasledujúce tabuľky uvádzajú hodnoty pre anetol.

Tieto údaje boli získané z medzinárodnej štúdie vybraných metrologických parametrov metódy vykonanej medzinárodne dohodnutým postupom.

Rok medzilaboratórnej skúšky	1998
Počet laboratórií	16
Počet vzoriek	10
Skúmaná látka	anetol

Pastis:

Vzorky	A	B	C	D	E	F
Počet laboratórií, ktoré boli ponechané po odstránení odchýlených výsledkov	15	15	15	13	16	16
Počet odchýlených výsledkov (laboratóriá)	1	1	1	3	-	-
Počet prijateľných výsledkov	30	30	30	26	16	16
Stredná hodnota g/l	1,477	1,955	1,940	1,833	1,741	1,754
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) g/l	0,022	0,033	0,034	0,017	-	-
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	1,5	1,7	1,8	0,9	-	-
Limit opakovateľnosti (r) g/l	0,062	0,093	0,096	0,047	-	-
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) g/l	0,034	0,045	0,063	0,037	0,058	0,042
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	2,3	2,3	3,2	2,0	3,3	2,4
Limit reprodukovateľnosti (R) g/l	0,094	0,125	0,176	0,103	0,163	0,119

Typy vzoriek:

A pastis, slepé duplikáty

B pastis, slepé duplikáty

C pastis, slepé duplikáty

D pastis, slepé duplikáty

E pastis, jednotlivé duplikáty

F pastis, jednotlivé duplikáty

Ostatné liehové nápoje s príchut'ou anízu:

Vzorky	G	H	I	J
Počet laboratórií, ktoré boli ponechané po odstránení odchýlených výsledkov	16	14	14	14
Počet odchýlených výsledkov (laboratóriá)	-	2	1	1
Počet prijateľných výsledkov	32	28	28	28
Stredná hodnota g/l	0,778	1,742	0,351	0,599
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) g/l	0,530*) 0,020	0,012	0,013	0,014
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	3,1	0,7	3,8	2,3
Limit opakovateľnosti (r) g/l	0,056	0,033	0,038	0,038
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) g/l	0,031	0,029	0,021	0,030
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	4,8	1,6	5,9	5,0
Limit reprodukovateľnosti (R) g/l	0,088	0,080	0,058	0,084

Typy vzoriek:

G ouzo, delené hladiny *)

H aníz, slepé duplikáty

I likér s príchut'ou anízu, duplikáty

J likér s príchut'ou anízu, duplikáty

VI. GLYCYRIZÍNOVÁ KYSELINA. STANOVENIE GLYCYRIZÍNOVEJ KYSELINY POUŽITÍM VYSOKOÚČINNEJ KVAPALINOVEJ CHROMATOGRAFIE

1. Rozsah

Táto metóda je vhodná na stanovenie glycyrizínovej kyseliny v liehových nápojoch s príchut'ou anízu použitím vysoko účinnej kvapalinovej chromatografie (VUKC). Nariadenie (EHS) č. 1576/89 určuje, aby akákoľvek liehovina s príchut'ou anízu, ktorá sa volá „pastis“ obsahovala glycyrizínovú kyselinu v rozmedzí 0,005 až 0,5 g/l.

2. Odkazy na normy

STN EN ISO 3696 Kvalita vody na analytické účely. Špecifikácia a skúšobné metódy.

3. Princíp

Koncentrácia glycyrizínovej kyseliny sa určuje použitím vysoko účinnej kvapalinovej chromatografie (VUKC) s UV detekciou. Roztok štandardu a skúšobná vzorka sa prefiltrujú a oddelene vstrekujú do systému VUKC.

4. Činidlá a materiály

Počas analýzy používajte len činidlá s triedou čistoty pre VUKC, absolútny etanol a vodu v triede 3 ako ju definuje ISO 3696.

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

4.2 Glycyrizinát amónny, $C_{42}H_{62}O_{16}\cdot NH_3$ (amónna soľ kyseliny glycyrizínovej), (pomerná molekulová hmotnosť 839,98) (CAS 53956-04-0), čistota minimálne 90 % kyselina glycyrizínová (pomerná molekulová hmotnosť 822,94)

4.3 Ľadová kyselina octová, CH_3COOH , (CAS 64-19-7)

4.4 Metanol, CH_3OH (CAS 67-56-1).

4.5 Etanol 50% obj.

Na 1 000 ml pri 20°C je potrebné:

- 96 % obj. etanol (4.1): 521 ml

- voda (2.0): 511 ml.

4.6 Príprava elučných roztokov pre HPLC

4.6.1 Elučné rozpúšťadlo A (príklad)

80 častí (objemových) vody (2.0)

20 častí (objemových) kyseliny octovej (4.3)

Elučné rozpúšťadlo odplyňujte päť minút.

Poznámka: Ak použitá voda nebola mikrofiltrovaná, odporúča sa filtrovať pripravené elučné rozpúšťadlo na filtri pre organické rozpúšťadlá s veľkosťou pórov menších alebo rovných 0,45 mm.

4.6.2 Elučné rozpúšťadlo B Metanol (4.4).

4.7 Príprava roztokov štandardu

Všetky roztoky štandardu musia byť po dvoch mesiacoch čerstvo pripravené.

4.7.1 Referenčný roztok C

Navážte do odmernej banky s presnosťou na 0,1 mg, 25 mg glycyrizinátu amónneho (4.2) v 100 ml odmernej banke. Pridajte trochu 50 % obj. etanolu (4.5) a rozpustite glycyrizinát amónny. Keď je rozpustený, doplňte po značku s 50 % obj. etanolom (4.5).

Prefiltrujte cez filter pre organické rozpúšťadlá.

4.7.2 Roztoky štandardu používané na kontrolu linearity odozvy prístrojového vybavenia.

1,0 g/l zásobného roztoku sa pripraví navážením 100 mg glycyrizinátu amónneho s presnosťou na 0,1 mg do 100 ml odmernej banky. Pridajte trochu 50 % obj. etanolu (4.5) a nechajte rozpustiť glycyrizinát amónny. Keď je rozpustený, doplňte po značku s 50 % obj. etanolom (4.5).

Pripravujú sa minimálne štyri ďalšie roztoky zodpovedajúce 0,005, 0,1, 0,25 a 0,5 g/l glycyrizinátu amónneho pipetovaním príslušných 5 ml, 10 ml, 25 ml a 50 ml 1,0 g/l zásobného roztoku do jednotlivých 100 ml odmerných baniek. Potom doplňte po značku s 50 % obj. etanolom (4.5), dôkladne zamiešajte.

Prefiltrujte všetky roztoky cez filter pre organické rozpúšťadlá.

5. Prístroj a zariadenie

5.1 Deliaci systém

5.1.1 Vysoko účinný kvapalinový chromatograf.

5.1.2 Čerpací systém umožňujúci dosiahnuť a udržiavať konštantnú alebo naprogramovanú rýchlosť prietoku s veľkou presnosťou.

5.1.3 UV spektrofotometrický detekčný systém: treba nastaviť na 254 nm.

5.1.4 Zariadenie na odplynenie eluenta.

5.2 Integrátor alebo zapisovač, ktoré sú kompatibilné so zvyškom systému.

5.3 Kolóna (príklad)

Materiál: nehrdzavejúca oceľ alebo sklo

Vnútorý priemer: 4 až 5 mm

Dĺžka: 100 až 250 mm

Stacionárna fáza: sieťový oxid kremičitý s (výhodnejší je sférický) s oktadecyl funkčnou skupinou (C18), maximálna veľkosť častíc: 5 mm.

5.4 Laboratórne zariadenie

5.4.1 Analytické váhy s presnosťou 0,1 mg

5.4.2 Analytické odmerné nádoby triedy presnosti A

5.4.3 Mikromembránová filtračná zostava pre malé objemy

6. Chromatografické podmienky

6.1 Elučné charakteristiky: (príklad)

- prietoková rýchlosť: 1 ml/min,
- rozpúšťadlo A = 30 %,
- rozpúšťadlo B = 70 %.

6.2 Detekcia:

- UV = 254 nm

7. Postup

7.1 Príprava liehovej vzorky

Prefiltrujte, ak treba, cez filter na organické rozpúšťadlá (priemer pórov: 0,45 ěm).

7.2 Stanovenie

Len čo sú chromatografické podmienky stabilizované,

- vstreknite 20 ml referenčného roztoku C (4.7.1),
- vstreknite 20 ml roztoku vzorky,
- porovnajte tieto dva chromatogramy; určite píky glycyrizínovej kyseliny z ich retenčných časov; zmerajte ich plochy (alebo výšky) a vypočítajte koncentráciu v g/l na dve desatinné čísla s použitím nasledujúcej rovnice:

$$c = c \times h \times P \times 823 / H \times 100 \times 840$$

kde:

- c je koncentrácia v g/l glycyrizínovej kyseliny v liehu, ktorý bol analyzovaný
- C je koncentrácia v g/l glycyrizinátu amónneho v referenčnom roztoku
- h je plocha (alebo výška) píku glycyrizínovej kyseliny liehu, ktorý analyzujeme
- H je plocha (alebo výška) píku glycyrizínovej kyseliny referenčného roztoku
- P je čistota referenčného glycyrizinátu amónneho (v %)
- 823 je hmota jedného mólu glycyrizínovej kyseliny
- 840 je hmota jedného mólu glycyrizinátu amónneho

8. Charakteristika vybraných metrologických parametrov metódy (presnosť)

Štatistické výsledky medzilaboratórnej skúšky:

nasledujúca tabuľka uvádza hodnoty pre glycyrizínovú kyselinu.

Nasledujúce údaje boli získané z medzinárodnej túdie metrologických parametrov metódy medzinárodne dohodnutým postupom.

Rok medzilaboratórnej skúšky	1997
Počet laboratórií	16
Počet vzoriek	5
Skúmaná látka	glycerizínová kyselina

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré boli ponechané po odstránení odchylených výsledkov	13	14	15	16	16
Počet odchylených výsledkov (laboratóriá)	3	2	1	-	-
Počet prijatých výsledkov	26	28	30	32	32
Stredná hodnota g/l	0,046	0,092	0,089	0,249	0,493
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) g/l	0,001	*)0,099 0,001	0,001	0,002	0,003
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	1,5	1,3	0,7	1,0	0,6
Limit opakovateľnosti (r) g/l	0,002	0,004	0,002	0,007	0,009
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) g/l	0,004	0,007	0,004	0,006	0,013
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	8,6	7,2	4,0	2,5	2,7
Limit reprodukovateľnosti (R) g/l	0,011	0,019	0,010	0,018	0,037

Typy vzoriek:

- A pastis, slepé duplikáty
- B pastis, delené hladiny *)
- C pastis, slepé duplikáty
- D pastis, slepé duplikáty
- E pastis, jednotlivé duplikáty

VII. CHALKÓNY. VYSOKO ÚČINNÁ KVAPALINOVÁ CHROMATOGRÁFIA. METÓDA NA OVERENIE PRÍTOMNOSTI CHALKÓNOV V PASTISE

1. Rozsah

Táto metóda je vhodná na zistenie, či sú chalkóny prítomné v nápojoch s príchut'ou anízu alebo nie. Chalkóny sú prírodné farbivá zo skupiny flavonoidov, ktoré sú prítomné v koreni sladovky hladkoplodej (*Glycyrrhiza glabra*).

Liehovina s príchut'ou anízu, ktorá sa volá „pastis“, musí obsahovať chalkóny podľa § 5 ods. 16 písm. b) výnosu.

2. Odkazy na normy

STN EN ISO 3696 Kvalita vody na analytické účely. Špecifikácia a skúšobné metódy.

3. Princíp

Pripraví sa referenčný roztok extraktu zo sladovky hladkoplodej. Prítomnosť alebo neprítomnosť chalkónov sa určí pomocou vysoko účinnej kvapalinovej chromatografie (VUKC) s UV detekciou.

4. Činidlá a materiály

Počas analýzy používajte len činidlá s čistotou triedy pre VUKC. Etanol 96 % obj. Vodu treba použiť len triedy čistoty 3 ako ju definuje ISO 3696.

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

4.2 Acetonitril, CH₃CN (CAS 75-05-8)

4.3 Referenčná látka: sladovka hladkoplodá (*Glycyrrhiza glabra*), tzv. „sladké drierko“.

Hrubo zomleté korene sladovky hladkoplodej (*Glycyrrhiza glabra*). Priemerné rozmery tyčinkovitých častí: dĺžka: 10 až 15 mm, hrúbka 1 až 3 mm.

4.4 Octan sodný, CH₃COONa, (CAS 127-09-3)

4.5 Ľadová kyselina octová, CH₃COOH, (CAS 64-19-7)

4.6 Príprava roztokov

4.6.1 Etanol 50 % obj.

Na 1 000 ml pri 20 °C treba:

- Etanol 96 % obj. (4.1): 521 ml,

- voda (2.0): 511 ml.

4.6.2 Rozpúšťadlo A: acetonitril

Acetonitril (4.2) s analytickou čistotou pre VUKC.

Odplyňte.

4.6.2 Rozpúšťadlo B: 0,1 M octan sodný, tlmivý roztok, pH 4,66.

Odvážte 8,203 g octanu sodného (4.4), pridajte 6,005 g ľadovej kyseliny octovej (4.5) a doplňte vodou (2) odmernú banku na 1 000 ml.

5. Príprava referenčného extraktu z (*Glycyrrhiza glabra*) (4.3)

5.1 Odvážte 10 g zomletého koreňa sladovky hladkoplodej (*Glycyrrhiza glabra*) (4.3) a vložte do destilačnej banky s guľatým dnom

- pridajte 100 ml 50 % obj. etanolu (4.6.1),
- varte refluxom jednu hodinu,
- prefiltrujte,
- odložte filtrát bokom na neskoršie použitie.

5.2 Získanie extraktu sladovky z filtra

- vložte ho do banky s guľatým dnom,
- pridajte 100 ml 50 % obj. etanolu (4.6.1),
- varte refluxom jednu hodinu,
- prefiltrujte. Odložte filtrát bokom na neskoršie použitie.

5.3 Extrakcia koreňa sladovky sa musí vykonať trikrát po sebe.

5.4 Spojte tieto tri filtráty.

5.5 Odparte rozpúšťadlo (z 5.4) na rotačnom odparovacom zariadení.

5.6 Rozpustite zvyšok (z 5.5) so 100 ml 50 % obj. etanolu (4.6.1).

6. Prístroj a zariadenie

6.1 Deliaci systém.

6.1.1 Vysoko účinná kvapalinová chromatografia.

6.1.2 Čerpací systém umožňujúci dosiahnuť a udržiavať konštantnú alebo naprogramovanú rýchlosť prietoku s veľkou presnosťou.

6.1.3 UV/VIS spektrofotometrický detekčný systém: ktorý môže byť nastavený na 254 a 375 nm.

6.1.4 Zariadenie na odplyňovanie rozpúšťadla:

6.1.5 Kolónový termostat, ktorý sa dá nastaviť na teplotu $40 \pm 0,1^\circ\text{C}$.

6.2 Integrátor alebo zapisovač, ktoré sú kompatibilné so zvyškom deliaceho systému.

6.3 Kolóna

Materiál: nehrdzavejúca oceľ alebo sklo

Vnútorý priemer: 4 až 5 mm

Dĺžka: 100 až 250 mm

Stacionárna fáza: sieťový oxid kremičitý s oktadecyl funkčnou skupinou (C18), veľkosť častíc: maximálne 5 mm (sieťová fáza).

6.4 Bežné laboratórne zariadenie zahŕňa:

6.4.1 analytické váhy s presnosťou $\pm 0,1$ mg;

6.4.2 destilačný prístroj s refluxným kondenzátorom skladajúci sa napr. z:

- 250 ml banky s guľatým dnom so štandardizovaným spojom so zábrusom,
- 30 cm dlhého refluxného kondenzátora, a
- tepelného zdroja (treba sa vyhnúť akejkol'vek pyrogénnej reakcii v súvislosti s extrakčnou hmotou použitím príslušnej zostavy).

6.4.3 Zariadenie na rotačné odparovanie.

6.4.4 Filtračná zostava (t.j. Buchnerov lievnik).

6.5 Chromatografické podmienky (príklad).

6.5.1 Elučné charakteristiky rozpúšťadiel A (4.6.2) a B (4.6.3):

- posun z 20/80 (v/v) na 50/50 (v/v) gradient počas 15 minút,
- posun z 50/50 (v/v) na 75/25 (v/v) gradient počas 5 minút,
- rovnaká elučná mohutnosť pri 75/25 (v/v) počas 5 minút,
- stabilizácia kolóny medzi nástrekmi,
- rovnaká elučná mohutnosť pri 20/80 (v/v) počas 5 minút.

6.5.2 Rýchlosť prietoku: 1 ml/min

6.5.3 Nastavenia UV detektora:

tento detektor musí byť nastavený na 370 nm, aby detekoval prítomnosť chalkónov a potom na 254 nm, aby detekoval kyselinu glycyrizínovú.

Poznámka: zmena vlnovej dĺžky (z 370 nm na 254 nm) sa musí vykonať 30 sekúnd pred začiatkom elúcie piku kyseliny glycyrizínovej.

7. Postup

7.1 Príprava vzorky liehu

Prefiltrujte cez filter pre organické rozpúšťadlá (priemer póru: 0,45 µm).

7.2 Príprava zvyškového extraktu sladovky (5.6)

Zried'te pred analýzou v pomere 1:10 s 50 % obj. etanolom (4.6.1).

7.3 Stanovenie

7.3.1 Nastreknite 20 µl pripraveného extraktu sladovky (7.2). Vykonajte analýzu za použitia chromatografických podmienok uvedených hore (6.5).

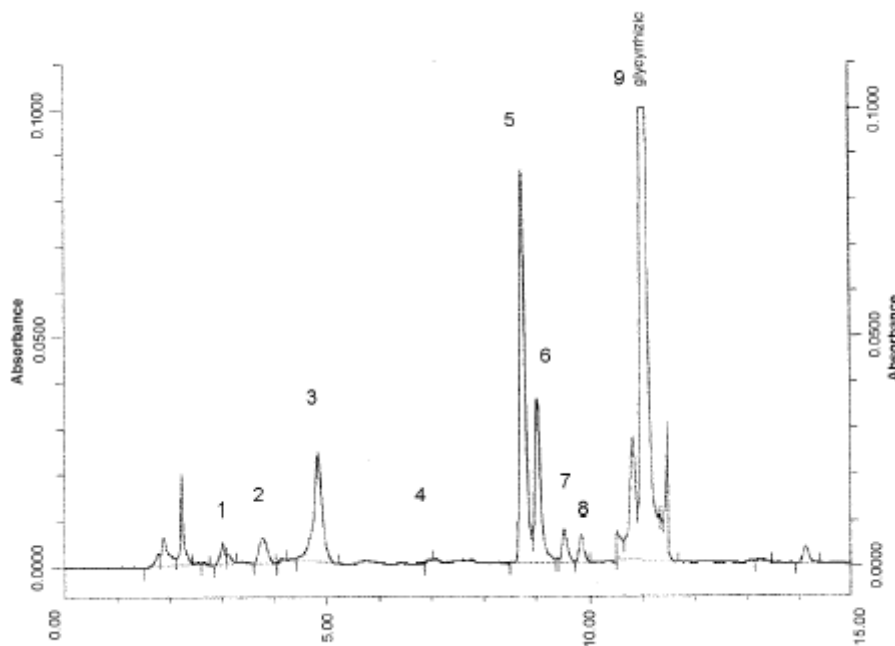
7.3.2 Nastreknite 20 µl vzorky (7.1) (anizovou príchuťou fortifikovanú vzorku liehu). Vykonajte analýzu pri použití chromatografických podmienok podľa 6.5.

7.3.3 Porovnajte tieto dva chromatogramy. Musí byť veľká podobnosť medzi nimi vo výstupnej zóne chalkónu (počas detekcie pri 370 nm pri analytických podmienkach uvedených hore) (pozri obrázok 1).

8. Charakteristický chromatogram pre pastis

Obrázok 1

Chromatogram získaný metódou uvedenou hore ukazujúci prítomnosť chalkónov v „pastise“. Píky 1 až 8 sú chalkóny a pík 9 je glycyrrizínová kyselina.



absorbance – absorbanca

glycyrrhizic - glycyrrizínová kyselina

9. Charakteristika vybraných metrologických parametrov metódy (presnosť)

Výsledky medzilaboratórnej skúšky:

nasledujúca tabuľka uvádza schopnosť metódy pre uznanie prítomnosti, alebo neprítomnosti chalkónov v pastise a liehovinách s príchuťou anízu.

Nasledujúce údaje boli získané z medzinárodnej štúdie parametrov metódy vykonanej medzinárodne dohodnutým postupom.

Rok medzilaboratórnej skúšky	1998
Počet laboratórií	14
Počet vzoriek	11
Skúmaná látka	chalkóny

Vzorky	A	B	C	D	E	F
Počet laboratórií, ktoré boli ponechané po odstránení odchýlených výsledkov	14	14	14	14	14	13
Počet odchýlených výsledkov (laboratóriá)	-	-	-	-	-	1 *)
Počet prijatých výsledkov	28	14	14	28	28	26
Počet výsledkov na prítomnosť chalkónov	28	14	14	0	28	0
Počet výsledkov na neprítomnosť chalkónov	0	0	0	28	0	26
Percento správnych výsledkov (%)	100	100	100	100	100	100

*) rozporné výsledky medzi dvoma duplikátmi, poukazujúce na chybu vzorkovania

Vzorky	G	H	I	J	K
Počet laboratórií, ktoré boli ponechané po odstránení odchylených výsledkov	14	14	14	14	14
Počet odchylených výsledkov (laboratóriá)	-	-	-	-	-
Počet prijatých výsledkov	28	14	14	28	28
Počet výsledkov na prítomnosť chalkónov	0	0	0	0	0
Počet výsledkov na neprítomnosť chalkónov	28	14	14	28	28
Percento správnych výsledkov (%)	100	100	100	100	100

Typy vzoriek:

A pastis, slepé duplikáty,

B pastis, jediná vzorka,

C pastis, jediná vzorka,

D „pastis“, (neobsahujúci chalkóny), slepé duplikáty,

E „pastis“, (neobsahujúci chalkóny), slepé duplikáty,

F likér s príchutou anízu, (neobsahujúci chalkóny), slepé duplikáty,

G likér s príchutou anízu, (neobsahujúci chalkóny), slepé duplikáty,

H ouzo, (neobsahujúci chalkóny), jediná vzorka,

I ouzo, (neobsahujúci chalkóny), jediná vzorka,

J aníz, (neobsahujúci chalkóny), slepé duplikáty,

K „pastis“ (neobsahujúci chalkóny) slepé duplikáty.

IX. VAJEČNÝ ŽLTOK. STANOVENIE VAJEČNÉHO ŽLTKU V LIEHOVÝCH NÁPOJOCH – FOTOMETRICKÁ METÓDA

1. Rozsah

Táto metóda je vhodná na stanovenie vaječného žltka v rozmedzí 40 až 250 g/l vo vaječnom likéri alebo likéri s vajíčkom.

2. Odkazy na normy

STN EN ISO 3696 Kvalita vody na analytické účely. Špecifikácia a skúšobné metódy.

3. Princíp

V etanole rozpustné zlúčeniny obsahujúce fosfor, ktoré sa nachádzajú vo vaječnom žltku, sa extrahujú a skúšajú fotometricky ako komplex molybdenanu fosforečného.

4. Činidlá a materiály

4.1 Redestilovaná voda

4.2 Infuzóriová hlinka

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

4.4 Roztok 15 % octanu horečnatého (CAS 16674-78-5)

4.5 10 % kyselina sírová (CAS 7664-93-9)

4.6 1 N kyselina sírová

4.7 Roztok 0,16 g/l dihydrogenfosforečnanu draselného (CAS 778-77-0), KH_2PO_4

4.8 Činidlo pre stanovenie forforečnanu:

rozpusťte 20 g molybdénanu amónneho (CAS 12054-85-2), $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ v 400 ml vody pri 50 °C; v ďalšej nádobe rozpusťte 1 g vanadičnanu amónneho (CAS 7803-55-6), NH_4VO_3 v 300 ml horúcej vody, nechajte ochladiť, potom pridajte 140 ml koncentrovanej kyseliny dusičnej (CAS 7697-37-2). Spojte ochladené roztoky do 1 000 ml odmernej banky a doplňte po značku na 1 000 ml.

5. Prístroj a zariadenie

5.1 100 ml kužeľová banka

5.2 Ultrazvukový kúpeľ (alebo magnetické miešadlo)

5.3 100 ml odmerná banka

5.4 Kúpeľ s 20 °C vodou

5.5 Filter (Whatman č. 4, alebo rovnocenný)

5.6 Porcelánový (alebo platinový) téglík

5.7 Vodný kúpeľ

5.8 Horúca platňa

5.9 Muflová pec

5.10 50 ml odmerná banka

5.11 20 ml odmerná banka

5.12 Spektrofotometer nastavený na 420 nm

5.13 1 cm kveta

6. Vzorky

Pred analýzou sa vzorky skladujú pri izbovej teplote.

7. Postup

7.1 Príprava vzorky

7.1.1 Navážte 10 g vzorky do 100 ml kužeľovej banky (5.1).

7.1.2 Pridávajte postupne 70 ml etanolu (4.3) po malých častiach, s krúžením pri každom pridaní a vložte do ultrazvukového kúpeľa (5.2) na 15 minút alebo miešajte zmes magnetickým miešadlom (5.2) 10 minút pri izbovej teplote.

7.1.3 Preneste obsah banky do 100 ml odmernej banky (5.3) s premytím etanolom (4.3). Upravte po kalibračnú značku etanolom (4.3) a položte banku do 20 °C vodného kúpeľa (5.4). Upravte po kalibračnú značku pri 20 °C.

7.1.4 Pridajte malé množstvo infuzóriovej hlinky (4.2) a prefiltrujte (5.5), odstráňte prvých 20 ml.

7.1.5 Preneste 25 ml filtrátu do porcelánového (platinového) téglíka (5.6). Filtrát sa musí potom zahustiť jemným odparovaním na vodnom kúpeli s vriacou vodou (5.7) pridaním 5 ml 15 % roztoku octanu horečnatého (4.4).

7.1.6 Položte téglíky na horúcu platňu (5.8) a zohrievajte kým nie sú suché.

7.1.7 Spopolnite zvyšok ohrievaním do bieleho žiaru pri 600 °C v muflovej peci (5.9), pokiaľ nie je popol biely, najmenej jeden a pol hodiny, môže tam byť ale aj cez noc.

7.1.8 Pridajte do popola 10 ml 10 % kyseliny sírovej (4.5) a preneste zmes prepláchnutím destilovanou vodou (4.1) do 50 ml odmernej banky (5.10) a pri izbovej teplote doplňte po značku destilovanou vodou (4.1). 5 ml podiel tohto roztoku popola sa má použiť na prípravu roztoku vzorky na fotometrické stanovenie.

7.2 Fotometrické stanovenie fosforečnanu

7.2.1 Porovnávací roztok

7.2.1.1 Dajte 10 ml 10 % kyseliny sírovej (4.5) do 50 ml odmernej banky a doplňte po značku destilovanou vodou (4.1).

7.2.1.2 Pridajte do 5 ml podielu tohto roztoku (7.2.1.1) v 20 ml odmernej banke (5.11), 1 ml 1 N kyseliny sírovej (4.6) a 2 ml fosforečného činidla (4.8) a doplňte po značku destilovanou vodou (4.1).

7.2.1.3 Zazátkujte s voľne vloženou zátkou, potraste a zohrievajte na vodnom kúpeli s vriacou vodou (5.7) 10 minút, potom nechajte chladiť vo vodnom kúpeli s 20 °C vodou (5.4) 20 minút.

7.2.1.4 Naplňte 1 cm kyvetu (5.13) týmto porovnávacím roztokom.

7.2.2 Roztok vzorky

7.2.2.1 Pridajte do 5 ml podielu roztoku popola (7.1.8) v 20 ml odmernej banke (5.11), 1 ml 1 N kyseliny sírovej (4.6) a 2 ml fosforečného činidla (4.8) a doplňte po značku destilovanou vodou (4.1).

7.2.2.2 Zazátkujte s voľne vloženou zátkou, potraste a zohrievajte na vodnom kúpeli s vriacou vodou (5.7) 10 minút, potom nechajte chladiť na vodnom kúpeli 20 °C vodou (5.4) 20 minút.

7.2.2.3 Žltý roztok, ktorý sa vytvoril, sa ihneď analyzuje spektrofotometricky (5.12) v 1 cm kyvete (5.13) pri 420 nm voči porovnávaciemu roztoku (7.2.1.4).

7.2.3 Kalibračná krivka

7.2.3.1 Za účelom skonštruovania kalibračnej krivky, dajte 2 ml podiely fosforečného činidla (4.8) do 20 ml odmerných baniek (5.11), každá z nich obsahuje 1 ml 1 N kyseliny sírovej (4.6) a 0, 2, 4, 6, 8 a 10 ml roztoku dihydrogenfosforečnanu draselného (4.7) a doplňte po značku destilovanou vodou (4.1).

7.2.3.2 Zazátkujte voľne vloženou zátkou, potraste a zohrievajte na vodnom kúpeli s vriacou vodou (5.7) 10 minút, potom nechajte chladiť na vodnom kúpeli 20 °C vodou (5.4) 20 minút a analyzuje spektrofotometricky (5.12) v 1 cm kyvete (5.13) pri 420 nm voči porovnávaciemu roztoku (7.2.1.4).

7.2.3.3 Zostrojenie kalibračnej krivky:

roztok dihydrogenfosforečnanu (ml)	0	2	4	6	8	10
P ₂ O ₅ (mg)	0	0,167	0,334	0,501	0,668	0,835

8. Vyjadrenie výsledkov

Obsah vaječného žltka v g/l sa vypočíta z tejto rovnice:

$$\text{g/l vaječného žltka} = \text{mg P}_2\text{O}_5 \times 110 \times \text{hustota}/(E/40)$$

Kde:

110	prepočítavací faktor na celkový P_2O_5 v g v 100 g vaječného žltka
mg P_2O_5	hodnota stanovená z kalibračnej krivky
hustota	hmotnosť na jednotku objemu (g/ml) likéru na báze vajíčka pri 20 °C
E	váha likéru na báze vajíčka v g
40	faktor zriedenia pre 5 ml podiel roztoku popola.

9. Charakteristika vybraných metrologických parametrov metódy (presnosť)

Štatistické výsledky medzilaboratórnej skúšky:

nasledujúca tabuľka uvádza hodnoty pre vaječný žltok

Nasledujúce údaje boli získané z medzinárodnej štúdie určenia vybraných parametrov metódy získané medzinárodne dohodnutým postupom.

Rok medzilaboratórnej skúšky:	1998
Počet laboratórií:	24
Počet vzoriek:	5
Skúmaná látka:	vaječný žltok

Vzorky	A	B	C	D	E
Počet laboratórií, ktoré boli ponechané po odstránení odchylených výsledkov	19	20	22	20	22
Počet odchylených výsledkov (laboratóriá)	3	4	2	4	2
Počet prijatých výsledkov	38	40	44	40	44
Stredná hodnota g/l	147,3	241,1	227,4	51,9*)	191,1
Štandardná odchýlka opakovateľnosti (S_r) g/l	2,44	4,24	3,93	72,8*)	3,25
Relatívna štandardná odchýlka opakovateľnosti (RSD_r) (%)	1,7	1,8	1,8	2,9	1,7
Limit opakovateľnosti (r) g/l					
Štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (S_R) g/l	6,8	11,9	11,0	5,1	9,1
Relatívna štandardná odchýlka reprodukovateľnosti (RSD_R) (%)	5,01	6,06	6,66	3,42	6,87
Limit reprodukovateľnosti (R) g/l	3,4	2,5	2,9	5,5	3,6
	14,0	17,0	18,7	9,6	19,2

Typy vzoriek:

A Advocaat, slepé duplikáty

B Advocaat, slepé duplikáty

C Advocaat, slepé duplikáty

D Advocaat, (zriedený), delené hladiny *)

E Advocaat, slepé duplikáty

Informácia:

Problematika výnosu je upravená v práve Európskych spoločenstiev a v práve Európskej únie týmito predpismi:

- a) nariadenie Rady č. 1576/89 z 29.5.1989 ustanovujúce všeobecné pravidlá na definíciu, popis a prezentáciu liehovín v znení neskorších zmien a doplnkov,
- b) nariadenie Komisie č. 2870/2000 z 19.12.2000, ktorým sa ustanovujú referenčné metódy analýzy liehovín v spoločenstve z znení nariadenia 2091/2002 z 26.11.2002,
- c) nariadenie Komisie č. 625/2003 z 2.4.2003, ktoré mení a dopĺňa nariadenie Komisie č. 1623/2000, ktoré ustanovuje podrobné pravidlá na uplatňovanie nariadenia Rady č. 1493/1999 o spoločnom organizovaní trhu s vínom a ktorým sa ustanovujú referenčné metódy analýzy liehu v spoločenstve,
- d) smernica Komisie č. 87/250/EHS z 15. apríla 1987 o uvádzaní objemovej koncentrácie alkoholu v označení alkoholických nápojov určených na predaj konečnému spotrebiteľovi.