

REGLUGERÐ

um gildistöku reglugerða Evrópusambandsins um tilvísunaraðferðir fyrir greiningu brenndra drykkja (I).

1. gr.

Eftirfarandi reglugerðir framkvæmdastjórnarinnar (EB) skulu gilda á Íslandi með þeirri aðlögun sem fram kemur í ákvörðunum sameiginlegu EES-nefndarinnar:

- a. Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2870/2000 frá 19. desember 2000 um tilvísunaraðferðir Bandalagsins fyrir greiningu brenndra drykkja, sbr. ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 92/2001 frá 13. júlí 2001 um breytingu á II. viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og vottun) við EES-samninginn.
- b. Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2091/2002 frá 26. nóvember 2002 um breytingu á reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2870/2000 um tilvísunaraðferðir Bandalagsins fyrir greiningu brenndra drykkja, sbr. ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 44/2003 frá 16. maí 2003 um breytingu á II. viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og vottun) við EES-samninginn.

2. gr.

Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2870/2000 og ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 92/2001 sem birt er í EES-viðbæti við Stjórnartíðindi EB, nr. 47, 20. september 2001, bls. 5, eru birt sem fylgiskjöl 1 og 2 með reglugerð þessari.

Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2091/2002 og ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 44/2003 sem birt er í EES-viðbæti við Stjórnartíðindi EB, nr. 39, 31. júlí 2003, bls. 9, eru birt sem fylgiskjöl 3 og 4 með reglugerð þessari.

3. gr.

Reglugerð þessi, sem sett er með stoð í 193. gr. tollalaga nr. 88/2005, með síðari breytingum, öðlast þegar gildi.

Fjármálaráðuneytinu, 12. október 2007.

F. h. r.

Baldur Guðlaugsson.

Ingvi Már Pálsson.

Fylgiskjal 1.**REGLUGERÐ FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR (EB) nr. 2870/2000**

frá 19. desember 2000

um tilvísunaraðferðir bandalagsins fyrir greiningu brenndra drykkja

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Evrópubandalagsins,

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

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

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

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

SAMÞYKKT REGLUGERÐ ÞESSA:

1. gr.

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

— þegar hvers kyns opinbert eftirlit fer fram, eða

— ef um ágreining er að ræða,

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

2. gr.

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

3. gr.

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

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

— greiningaraðferð viðurkennd af hlutaðeigandi aðildarríki,

— allar aðrar viðeigandi greiningaraðferðir ef nauðsyn ber til.

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

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

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

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

4. gr.

Í þessari tilskipun er merking eftirfarandi hugtaka sem hér segir:

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

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

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

5. gr.

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

Hún kemur til framkvæmda 1. janúar 2001.

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

Gjört í Brussel 19. desember 2000.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Franz FISCHLER

framkvæmdastjóri.

VIÐAUKI

LÝSING Á TILVÍSUNARGREININGARAÐFERÐUM

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

I. ÁKVÖRÐUN ALKÓHÓLSTYRKLEIKA BRENNDRA DRYKKJA MIÐAÐ VIÐ RÚMMÁL

Inngangur

Tilvísunaraðferðin tekur til tveggja viðbæta:

I. viðbætur: Tilreiðsla eimis

II. viðbætur: Mæling á þéttleika eimis

1. **Gildissvið**

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

2. **Tilvísun í staðla**

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

3. **Hugtök og skilgreiningar**3.1. *Viðmiðunarhitastig:*

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

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

3.2. *Þéttleiki:*

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

3.3. *Eðlisþyngd:*

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

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

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

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

3.4. *Raunverulegur alkóhólstyrkleiki miðað við rúmmál:*

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

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

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

Breytingaformúla:

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

þar sem ASM = alkóhólstyrkleiki miðað við massa,

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

4. **Meginregla**

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

I. VIÐBÆTIR: TILREIÐSLA EIMIS

1. **Gildissvið**
Aðferðin hentar við tilreiðslu eimis sem nota á til að ákvarða raunverulegan alkóhólstyrkleika brenndra drykkja miðað við rúmmál.
2. **Meginregla**
Drykkirnir eru eimaðir til þess að aðskilja etýlalkóhól og önnur rokgiörn sambönd frá útdráttarefninu (efni sem eimast ekki).
3. **Prófunarefni og efni**
 - 3.1. Suðuvári.
 - 3.2. Óblandað, froðueyðandi fleyti (fyrir rjómalíkjöra).
4. **Tæki og búnaður**
Venjulegur rannsóknastofubúnaður og einkum eftirfarandi:
 - 4.1. Vatnsbað sem hægt er að halda við 10 °C til 15 °C.
Vatnsbað sem hægt er að halda við 20 °C ($\pm 0,2$ °C).
 - 4.2. Mæliflöskur af flokki A, 100 ml, sem hefur verið fullgilt að 0,1%, og 200 ml sem hefur verið fullgilt að 0,15%.
 - 4.3. Eimingarbúnaður:
 - 4.3.1. Almennar kröfur
Eimingarbúnaðurinn verður að fara að eftirfarandi forskriftum:
 - samskeyti skulu ekki vera fleiri en svo að tryggt sé að kerfið leki ekki,
 - búnaður sem kemur í veg fyrir að gufan dragi sjóðandi vökvann með sér og jafnar eimingarhraða alkóhólríkrar gufu,
 - þétting alkóhólgufunnar skal vera hröð og algjör,
 - fyrstu eimingarþáttunum skal safnað í vatnskenndan miðil.
 Varmagjafinn skal dreifa varmanum þannig að ekki verði hitavaldandi hvörf í útdráttarefninu.
 - 4.3.2. Mynd 1 sýnir dæmi um heppilegan eimingarbúnað en hann inniheldur eftirfarandi hluta:
 - eins lítra flaska með kúptum botni og slípuðum samskeytum,
 - a.m.k. 20 cm langt eimingarrör (t.d. Vigreux-súla),
 - hnétengi með um það bil 10 cm löngum, sléttum eimsvala (af West-gerð) sem komið er fyrir lóðrétt,
 - 40 cm langur kælispírall,
 - útdregið glerrör sem leiðir eimið niður á botn kvarðaðrar söfnunarflösku sem inniheldur örlítið vatn.
 Athugasemd: búnaðurinn sem lýst er hér að ofan er ætlaður fyrir sýni sem er a.m.k. 200 ml. Engu að síður er hægt að eima minna sýni (100 ml) með því að nota minni eimingarflösku, að því tilskildu að notaður sé dropavari eða annar búnaður til að koma í veg fyrir að gufan dragi með sér sjóðandi vökva.
5. **Geymsla prófunarsýna**
Sýni eru geymd við stofuhita áður en greining fer fram.
6. **Framkvæmd**
Athugasemd:
Eiming getur einnig farið fram samkvæmt aðferðinni sem Alþjóðasamtökin um hreina og hagnýta efnafræði (IUPAC) birtu (1968).
- 6.1. Sannprófun eimingarbúnaðarins.
Búnaðurinn verður að vera hæfur til eftirfarandi nota:
Eiming 200 ml vatns- og alkóhóllaussnar með þekktum styrk nálægt 50% af rúmmáli má ekki valda meiri rýmun á alkóhóli en sem nemur 0,1% miðað við rúmmál.

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

II. VIÐBÆTIR: MÆLING Á ÞÉTTLEIKA EIMIS

AÐFERÐ A: ÁKVÖRÐUN RAUNVERULEGS ALKÓHÓLSTYRKLEIKA BRENNDRA DRYKKJA MIÐAÐ VIÐ RÚMMÁL — MÆLINGAR MEÐ VÖKVAVOG

- A.1. **Meginregla**
Alkóhólstyrkleiki miðað við rúmmál er ákvarðaður út frá þéttleika eimisins sem mældur er með vökvavog.
- A.2. **Prófunarefni og efni**
Ef annað er ekki tekið fram skal í greiningu aðeins nota prófunarefni með hreinleika sem er viðurkenndur til greiningar og vatn sem er að minnsta kosti af hreinleikastigi 3 eins og það er skilgreint samkvæmt ISO 3696:1987.
- A.2.1. Natríumklóríðlausan (2% massi miðað við rúmmál)
Tilreiðið 1 lítra með því að vigta 20 g af natríumklóríði og leysa þau upp í vatni þannig að lokarúmmálið verði 1 lítri.
- A.3. **Tæki og búnaður**
Venjulegur rannsóknastofubúnaður og einkum eftirfarandi:
- A.3.1. Finvog með 0,1 mg nákvæmni.
- A.3.2. Hitamælir með samskeytum úr slípuðu gleri, kvarðaður í tíundu hlutum úr gráðu frá 10 til 30 °C. Hitamælirinn skal vera fullgiltur eða borinn saman við fullgiltan hitamæli.
- A.3.3. Vökvavog úr pýrexgleri með um það bil 100 ml rúmmáli ásamt hitamæli úr slípuðu gleri sem má fjarlægja (A.3.2). Á vökvavoginni skal vera hliðarrör, 25 mm langt og með 1 mm (hámark) innanmál, sem endar í keilulaga, slípuðum samskeytum. Ef við á má nota aðrar vökvavogir sem lýst er í ISO 3507, t.d. 50 ml vökvavog.
- A.3.4. Töruflaska með sama ytra rúmmáli (± 1 ml) og vökvavogin og með massa sem er jafn massa vökvavogarinnar þegar hún hefur verið fyllt með vökva með þéttleikanum 1,01 (natríumklóríðlausan samkvæmt A.2.1).
- A.3.5. Hitaeinangruð hlíf sem fellur nákvæmlega að vökvavoginni.
1. athugasemd: Aðferðin við að ákvarða þéttleika brenndra drykkja í lofttæmi krefst notkunar tveggja skála vogar, vökvavogar og töruflösku með sama ytra rúmmáli til að jafna út áhrif sem stafa af hugsanlegum lyftikrafti lofts á tilteknu augnabliki. Þessa einföldu aðferð má einnig nota með einnar skálar vog, að því tilskildu að töruflaskan sé vigtuð aftur til að fylgjast með hugsanlegum breytingum á lyftikrafti lofts.
- A.4. **Framkvæmd**
Athugasemdir:
Eftirfarandi er lýsing á aðferð þar sem 100 ml vökvavog er notuð við ákvörðun á alkóhólstyrkleika en þannig fæst mesta nákvæmni. Þó er hægt að nota minni vökvavog, til dæmis 50 ml.
- A.4.1. Kvörðun vökvavogarinnar
Vökvavogin er kvörðuð með því að ákvarða eftirfarandi færíbreytur:
- töru tómrar vökvavogar,
 - rúmmál vökvavogarinnar við 20 °C,
 - massa vökvavogarinnar við 20 °C þegar hún er full af vatni.
- A.4.1.1. Kvörðun með einnar skálar vog:
Ákvarða þarf:
- massa vökvavogarinnar (P) þegar hún er hrein og þurr,
 - massa vökvavogarinnar við t °C þegar hún er full af vatni (P1),
 - massa töruflöskunnar (T0).
- A.4.1.1.1. Vigtíð hreina, þurra vökvavogina (P).

- A.4.1.1.2. Fyllið vökvavogina varlega með eimuðu vatni sem er við umhverfishita og komið hitamælinum fyrir.
Þurkið vökvavogina varlega og setjið hana í hitaeinangruðu hlífina. Blandið innihaldinu með því að hvolfa ílátinu nokkrum sinnum þar til aflestur af hitamælinum er orðinn stöðugur.
Komið vökvavoginni þannig fyrir að hún standist á við efri brún hliðarrörsins. Lesið hitastigið t °C nákvæmlega og leiðréttið ónákvæmni í hitakvarðanum ef nauðsyn ber til.
Vigtið vatnsfyllta vökvavogina (P1).
- A.4.1.1.3. Vigtið töruflöskuna (T0).
- A.4.1.1.4. Útreikningur
- Tara tómrar vökvavogar = $P - m$
þar sem m er massi lofts í vökvavoginni.
 $m = 0,0012 \times (P1 - P)$
2. athugasemd: 0,0012 er þéttleiki þurrs lofts við 20 °C við þrýstinginn 760 mm Hg
 - Rúmmál vökvavogarinnar við 20 °C:
 $V_{20\text{ °C}} = [P1 - (P - m)] \times F_1$
þar sem F_1 er stuðullinn fyrir hitastig t °C tekinn úr töflu I í 1. kafla „Þéttleiki og eðlisþyngd“ í viðaukanum við reglugerð (EBE) nr. 2676/90 (bls. 10).
 $V_{20\text{ °C}}$ skal vera þekkt með nákvæmninni 0,001 ml.
 - Massi vatns í vökvavoginni við 20 °C:
 $M_{20\text{ °C}} = V_{20\text{ °C}} \times 0,998203$
þar sem 0,998203 er þéttleiki vatns við 20 °C.
3. athugasemd: Ef nauðsyn krefur má nota gildið 0,99715 fyrir þéttleika í lofti og reikna alkóhólstyrkleikann út miðað við samsvarandi þéttleika í lofti samkvæmt töflum tolla- og skattayfirvalda í Breska konungsríkinu (HM Customs and Excise tables in air).
- A.4.1.2. Kvörðun með tveggja skála vog:
- A.4.1.2.1. Setjið töruflöskuna á vinstri skálina og hreina, þurra vökvavogina með söfnunartappa á hægri skálina. Finnið jafnvægið með því að setja lóð þeim megin sem vökvavogin er: p grömm.
- A.4.1.2.2. Fyllið vökvavogina varlega með eimuðu vatni sem er við umhverfishita og komið hitamælinum fyrir; þurkið vökvavogina varlega og setjið hana í hitaeinangruðu hlífina; blandið innihaldið með því að hvolfa ílátinu nokkrum sinnum þar til aflestur hitamælisins er orðinn stöðugur.
Látið vökvavogina standast nákvæmlega á við efri brún hliðarrörsins. Hreinsið hliðarrörið, setjið söfnunartappann í; lesið hitastigið t °C nákvæmlega og leiðréttið ónákvæmni í hitakvarðanum ef nauðsyn ber til.
Vigtið vatnsfyllta vökvavogina og er p' sú þyngd í grömmum sem þarf til að ná fram jafnvægi.
- A.4.1.2.3. Útreikningur
- Tara tómrar vökvavogar = $p + m$
þar sem m er massi lofts í vökvavoginni.
 $m = 0,0012 \times (p - p')$
 - Rúmmál vökvavogarinnar við 20 °C:
 $V_{20\text{ °C}} = (p + m - p') \times F_1$
þar sem F_1 er stuðullinn fyrir hitastig t °C tekinn úr töflu I í 1. kafla „Þéttleiki og eðlisþyngd“ í viðaukanum við reglugerð (EBE) nr. 2676/90 (bls. 10).
 $V_{20\text{ °C}}$ skal vera þekkt með nákvæmninni 0,001 ml.
 - Massi vatns í vökvavoginni við 20 °C:
 $M_{20\text{ °C}} = V_{20\text{ °C}} \times 0,998203$
þar sem 0,998203 er þéttleiki vatns við 20 °C.

A.4.2. Ákvörðun alkóhólstyrkleika í prófunarsýni

A.4.2.1. Með einnar skálar vog.

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

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

A.4.2.1.3. Útreikningur

$$— dT = T1 - T0$$

$$— \text{Massi tómrar vökvagögu við mælingu} \\ = P - m + dT$$

$$— \text{Massi vökvans í vökvagögu við t °C} \\ = P2 - (P - m + dT)$$

$$— \text{Þéttleiki við t °C í g/ml}$$

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

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

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

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

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

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

A.4.2.1.4. Niðurstaða

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

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

A.4.2.2. Með tveggja skála vog

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

A.4.2.2.2. Útreikningur

$$— \text{Massi vökvans í vökvagögu við t °C} \\ = p + m - p''$$

$$— \text{Þéttleiki við t °C í g/ml} \\ P_{t °C} = (p + m - p'') / V_{20 °C}$$

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

A.5. Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)

A.5.1. Tölfræðilegar niðurstöður samanburðarrannsóknar rannsóknastofanna

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

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

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

Tegundir sýna

A Ávaxtalíkjör; tveir styrkleikar (*).

B Brandi; tvöfalt blindsýni.

C Viski; tvöfalt blindsýni.

D Grappa; tveir styrkleikar (*).

E Ákavíti; tveir styrkleikar (*).

F Romm; tveir styrkleikar (*).

ADFERÐ B: ÁKVÖRÐUN Á RAUNVERULEGUM ALKÓHÓLSTYRKLEIKA BRENNDRA DRYKKJA MIÐAÐ VIÐ RÚMMÁL — RAFRÆN MÆLING Á ÞÉTTLEIKA (BYGGÐ Á MEÐSVEIFLUTIÐNI SÝNIS Í SVEIFLUHÓLFID)

B.1. Meginregla

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

B.2. Prófunarefni og efni

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

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

B.2.2. Þurr loft.

B.3. Tæki og búnaður

Venjulegur rannsóknastofubúnaður og einkum eftirfarandi:

B.3.1. Eðlisþyngdarmælir með stafrænum skjá

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

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

B.3.2. Stilling hitastígs

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

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

B.3.3. Sýnasprautur eða sjálfvirkur sýnatakari.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Tegundir sýna

A Ávaxtalikjör; tveir styrkleikar (*).

B Brandi; tvöfalt blindsýni.

C Viski; tvöfalt blindsýni.

D Grappa; tveir styrkleikar (*).

E Ákavíti; tveir styrkleikar (*).

F Romm; tveir styrkleikar (*).

AÐFERÐ C: ÁKVÖRDUN Á RAUNVERULEGUM ALKÓHÓLSTYRKLEIKA BRENDRA DRYKKJA MIÐAÐ VIÐ RÚMMÁL – MÆLING Á ÞÉTTLEIKA MEÐ FLOTVOG

- C.1. Meginregla**
- Alkóhólstyrkleika brenndra drykkja má ákvarða með mælingu á þéttleika þar sem notuð er flotvog sem byggist á lögmáli Arkimedesar en það byggist á því að hlutur, sem dýft er í vökva, léttist jafn mikið og sem nemur þyngd þess vökva sem hann ryður frá sér.
- C.2. Prófunarefni og efni**
- Ef annað er ekki tekið fram skal í greiningu aðeins nota prófunarefni með hreinleika, sem er viðurkenndur til greiningar, og vatn sem er að minnsta kosti af hreinleikastigi 3 eins og það er skilgreint samkvæmt ISO 3696:1987.
- C.2.1. Hreinsilausn fyrir flotholt (natríumhýdroxíð, 30% massi miðað við rúmmál)**
- Tilreiðið 100 ml með því að vigta 30 g af natríumhýdroxíði og þynna þau að kvarðamerkinu með 96% etanóli (miðað við rúmmál).
- C.3. Tæki og búnaður**
- Venjulegur rannsóknastofubúnaður og einkum eftirfarandi:
- C.3.1.** Flotvog með einni skál og 1 mg næmi.
- C.3.2.** Flotholt með að minnsta kosti 20 ml rúmmáli, sérstaklega aðlagð voginni, hengt í þráð sem má ekki vera meira en 0,1 mm að þvermáli.
- C.3.3.** Mæliglas með hæðarmerkingu. Flotholtið verður að geta haldist algjörlega innan þess rúmmáls hólsins sem er undir hæðarmerkingunni, þannig að ekkert nema þráðurinn skeri yfirborð vökvans. Innanmál mæliglassins verður að vera að minnsta kosti 6 mm stærra en þvermál flotholtsins.
- C.3.4.** Hitamælir (eða hitastignemi), kvarðaður í gráðum og tíundu hlutum úr gráðu frá 10 til 40 °C, kvarðaður að 0,05 °C.
- C.3.5. Lóð, kvörðuð af viðurkenndum vottunaraðila.**
1. athugasemd: Einnig er hægt að nota tveggja skála vog; meginreglunni er lýst í 1. kafla „Þéttleiki og eðlisþyngd“ í viðaukanum við reglugerð (EBE) nr. 2676/90 (bls. 7).
- C.4. Framkvæmd**
- Flotholtið og mæliglasið skal hreinsa milli mælinga með eimuðu vatni, þurrka með mjúku tilraunastofupappír sem ekki skilur eftir sig ló og skolað með lausninni sem ákvarða skal þéttleika fyrir. Mælingar skulu fara fram um leið og búnaðurinn hefur náð stöðugleika í því skyni að takmarka alkóhóltap vegna uppgufunar.
- C.4.1. Kvörðun vogarinnar**
- Þótt vogir hafi almennt innra kvörðunarkerfi verður að vera hægt að kvarða flotvogina með lóðum sem hafa verið yfirfarin af opinberum vottunaraðila.
- C.4.2. Kvörðun flotholtsins**
- C.4.2.1.** Fyllið mæliglasið að hæðarmerkingunni með tveimuðu vatni (eða vatni af sambærilegum hreinleika, t.d. örsíað vatn með eðlisleiðnina 18,2 MΩ/cm) við hitastig milli 15 og 25 °C en helst við 20 °C.
- C.4.2.2.** Sökkvið flotholtinu og hitamælinum, hrærið, lesið þéttleika vökvans af búnaðinum og, ef nauðsyn krefur, leiðréttið aflesturinn þannig að hann samsvari þéttleika vatns við mælihitastigið.
- C.4.3. Samanburður þar sem notuð er blanda vatns og alkóhóls**
- C.4.3.1.** Fyllið mæliglasið að hæðarmerkingunni með blöndu vatns og alkóhóls af þekktum styrk við hitastig milli 15 og 25 °C en helst við 20 °C.
- C.4.3.2.** Sökkvið flotholtinu og hitamælinum, hrærið, lesið þéttleika vökvans (eða alkóhólstyrkleika hans ef það er mögulegt) af búnaðinum. Alkóhólstyrkleikinn, sem þannig er fundinn, ætti að vera jafn og áður ákvarðaður alkóhólstyrkleiki.
2. athugasemd: Þessa lausn með þekktan alkóhólstyrkleika má einnig nota til að kvarða flotholtið í stað tveímaðs vatns.

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

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

C.4.6. Niðurstaða

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

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

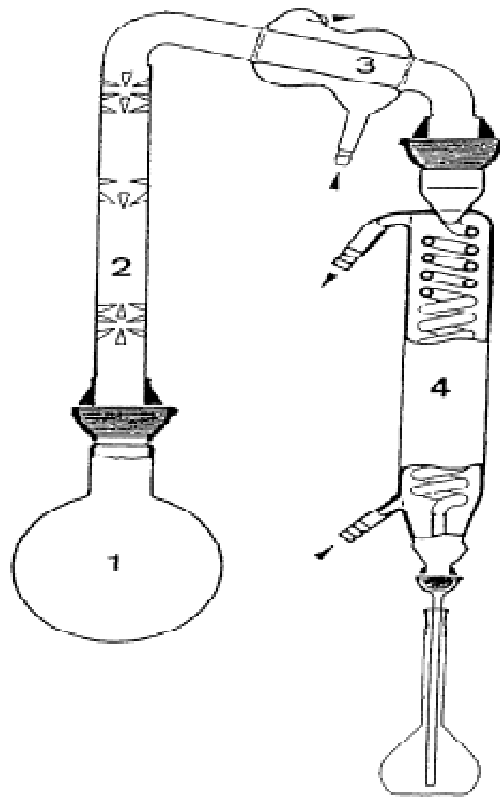
C.5. Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)

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

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

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

Tegundir sýna
 A Ávaxtalikjör; tveir styrkleikar (*).
 B Brandi; tvöfalt blindsýni.
 C Viski; tvöfalt blindsýni.
 D Grappa; tveir styrkleikar (*).
 E Ákavíti; tveir styrkleikar (*).
 F Romm; tveir styrkleikar (*).



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

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

**II. ÁKVÖRÐUN Á HEILDARMAGNI ÞURREFNIS Í BRENDUM DRYKKJUM MEÐ
ÞYNGDARMÆLINGU**

1. **Gildissvið**

Reglugerð (EBE) nr. 1576/89 kveður einungis á um þessa aðferð að því er varðar ákaviti þar sem þurrefni er takmarkað við 15 g/l.
2. **Tilvísun í staðla**

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

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

Vigtun leifanna, sem verða eftir við uppgufun brennda drykkjarins í sjóðandi vatnsbaði, og þurrkun í þurrkofni.
5. **Tæki og búnaður**
 - 5.1. Flatbotna, kringlótt uppgufunarilát sem er 55 mm að þvermáli.
 - 5.2. Sjóðandi vatnsbað.
 - 5.3. 25 ml rennipípa, flokkur A.
 - 5.4. Þurrkofn.
 - 5.5. Þurrkari.
 - 5.6. Fínvog með nákvæmni upp á 0,1 mg.
6. **Sýnataka og sýni**

Sýni eru geymd við stofuhita fyrir greiningu.
7. **Framkvæmd**
 - 7.1. Píplöð 25 ml af brennda drykknum sem inniheldur minna en 15g/l af þurrefni í áður vigtað flatbotna, kringlótt uppgufunarilát sem er 55 mm að þvermáli. Fyrstu klukkustundina er uppgufunarilátið sett á lokið á sjóðandi vatnsbaði þannig að vökvinn sjóði ekki þar eð það gæti leitt til taps ef dropar ýrðust út úr skálinni. Þar á eftir á skálin að standa í eina klukkustund beint yfir gufunni frá sjóðandi vatnsbaðinu.
 - 7.2. Ljúkið við þurrkunina með því að setja uppgufunarilátið í þurrkofn við 105 °C ± 3 °C í tvær klukkustundir. Uppgufunarilátið er látið kólna í þurrkara og það vigtað ásamt innihaldi.
8. **Útreikningur**

Massi leifanna margfaldaður með 40 er jafn og þurri kjarninn sem brenndi drykkurinn inniheldur og hann skal sýna í g/l með einum aukastaf.
9. **Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)**
 - 9.1. Tölfræðilegar niðurstöður úr samanburðarrannsókn rannsóknastofanna

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

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

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

Tegundir sýna

A Brandi; tvöfalt blindsýni.

B Romm; tveir styrkleikar.

C Grappa; tveir styrkleikar.

D Ákavítí; tveir styrkleikar.

III. ÁKVÖRÐUN Á ROKGJÖRNUM EFNUM OG METANÓLI Í BRENNDUM DRYKKJUM

III.1. ALMENNAR ATHUGASEMDIR

1. Skilgreiningar

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

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

Hefðbundnar aðferðir við að greina rokgjörn efnasambönd eru tvær:

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

2. Gasgreining á rokgjörnum efnasamböndum

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

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

III.2. ÁKVÖRÐUN MEÐ GASGREINGINGU Á ROKGJÖRNUM FYLGIEFNUM: ALDEHÝÐUM, HÆRRI ALKÓHÓLUM, ETÝLASETATI OG METANÓLI

1. Gildissvið

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

2. Tilvísun í staðla

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

3. Skilgreining

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

4. Meginregla

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

5. **Prófunarefni og efni**

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

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

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

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

Allar staðallaunir skulu geymdar við < 5 °C og nýjar tilreiddar mánaðarlega. Massi efnispátta og lausna skal skráður með 0,1 mg nákvæmni.

- 5.14.1. Staðallaun — A

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

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

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

5.14.2. Staðallausn — B

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

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

5.14.3. Staðallausn — C

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

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

5.14.4. Staðallausn — D

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

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

5.14.5. Staðallausn — E

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

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

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

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

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

5.14.7. Staðallausn til gæðastýringar

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

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

6. Tæki og búnaður

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

6.2. Fínvog með fjögurra aukastafa nákvæmni.

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

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

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

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

Burðargas og -þrýstingur:	Helíum (135 kPa)
Súluhiti:	35 °C í 17 mín., hækkaður um 12 °C/mín. að 70 °C, haldið við 70 °C í 25 mín.
Inngjafarhiti:	150 °C
Hitastig greinis:	250 °C
Rúmmál inngjafar:	1 µl, skipt 20 til 100:1

2. Forsúla sem er 1 m × 0,32 mm að innanmáli tengd við CP-WAX 57 CB súlu sem er 50 m × 0,32 mm að innanmáli og klædd innan með 0,2 µm þykkri filmu (stöðgað pólýetýlenglýkól). (Forsúlan er tengd með þrýstitengi.)

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

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

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

7. Sýnataka og sýni

7.1. Rannsóknastofusýni

Alkóhólstyrkleiki hvers sýnis er mældur við móttöku (6.1).

8. Framkvæmd (notuð við fullgilta aðferð)

8.1. Sýnishluti

8.1.1. Vigtíð viðeigandi innsiglað vigtunarílát og skráið þyngdina.

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

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

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

8.2. Núllpróf

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

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

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

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

8.3. Forpröfun

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

8.4. Kvörðun

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

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

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

8.5. Ákvörðun

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

9. Útreikningur

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

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

9.1. Útreikningur á svörunarþætti

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

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

þar sem:

IS = innri staðal

Styrkur fylgiefnis = styrkur fylgiefnis í lausn C (5.14.3)

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

9.1.2. Greining sýna

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

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

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

þar sem:

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

M_{IS} = þyngd innri staðals (8.1.3);

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

RF = svörunarþáttur sem er reiknaður út með jöfnu 1.

9.1.3. Greining staðalausnar til gæðastýringar

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

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

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

9.2. Lokaframsetning niðurstaðna

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

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

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

þar sem ρ = þéttleiki í kg/m^3 .

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

10. Gæðatrygging og -eftirlit (fyrir fullgilta aðferð)

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

11. Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)

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

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

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

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

Tegundir sýna
 A Brandí; tvöfalt blindsýni.
 B Kirsch; tvöfalt blindsýni
 C Grappa; tvöfalt blindsýni.
 D Viský; tveir styrkleikar (*).
 E Romm; tveir styrkleikar (*).

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

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	24	24	25	24	24
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	2	2	1	2	2
Fjöldi samþykkttra niðurstaðna	48	48	50	48	48
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	96,8	1 046	120,3	112,5	99,1
				91,8 (*)	117,0 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _r) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Endurtekningarnákvæmismörk (r) $\mu\text{g/g}$	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Samanburðarnákvæmismörk (R) $\mu\text{g/g}$	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0
Tegundir sýna					
A Brandi; tvöfalt blindsýni.					
B Kirch; tvöfalt blindsýni.					
C Grappa; tvöfalt blindsýni (*).					
D Viskí; tveir styrkleikar (*).					
E Romm; tveir styrkleikar (*).					

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

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	20	21	22	17	21
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	4	3	2	4	3
Fjöldi samþykkttra niðurstaðna	40	42	44	34	42
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60 (*)	28,3 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _r) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Endurtekningarnákvæmismörk (r) $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Samanburðarnákvæmni (SR) $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Samanburðarnákvæmismörk (R) $\mu\text{g/g}$	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7
Tegundir sýna					
A Brandi; tvöfalt blindsýni.					
B Kirch; tvöfalt blindsýni.					
C Grappa; tvöfalt blindsýni.					
D Viskí; tveir styrkleikar (*).					
E Romm; tveir styrkleikar (*).					

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

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

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

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	26	27	27	28	25
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	4	3	3	1	4
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	52	54	54	56	50
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	319,8	2 245	1 326	83,0	18,6
				61,5 (*)	28,9 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_x) $\mu\text{g/g}$	4,4	27	22	1,5	1,3
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _x) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9
Tegundir sýna					
A Brandi; tvöfalt blindsýni.					
B Kirch; tvöfalt blindsýni.					
C Grappa; tvöfalt blindsýni.					
D Viski; tveir styrkleikar (*).					
E Romm; tveir styrkleikar (*).					

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

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

Tegundir sýna
 A Brandi; tvöfalt blindsýni.
 B Kirch; tvöfalt blindsýni.
 C Grappa; tvöfalt blindsýni.
 E Romm; tveir styrkleikar (*).

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

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

Tegundir sýna
 A Brandi; tvöfalt blindsýni.
 B Kirch; tvöfalt blindsýni.
 C Grappa; tvöfalt blindsýni.
 D Viskí; tveir styrkleikar (*).
 E Romm; tveir styrkleikar (*).

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

Sýni	A	B	C
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	20	22	22
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	4	4	6
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	40	44	44
Meðalgildi (x̄) µg/g	3,79	5,57	7,54
Endurtekningarnákvæmni (S _e) µg/g	0,43	0,20	0,43
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _e) (%)	11,2	3,6	5,6
Endurtekningarnákvæmismörk (r) µg/g	1,1	0,6	1,2
Samanburðarnákvæmni (S _R) µg/g	0,59	0,55	0,82
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	15,7	9,8	10,8
Samanburðarnákvæmismörk (R) µg/g	1,7	1,5	2,3

Tegundir sýna
 A Brandi; tvöfalt blindsýni.
 B Kirch; tvöfalt blindsýni.
 C Grappa; tvöfalt blindsýni.

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

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	28	31	30	26	25
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	3	0	1	5	6
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	56	62	60	52	50
Meðalgildi (x̄) µg/g	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8 (*)	133,87 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S _e) µg/g	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _e) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Endurtekningarnákvæmismörk (r) µg/g	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Samanburðarnákvæmni (S _R) µg/g	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Samanburðarnákvæmismörk (R) µg/g	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

Tegundir sýna
 A Brandi; tvöfalt blindsýni.
 B Kirch; tvöfalt blindsýni.
 C Grappa; tvöfalt blindsýni.
 D Viskí; tveir styrkleikar (*).
 E Romm; tveir styrkleikar (*).

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

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	25	26	25	27	25
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	3	2	3	1	2
Fjöldi samþykkttra niðurstaðna	50	52	50	54	50
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2 (*)	61,5 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_x) $\mu\text{g/g}$	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _x) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5
Tegundir sýna					
A Brandi; tvöfalt blindsýni.					
B Kirch; tvöfalt blindsýni.					
C Grappa; tvöfalt blindsýni.					
D Viski; tveir styrkleikar (*).					
E Romm; tveir styrkleikar (*).					

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

Sýni	A	B	C	D	E
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	23	23	24	27	21
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	5	5	4	1	6
Fjöldi samþykkttra niðurstaðna	46	46	48	54	42
Meðalgildi (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4 (*)	245,6 (*)
Endurtekningarnákvæmni (S_x) $\mu\text{g/g}$	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _x) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Endurtekningarnákvæmnismörk (r) $\mu\text{g/g}$	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Samanburðarnákvæmni (S_R) $\mu\text{g/g}$	29,8	13	21	8,5	6,7
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Samanburðarnákvæmnismörk (R) $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7
Tegundir sýna					
A Brandi; tvöfalt blindsýni.					
B Kirch; tvöfalt blindsýni.					
C Grappa; tvöfalt blindsýni.					
D Viski; tveir styrkleikar (*).					
E Romm; tveir styrkleikar (*).					

Fylgiskjal 2.**ÁKVÖRDUN SAMEIGINLEGU EES-NEFNDARINNAR
nr. 92/2001**

2001/EES/47/04

frá 13. júlí 2001

**um breytingu á II. viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og
vottun) við EES-samninginn**

SAMEIGINLEGA EES-NEFNDIN HEFUR,

með hliðsjón af samningnum um Evrópska efnahagssvæðið, eins og hann var aðlagður með bókun um breytingu á samningnum um Evrópska efnahagssvæðið, er nefnist hér á eftir samningurinn, einkum 98. gr.,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

- 1) II. viðauka við samninginn var breytt með ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 67/1999 frá 28. maí 1999⁽¹⁾.
- 2) Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2870/2000 frá 19. desember 2000 um tilvísunaraðferðir bandalagsins fyrir greiningu brenndra drykkja⁽²⁾ skal felld inn í samninginn.

ÁKVÆÐIÐ EFTIRFARANDI:

1. gr:

Eftirfarandi liður komi aftan við 7. lið (reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2215/96) í XXVII. kafla II. viðauka við samninginn:

„8. **32000 R 2870:** Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2870/2000 frá 19. desember 2000 um tilvísunaraðferðir bandalagsins fyrir greiningu brenndra drykkja (Stjtið. EB L 333, 29.12.2000, bls. 20).“

2. gr:

Texti reglugerðar framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2870/2000 á íslensku og norsku, sem verður birtur í EES-viðbæti við *Stjórnartíðindi Evrópubandalaganna*, telst fullgiltur.

3. gr:

Ákvörðun þessi öðlast gildi hinn 14. júlí 2001, að því tilskildu að allar tilkynningar samkvæmt 1. mgr. 103. gr. samningsins hafi verið sendar sameiginlegu EES-nefndinni^(*).

4. gr:

Ákvörðun þessi skal birt í EES-deild og EES-viðbæti við *Stjórnartíðindi Evrópubandalaganna*.

Gjört í Brussel 13. júlí 2001.

Fyrir hönd sameiginlegu EES-nefndarinnar

E. Bull

formaður.

⁽¹⁾ Stjtið. EB L 284, 9.11.2000, bls. 51 og EES-viðbætur við Stjtið. EB nr. 51, 9.11.2000, bls. 39.

⁽²⁾ Stjtið. EB L 333, 29.12.2000, bls. 20.

^(*) Engin stjórnskipuleg skilyrði gefin til kynna.

Fylgiskjal 3.**REGLUGERÐ FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR (EB) nr. 2091/2002**

frá 26. nóvember 2002

um breytingu á reglugerð (EB) nr. 2870/2000 um tilvísunaraðferðir Bandalagsins fyrir greiningu brenndra drykkjaFRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA
HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Evrópubandalagsins,

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

- 1) Í viðauka reglugerðar framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2870/2000 frá 19. desember 2000 um tilvísunaraðferðir Bandalagsins fyrir greiningu brenndra drykkja⁽²⁾ er þessum aðferðum lýst.
- 2) Fjórar greiningaraðferðir til að ákvarða trans-anetól í brenndum drykkjum, bragðbættum með anísfræjum, glýsýrrisinsýru og kalkonum í pastis og eggjarauðu í eggjalíkjörum og líkjörum, sem eru að mestu úr eggjum, hafa verið fullgiltar samkvæmt alþjóðlega viðurkenndum reglum sem eru hluti af rannsóknarverkefni sem framkvæmdastjórnin styður.
- 3) Heimilt er að viðurkenna þessar fjórar aðferðir sem tilvísunaraðferðir Bandalagsins og nauðsynlegt er að bæta þeim við í viðaukann við reglugerð (EB) nr. 2870/2000.

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

SAMÞYKKT REGLUGERÐ ÞESSA:

1. gr.

Eftirfarandi breytingar eru hér með gerðar á viðauka reglugerðar (EBE) nr. 2870/2000:

1. Í samantekt í viðaukanum skal fella brott hugtakið „(p.m.)“ í V., VI., VII. og IX. lið.
2. Bæta skal V., VI., VII. og IX. kafla við í viðaukann við þessa reglugerð á eftir III. kafla.

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

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

Gjört í Brussel 26. nóvember 2002.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Franz FISCHLER

framkvæmdastjóri.⁽¹⁾ Stjtið. EB L 160, 12.6.1989, bls. 1.⁽²⁾ Stjtið. EB L 333, 29.12.2000, bls. 20.

VIÐAUKI

V. ANETÓL. GASGREINING TIL AÐ ÁKVARÐA TRANS-ANETÓL Í BRENNDUM DRYKKJUM

1. **Gildissvið**

Þessi aðferð er hentug til að ákvarða trans-anetól í brenndum drykkjum, bragðbættum með anisfræjum, með því að nota gasgreiningu með hárpípu.

2. **Tilvísun í staðla**

ISO 3696: 1987 Water for analytical laboratory use - Specifications and test methods.

3. **Meginregla**

Styrkur trans-anetóls í brenndum drykkjum er ákvarðaður með gasgreiningu. Sama magni af innri staðli, t.d. 4-allýlanísólí (estragóli), þegar estragól er ekki til staðar í sýninu eins og það kemur fyrir í náttúrunni, er bætt út í prófunarsýnið og út í viðmiðunarlausn af trans-anetóli með þekktum styrk, báðar lausnirnar eru síðan þynntar með 45% etanóllausn og sprautað beint inn í gasgreiningarkerfið. Nauðsynlegt er að framkvæma útdrátt fyrir líkjöra sem innihalda mikið sykurmagn áður en sýnið er tilreitt og greint.

4. **Prófunarefni og efni**

Við greininguna eru einungis notuð prófunarefni með a.m.k. 98% hreinleika. Nota skal vatn af a.m.k. hreinleikastigi 3 eins og það er skilgreint í ISO-staðli 3696.

Geyma skal viðmiðunariðefni í kulda (við 4 °C), fjarri ljósi og í állátum eða lituðum (gulbrúnum) prófunarflöskum. Ákjósanlegast væri að útbúa tappana með álinnsigli. Nauðsynlegt er að þjóa trans-anetólið þannig það losni úr kristalsformi sínu áður en það er notað en í þessu tilviki skal hitinn aldrei fara yfir 35 °C.

4.1. 96% etanól miðað við rúmmál (CAS 64-17-5)

4.2. 1-metoxý-4-(1-própenýl) bensen; (trans-anetól) (CAS 4180-23-8)

4.3. 4-allýlanísól, (estragól) (CAS 140-67-0), mögulegur innri staðall (IS)

4.4. 45% etanól miðað við rúmmál

Bæta skal 560 g af eimuðu vatni út í 378 g af 98% af etanóli miðað við rúmmál.

4.5. Tilreiðsla staðallausna

Geyma skal viðmiðunarefni í kulda (15 til 35 °C), fjarri ljósi, í állátum eða lituðum (gulbrúnum) prófunarflöskum. Ákjósanlegast er að tappinn sé með álinnsigli.

Trans-anetól og 4-allýlanísól eru nánast óleysanleg í vatni og því er nauðsynlegt að leysa trans-anetól og 4-allýlanísól upp í dálitlu af 96% etanóli (4.1) áður en 45% etanóli (4.4) er bætt út í.

Nýjar stofnlausnir skulu tilreiddar vikulega.

4.5.1. Staðallausn A

Stofnlausn af trans-anetóli (styrkur: 2 g/l)

Vega skal 40 mg af trans-anetóli (4.2) í 20 ml mæliflösku (eða 400 mg í 200 ml o.s.frv.). Bæta skal við 96% etanóli (4.1), fylla að merki með 45% etanóli, miðað við rúmmál (4.4), og blanda vel.

4.5.2. Innri staðallausn B

Stofnlausn af innri staðli, t.d. estragóli (styrkur: 2 g/l)

Vega skal 40 mg af trans-anetóli (4.3) í 20 ml mæliflösku (400 mg í 200 ml, o.s.frv.). Bæta skal við 96% etanóli (4.1), fylla að merki með 45% etanóli miðað við rúmmál (4.4) og blanda vel.

- 4.5.3. Staðallausnir eru notaðar til að athuga hver línuleg svörun logajónunarnemans er.
- Skoda skal línulega svörun logajónunarnemans við greiningu að teknu tilliti til styrkleika trans-anetóls í brenndum drykkjum frá 0 g/l til 2,5 g/l.
- Í greiningaraðferðinni eru óþekkt sýni brenndu drykkjanna, sem á að greina, þynnt 10 sinnum (8.3). Að því er varðar greiningarskilyrði, sem lýst er í aðferðinni, eru stofnlausnir sem samsvara styrknum 0, 0,05, 0,1, 0,15, 0,2 og 0,25 g/l af trans-anetóli í greiningarsýninu meðhöndlaðar á eftirfarandi hátt: taka skal 0,5, 1, 1,5, 2 og 2,5 ml af stofnlausn A (4.5.1) og pípla í 20 ml mæliflöskur. Pípla skal 2 ml af innri staðallausn B (4.5.1) í hverja flösku, fylla að merki með 45% etanóli (4.4) miðað við rúmmál og blanda vel.
- Núlllausnir (8.4) eru notaðar sem 0 g/l lausn.
- 4.5.4. Staðallausn C
- Pípla skal 2 ml af staðallausn A (4.5.1) í 20 ml mæliflösku, síðan skal bæta út í 2 ml af innri staðallausn B (4.5.2), fylla að merki með 45% etanóli (4.4) miðað við rúmmál og blanda vel.
5. **Tæki og búnaður**
- 5.1. Gasgreinir með hárpípu búinn logajónunarnema og tegurmæli eða öðru gagnamedhöndlunarkerfi sem fært er um að mæla flatarmál eða hæð toppa og sjálfvirkur sýnatakari eða nauðsynlegur búnaður til að dæla sýninu handvirkt.
- 5.2. Skiptur/óskiptur greinir
- 5.3. Hárpípusúla, t.d.:
- Lengd: 50 m
- Innanmál: 0,32 mm
- Þykkt filmu: 0,2 μ m
- Stöðufasi: FFAP - breytt TPA pólyetylenglýkól, víxltengd, gropin fjölliða.
- 5.4. Almennur búnaður á rannsóknarstofu: kvörðuð glervara, fínvog (upp á \pm 0,1 mg).
6. **Skilyrði við skiljun**
- Gerð og stærð súlu og skilyrði við skiljun ættu að vera þannig að anetól og innri staðallinn séu aðgreind hvort frá öðru og frá öllum efnum sem hafa truflandi áhrif. Hefðbundin skilyrði fyrir súlu eru gefin sem dæmi í lið 5.3:
- 6.1. Burðargas: greiningarhelíum
- 6.2. Fæði: 2 ml/mín.
- 6.3. Inngjafarhiti: 250 °C
- 6.4. Hitastig greinis: 250 °C
- 6.5. Hitaskilyrði ofns: jafnhiti, 180 °C, keyrslutími 10 mínútur
- 6.6. Rúmmál inngjafar: 1 μ m, skipt 1:40.
7. **Sýni**
- Geyma skal sýni við stofuhita, fjarri ljósi og í kulda.
8. **Aðferð**
- 8.1. Skimun sýna m.t.t. estragóls
- Til að tryggja að estragól sé ekki til staðar í sýninu eins og það kemur fyrir í náttúrunni skal gerð greining á eyðusýni án þess að bæta við innri staðli. Ef estragól er til staðar eins og það kemur fyrir í náttúrunni skal velja annan innri staðal (t.d. mentól).
- Pípla skal 2 ml af sýni í 20 ml mæliflösku og fylla að merki með 45% etanóli miðað við rúmmál (4.4) og blanda vel.
- 8.2. Tilreiðsla óþekktra sýna
- Pípla skal 2 ml af sýni í 20 ml mæliflösku og síðan 2 ml af innri staðallausn B (4.5.2) og fylla að merki með 45% etanóli miðað við rúmmál (4.4) og blanda vel.

- 8.3. Núllpróf
- Pípla skal 2 ml af innri staðallausn B (4.5.2) í 20 ml mæliflösku, fylla að merki með 45% etanóli miðað við rúmmál (4.4) og blanda vel.
- 8.4. Línuleg prófun
- Áður en greiningin hefst skal athuga hvort svörun logajónunarnemans sé línuleg með því að greina samfleytt í þriggja hringa línulega staðallausn (4.5.3).
- Teikna skal línurit yfir styrk móðurlausnar í g/l á móti hlutfallinu R út frá flatarmáli eða hæð toppa tegurmælisins fyrir hverja innsprautun.
- R= hæð eða flatarmál trans-asetólstoppa deilt með hæð eða flatarmáli estragólstoppa.
- Fram ætti að koma bein lína.
- 8.5. Ákvörðun
- Dæla skal núlllausn (8.3), staðallausn C (4.5.4) og línulegum staðallausnum (4.5.3), sem virka sem sýni til gæðastýringar (hægt er að velja staðallausn með tilvísun til líklegs styrks trans-asetóls í óþekkta sýninu) og síðan fimm óþekktum sýnum (8.2). Setja skal inn línulegt sýni (til gæðastýringar) fyrir hver fimm óþekkt sýni til að tryggja stöðugleika í greiningu.
9. **Útreikningur á svörunarþætti**
- Mæla skal annaðhvort flatarmál toppa (með því að nota tegurmæli eða annað gagnakerfi) eða hæð toppa (handvirk samþætting) fyrir trans-asetól- og innri staðaltoppa.
- 9.1. Útreikningur á svörunarþætti
- Svörunarþátturinn er reiknaður út á eftirfarandi hátt:
- $$RF_i = (C_i / \text{flatarmál eða hæð}_i) * (\text{flatarmál eða hæð}_{is} / C_{is})$$
- þar sem:
- C_i er styrkur trans-asetóls í staðallausn A (4.5.1)
- C_{is} er styrkur innri staðals í staðallausn B (4.5.2)
- flatarmál_i er flatarmál (eða hæð) trans-asetóltoppa
- flatarmál_{is} flatarmál (eða hæð) innri staðaltoppa
- RF_i er reiknað út frá fimm sýnum af lausn C (4.5.4).
- 9.2. Greining á línulegri svörun prófunarlausna
- Sprauta skal inn prófunarlausnum (4.5.3) með línulega svörun.
- 9.3. Greining sýnisins
- Sprauta skal inn óþekkttri sýnislusn (8.2).
10. **Útreikningur niðurstaðna**
- Eftirfarandi formúla er notuð við útreikning á styrk trans-asetóls:
- $$c_i = C_{is} * (\text{flatarmál eða hæð}_i / \text{flatarmál eða hæð}_{is}) * RF_i$$
- þar sem:
- c_i er styrkur trans-asetóls í óþekkttri lausn
- C_{is} er styrkur innri staðals í óþekkttri lausn (4.5.2)
- Flatarmál eða hæð_i er flatarmál eða hæð trans-asetóltoppa
- Flatarmál eða hæð_{is} flatarmál eða hæð innri staðaltoppa
- RF_i er svörunarstuðull (reiknaður út eins og í lið 9.1)
- Styrkur trans-asetóls er gefinn upp í grömmum á hvern lítra með einum aukastaf.

11. **Gæðatrygging og gæðaeftirlit**

Skiljuritin skulu vera þannig að anetól og innri staðall séu aðgreind hvort frá öðru og frá öllum efnum sem hafa truflandi áhrif. RF_i -gildið er reiknað út frá niðurstöðum fimm innsprautunar lausnar C (4.5.4). Ef fráviksstuðullinn ($CV\% = (\text{staðalfrávik}/\text{meðaltal}) \cdot 100$) er á bilinu $\pm 1\%$ er RF_i meðalgildið ásættanlegt.

Nota skal framangreindan útreikning til að reikna út styrk trans-anetóls í sýni af línulegum lausnum (4.5.3) sem er valið til gæðaeftirlits.

Ef meðaltal útreiknings niðurstaðna úr greiningu á línulegri lausn, sem er valin sem sýni til innra eftirlits, er á bilinu $\pm 2,5\%$ af fræðilegu gildi þeirra er niðurstaðan úr óþekkta sýninu ásættanleg.

12. **Meðhöndlun á sýni úr brenndum drykkjum, sem inniheldur mikið sykurmagn, og á sýni úr líkjör fyrir gasgreiningu**

Útdráttur alkóhóls úr brenndum drykkjum sem innihalda mikið sykurmagn til að hægt sé að ákvarða styrk trans-anetóls með því að nota gasgreiningu með hárpípu.

12.1. Meginregla

Taka skal deiliskammt af líkjörssýninu og bæta í hann innri staðli í styrk sem er svipaður styrk greiniefnisins (trans-anetóls) í líkjörnum. Út í þetta skal bæta tólfvötnuðu natríumfosfati og vatnsfríu ammóníumsúlfati. Samsetta efnið skal hrista vel og kæla, við það myndast tvö lög og er efra alkóhóllagið fjarlæggt. Taka skal deiliskammt af þessu alkóhóli og skal hann þynntur með 45% etanóllausn (4.4) (Ath.: Ekki skal bæta við neinum innri staðli á þessu stigi vegna þess að honum hefur þegar verið bætt við). Lausnin, sem fæst, er greind með gasgreiningu.

12.2. Prófunarefni og efni

Við útdráttinn skal einungis nota prófunarefni með yfir 99% hreinleika.

12.2.1. Ammóníumsúlfat, vatnsfrítt, (CAS 7783-20-2).

12.2.2. Natríumfosfat, tvíbasískt, tólfvatnað, (CAS 10039-32-4).

12.3. Tæki og búnaður

Keiluflooskur, skilflooskur, ísskápur.

12.4. Aðferð

12.4.1. Skimun sýna m.t.t. estragóls

Til að tryggja að estragól sé ekki til staðar í sýninu eins og það kemur fyrir í náttúrunni skal eyðusýni (12.6.2) dregið út og greint án þess að bæta við innri staðli. Ef estragól er til staðar eins og það kemur fyrir í náttúrunni skal velja annan innri staðal.

12.4.2. Útdráttur

Pípla skal 5 ml af 96% af etanóli (4.1) í keilufloosku, vega skal 50 mg af innri staðli og setja í þessa floosku (4.3) og bæta við 50 ml af sýninu. Bæta skal við 12 g af ammóníumsúlfati, vatnsfríu (12.2.1) og 8,6 g af tvíbasísku, tólfvötnuðu natríumfosfati (12.2.2). Setja skal tappa í keiluflooskuna.

Hrista skal flooskuna í a.m.k. 30 mínútur. Nota má vélrænan hristibúnað en ekki teflonhúðaðan segulhræripinna þar sem teflonið gleypir eitthvað af greiniefninu. Veita skal því athygli að viðbætta saltið leysist ekki alveg upp.

Setja skal flooskuna með tapanum í ísskáp (hitastig $< 5\text{ }^\circ\text{C}$) og geyma hana þar í a.m.k. tvær klukkustundir.

Að tveimur tímum liðnum skulu hafa myndast tvö aðgreind vökvalög og leif á föstu formi. Alkóhóllagið á að vera tært en ef svo er ekki skal setja það inn í ísskáp þar til hreinn aðskilnaður hefur náðst.

Þegar alkóhóllagið er orðið tært skal taka varlega deiliskammt (t.d. 10 ml) án þess að trufla vatnslagið, setja hann í gulbrúnt hettuglas og loka því vel.

12.4.3. Tilreiðsla útdregna sýnisins sem á að greina

Leyfa skal útdrættinum (12.4.2) að ná stofuhita.

Taka skal 2 ml af alkóhóllagi af útdregna sýninu við stofuhita og pípla í 20 ml mælifloosku, fylla að merki með 45% etanóli (4.4) og blanda vel.

12.5. Ákvörðun
Fylgja skal aðferðinni eins og henni er lýst í lið 8.5.

12.6. Útreikningur niðurstaðna
Nota skal eftirfarandi formúlu til að reikna út niðurstöðurnar:
 $C_i = (m_s/V) * (flatarmál_i/flatarmál_{is}) * RF_i$

Þar sem:

- m_s er þyngd innri staðals (4.3) (í milligrömmum),
- V er rúmmál óþekkts sýnis (50 ml),
- RF_i er svörunarþáttur (9.1),
- $flatarmál_i$ er flatarmál trans-anetólotopps,
- $flatarmál_{is}$ er flatarmál innri staðalotopps.

Niðurstöðurnar eru settar fram í grömmum á hvern lítra með einum aukastaf.

12.7. Gæðatrygging og gæðaeftirlit
Fylgja skal aðferðinni eins og henni er lýst í framangreindum 11. lið.

13. **Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)**

Tölfræðilegar niðurstöður samanburðarprófunar rannsóknastofa:

í eftirfarandi töflum eru tilgreind gildi fyrir anetól.

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

Ár sem samanburðarannsókn rannsóknastofanna fór fram	1998
Fjöldi rannsóknastofa	16
Fjöldi sýna	10
Greiniefni	anetól

Pastís:

Sýni	A	B	C	D	E	F
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	15	15	15	13	16	16
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	1	1	1	3	—	—
Fjöldi samþykkttra niðurstaðna	30	30	30	26	16	16
Meðalgildi g/l	1,477	1,955	1,940	1,833	1,741	1,754
Endurtekningarnákvæmni (S_r) g/l	0,022	0,033	0,034	0,017	—	—
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _r) (%)	1,5	1,7	1,8	0,9	—	—
Endurtekningarnákvæmismörk (r) (g/l)	0,062	0,093	0,096	0,047	—	—
Endurtekningarnákvæmni (S_r) g/l	0,034	0,045	0,063	0,037	0,058	0,042
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	2,3	2,3	3,2	2,0	3,3	2,4
Samanburðarnákvæmismörk (R) g/l	0,094	0,125	0,176	0,103	0,163	0,119

Tegundir sýna:

- A pastís, tvöföld blindsýni,
- B pastís, tvöföld blindsýni,
- C pastís, tvöföld blindsýni,

- D pastís, tvöföld blindsýni,
 E pastís, tvöföld blindsýni,
 F pastís, tvöföld blindsýni.

Aðrir anisdrykkir, bragðbættir með anisfræjum:

Sýni	G	H	I	J
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	16	14	14	14
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	—	2	1	1
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	32	28	28	28
Meðalgildi g/l	0,778 0,530 (*)	1,742	0,351	0,599
Endurtekningarnákvæmni (S_r) g/l	0,020	0,012	0,013	0,014
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _r) (%)	3,1	0,7	3,8	2,3
Endurtekningarnákvæmismörk (r) (g/l)	0,056	0,033	0,038	0,038
Endurtekningarnákvæmni (S_r) g/l	0,031	0,029	0,021	0,030
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _R) (%)	4,8	1,6	5,9	5,0
Samanburðarnákvæmismörk (R) g/l	0,088	0,080	0,058	0,084

Tegundir sýna:

- G ouzo, tveir styrkleikar (*),
 H anís, tvöföld blindsýni,
 I líkjör, bragðbættur með anisfræjum, tvöföld blindsýni,
 J líkjör, bragðbættur með anisfræjum, tvöföld blindsýni.

VI. GLÝSYRRISÍNSÝRA. ÁKVÖRDUN GLÝSYRRISÍNSÝRU MEÐ ÞVÍ AÐ NOTA HÁGÆÐAVÖKVASKILJUN

1. Gildissvið

Aðferðin hentar við ákvörðun á glýsyrriinsýru í brenndum drykkjum, sem hafa verið bragðbættir með anisfræjum, með því að nota hágæðavökvaskiljun. Í reglugerð (EBE) nr. 1576/89 er tilgreint að brenndur drykkur, bragðbættur með anisfræjum, sem kallast „pastís“, skuli innihalda á bilinu 0,05 og 0,5 g af glýsyrriinsýru í hverjum lítra.

2. Tilvísun í staðla

ISO 3696: 1987 Water for analytical laboratory use - Specifications and test methods.

3. Meginregla

Styrkur glýsyrriinsýru er ákvarðaður með hágæðavökvaskiljun þar sem notað er útfjólublátt ljós við greiningu. Staðallausn og prófunarsýnið eru síuð og sprautuð hvort í sínu lagi inn í hágæðavökvaskiljunarkerfið.

4. Prófunarefni og efni

Við greininguna skal aðeins nota prófunarefni með hreinleika sem krafist er í hágæðavökvaskiljun, hreint etanol og vatn á hreinleikastigi 3 eins og það er skilgreint samkvæmt ISO 3696.

- 4.1. 96% etanól miðað við rúmmál (CAS 64-17-5).
- 4.2. Ammóníumglýsyrriínat, $C_4H_{16}O_6.NH_3$ (Glýsyrriínsýruammóníumsalt)
(Mólíkúlmassi: 839,98)(CAS 53956-04-0): a.m.k. 90% hreinleiki
(Mólíkúlmassi: glýsyrriínsýra 822,94).
- 4.3. Ísedik, CH_3COOH (CAS 64-19-7).
- 4.4. Metanól, CH_3OH (CAS 67-56-1).
- 4.5. 50% etanól miðað við rúmmál.
Fyrir 1000 ml við 20 °C:
— 96% etanól miðað við rúmmál (4.1): 521 ml
— Vatn (2.0): 511 ml.
- 4.6. Tilreiðsla skollausnar fyrir hágæðavöskviljun.
- 4.6.1. Skolleysiefni A (dæmi),
80 hlutar (miðað við rúmmál) af vatni (2.0),
20 hlutar (miðað við rúmmál) af ediksýru (4.3).
Verja skal fimm mínútum í að eyða lofttegundum úr skolleysiefninu.
Aths.: Ef vatn, sem var notað, hefur ekki verið örsíað er ráðlegt að sía tilreidda skolleysiefnið með síu fyrir lífræn leysiefni með holustærð sem er minni eða jafnt og 0,45 μm .
- 4.6.2. Skolleysiefni B
Metanól(4.4).
- 4.7. Tilreiðsla staðalupplausna
Nýjar staðallausnir skulu tilreiddar á tveggja mánaða fresti.
- 4.7.1. Viðmiðunarlausn C
Vega skal 25 mg af ammóníumglýsyrriínati (4.2) með 0,1 mg nákvæmni í 100 ml mæliflösku. Bæta skal við 50% etanóli (4.5) miðað við rúmmál og leysa upp ammóníumglýsyrriínatið. Þegar saltið hefur leyst upp skal fylla að merki með 50% etanóli (4.5) miðað við rúmmál.
Sía skal í gegnum síu fyrir lífræn leysiefni.
- 4.7.2. Staðallausnir eru notaðar til að athuga hver línuleg svörun tækjabúnaðarins er.
Tilreiða skal 1,0 g/l af stofnlausn með því að vege 100 mg af ammóníumglýsyrriínati með 0,1 mg nákvæmni í 100 ml mæliflösku. Bæta skal við 50% etanóli (4.5) miðað við rúmmál og leysa upp ammóníumglýsyrriínatið. Þegar saltið hefur leyst upp skal fylla að merki með 50% etanóli (4.5) miðað við rúmmál.
Tilreiða skal a.m.k. fjórar aðrar lausnir sem samsvara 0,05, 0,1, 0,25 og 0,5 g/l af ammóníumglýsyrriínati með því að pípla 5 ml, 10 ml, 25 ml og 50 ml af 1,0 g/l af stofnlausnum í aðgreindar 100 ml mæliflöskur. Fylla skal að merki með 50% etanóli (4.5) miðað við rúmmál og blanda vel.
Sía skal allar lausnir í gegnum síu fyrir lífræn leysiefni.
5. **Tæki og búnaður**
- 5.1. Skiljukerfi.
- 5.1.1. Hágæðavöskviljunarbúnaður.
- 5.1.2. Dælukerfi sem nær og viðheldur stöðugu eða stýrðu flæði með mikilli nákvæmni.
- 5.1.3. Greinikerfi sem byggist á útfjólublárri litrófsgreiningu: stillt á 254 nm.
- 5.1.4. Kerfi til að eyða lofttegundum úr leysiefni.
- 5.2. Tölvustýrður tegurmælir eða skrásetjari sem er samhæfur hinum þáttum kerfisins.

- 5.3. Súla (dæmi):
Efni: ryðfrítt stál eða gler
Innanmál: 4-5 mm
Lengd: 100 til 250 mm
Stöðufasi: víxltengt kisl með (helst kúptum) oktadekyl, virkum hópi (C18), hámarksagnastærð: 5 μ m.
- 5.4. Búnaður á rannsóknarstofu.
- 5.4.1. Fínvog með 0,1 mg nákvæmni.
- 5.4.2. Mæliflaska úr gleri af hreinleika A.
- 5.4.3. Búnaður til órhimnusiunar fyrir lítið magn.

6. **Skilyrði við skiljun**

- 6.1. Eiginleikar skolonar: (dæmi)
— flæði: 1 ml/mín.,
— leysiefni A = 30%,
— leysiefni B = 70%.
- 6.2. Greining:
— með útfjólubláu ljósi = 254 nm
7. **Aðferð**
- 7.1. Tilreiðsla sýnis úr brenndum drykkjum
Sía skal, ef nauðsyn krefur, í gegnum síu fyrir lífræn leysiefni (þvermál holu: 0,45 μ m).
- 7.2. Ákvörðun
Þegar skilyrði við skiljun eru orðin stöðug skal,
— sprauta inn 20 μ l af viðmiðunarlausn C (4.7.1),
— sprauta inn 20 μ l af sýnislausninni,
— bera saman skiljuritín tvö. Greina skal toppa glýsyrísínsýru með hjálp rástíma þeirra. Mæla skal flatarmál þeirra (eða hæð) og reikna út styrkinn í g/l með tveimur aukastöfum með því að nota eftirfarandi jöfnu:

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

Þar sem:

- c er styrkur í grömmum á lítra af glýsyrísínsýru í brennda drykknum sem er greindur
- C er styrkur í grömmum á lítra af ammóníumglýsyrísínati í viðmiðunarlausninni
- H er flatarmál (eða hæð) glýsyrísínsýrutoppans í viðmiðunarlausninni
- P er hreinleiki viðmiðunarammóníumglýsyrísínatsins (í %)
- 823 er massi eins móls af glýsyrísínsýru
- 840 er massi eins móls af ammóníumglýsyrísínats
8. **Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)**

Tölfræðilegar niðurstöður samanburðarprófunar rannsóknastofa:

í eftirfarandi töflum eru tilgreind gildi fyrir glýsyrísínsýru.

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

Ár sem samanburðarrannsókn
rannsóknastofanna fór fram: 1998
Fjöldi rannsóknastofa 16
Fjöldi sýna: 5
Greiniefni glýsyrrisínsýra

Sýni	A	B	C	D	F
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	13	14	15	16	16
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	3	2	1	—	—
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	26	28	30	32	32
Meðalgildi g/l	0,046	0,092 (*), 0,099	0,089	0,249	0,493
Endurtekningarnákvæmni (S_r) g/l	0,001	0,001	0,001	0,002	0,003
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _r) (%)	1,5	1,3	0,7	1,0	0,6
Endurtekningarnákvæmismörk (r) (g/l)	0,002	0,002	0,002	0,007	0,009
Endurtekningarnákvæmni (S_r) g/l	0,004	0,004	0,004	0,006	0,013
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	8,6	72	4,0	2,5	2,7
Samanburðarnákvæmismörk (R) g/l	0,011	0,019	0,010	0,018	0,037

Tegundir sýna:

- A pastís, tvöföld blindsýni
- B pastís, tveir styrkleikar (*)
- C pastís, tvöföld blindsýni
- D pastís, tvöföld blindsýni
- E pastís, tvöföld blindsýni

VII. KALKONAR. AÐFERÐ HÁGÆÐAVÖKVASKILJUNAR TIL AÐ SANNPÓFA TILVIST KALKONA Í PASTÍS

1. **Gildissvið**
Þessi aðferð hentar við ákvörðun á því hvort kalkonar séu til staðar eða ekki í drykkjum sem eru bragðbættir með anísfræjum. Kalkonar eru náttúruleg litarefni af flavonoidfjölskyldunni og eru til staðar í lakkrísrot (*Glycyrrhiza glabra*).
Til að hægt sé að nefna drykk, sem er bragðbættur með anísfræjum, pastís verður hann að innihalda kalkona (reglugerð (EBE) nr. 1576/89).
2. **Tilvísun í staðla**
ISO 3696: 1987 Water for analytical laboratory use - Forskriftir og prófunaraðferðir.
3. **Meginregla**
Tilreidd er viðmiðunarlausn lakkrísútráttar. Ákvarðað er með hágæðavökvaskiljun, þar sem notað er útfjólublátt ljós við greiningu, hvort kalkonar séu til staðar.
4. **Prófunarefni og efni**
Við greininguna skal nota prófunarefni með hreinleika sem krafist er í hágæðavökvaskiljun. Nota skal 96% etanól miðað við rúmmál. Nota skal vatn á hreinleikastigi 3 eins og það er skilgreint í ISO-staðli 3696.
 - 4.1. 96% etanól miðað við rúmmál (CAS 64-17-5)
 - 4.2. Asetonitríl, CH₃CH (CAS 75-05-8)

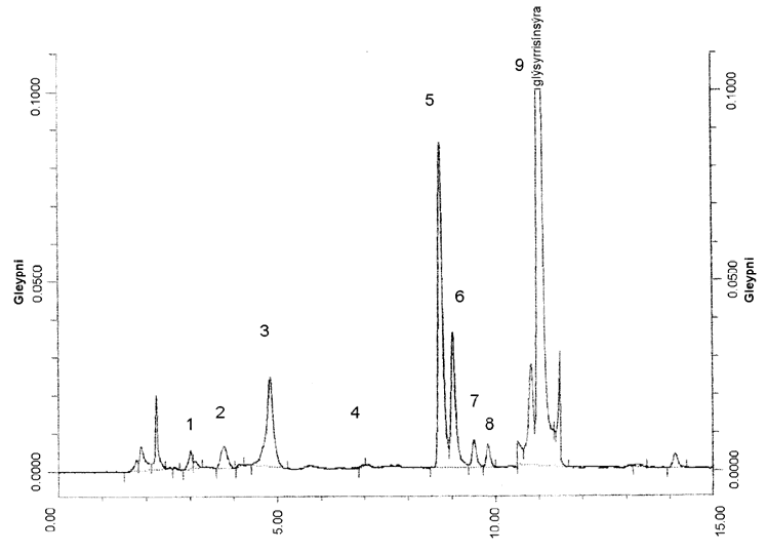
- 4.3. Viðmiðunarefni: *Glycyrrhiza glabra*: (lakkrisrót)
Grófmöluð lakkrisrót (*Glycyrrhiza glabra*). Meðalummál staflaga agna: lengd: 10 til 15 mm, þykkt: 1 til 3 mm.
- 4.4. Natriumasetat, CH₃COONa (CAS 127-09-3)
- 4.5. Ísedik, CH₃COOH (CAS 64-19-7).
- 4.6. Tilreiðsla lausna
- 4.6.1. 50% etanól miðað við rúmmál
Fyrir 1000 ml við 20 °C:
96% etanól miðað við rúmmál (4.1): 521 ml
Vatn (2.0): 511 ml.
- 4.6.2. Leysiefni A: asetonitríl
Asetonitríl (4.2) af hreinleika sem krafist er í hágæðavöskviljun.
Eyða skal öllum lofttegundum
- 4.6.3. Leysiefni B: 0,1 M jafnalausn natriumasetats, pH 4,66.
Vega skal 8,203 g af natriumasetati (4.4), bæta skal við 6,005 g af ísediki (4.5) og fylla að 1000 ml með vatni (2) í mæliflösku.
5. **Tilreiðsla viðmiðunarútdráttar úr *Glycyrrhiza glabra* (4.3)**
- 5.1. Vega skal 10 g af malaðri lakkrisrót (*Glycyrrhiza glabra*) (4.3) og setja í eimingarflösku með kúptum botni.
 - bæta skal við 100 ml af 50% etanóli (4.6.1) miðað við rúmmál,
 - sjóða skal við bakstreymi í eina klukkustund,
 - sía,
 - geyma skal síuvökvann til nota síðar.
- 5.2. Endurheimta skal lakkrisútdráttinn úr síuvökvannum
 - setja skal hann í eimingarflösku með kúptum botni,
 - bæta skal við 100 ml af 50% etanóli (4.6.1) miðað við rúmmál,
 - sjóða skal við bakstreymi í eina klukkustund,
 - sía,
 - geyma skal síuvökvann til nota síðar.
- 5.3. Draga skal lakkrisrótina út þrisvar sinnum í röð.
- 5.4. Sameina skal síuvökvana þrjá.
- 5.5. Láta skal leysiefnafasann (úr lið 5.4) gufa upp í hverfieimi.
- 5.6. Leysa skal leifina (5.5), sem fæst við útdráttinn, upp í 100 ml af 50% etanóli (4.6.1) miðað við rúmmál.
6. **Tæki og búnaður**
- 6.1. Skiljukerfi
- 6.1.1. Hágæðavöskviljunarbúnaður
- 6.1.2. Dælukerfi sem nær og viðheldur stöðugu eða stýrðu flæði við mikinn þrýsting.
- 6.1.3. Hægt er að stilla greinikerfi sem byggist á sýnilegri, útfjólublárri litrófsgreiningu á 254 nm og 370 nm.
- 6.1.4. Kerfi til að eyða lofttegundum úr leysiefni.
- 6.1.5. Hægt er að stilla hita súluofnsins á 40 ± 0,1 °C.
- 6.2. Tölvustýrður tegurmælir eða skrásetjari sem er samhæfur hinum þáttum kerfisins.

- 6.3. Súla
- Efni: ryðfritt stál eða gler
- Innanmál: 4-5 mm
- Stöðufasi: víxltengt kísil með oktadekyl, afleiddum, virkum hóp (C18), agnastærð: í mesta lagi 5 μm (víxltengdur fasi).
- 6.4. Almennur búnaður á rannsóknarstofu, þ.m.t.:
- 6.4.1. fínvog með $\pm 0,1$ mg nákvæmni,
- 6.4.2. eimingarbúnaður með endurstreymisþétti sem samanstendur t.d. af:
- 250 ml flösku með kúptum botni og slíp,
 - 30 cm löngum endurstreymisþétti, og
 - varmagjafa (förðast skal hitavaldandi hvörf í útdráttarefinu með því að nota viðeigandi búnað).
- 6.4.3. Hverfiuppgufunarbúnaður
- 6.4.4. Búnaður við síun (þ.e. Buchner-trekt).
- 6.5. Skilyrði við skiljun (dæmi).
- 6.5.1. Skolunareiginleikar leysiefnis A (4.6.2) og B (4.6.3):
- skipti úr 20/80 (v/v) í 50/50 (v/v) stigul á 15 mínútum,
 - skipti úr 50/50 (v/v) í 75/25 (v/v) stigul á fimm mínútum,
 - jafnmikill styrkur við 75/25 (v/v) í fimm mínútur,
 - stöðugleiki í súlunni á milli innsprautunar,
 - jafnmikill styrkur við 20/80 (v/v) í fimm mínútur,
- 6.5.2. Flæði: 1 ml/mín.,
- 6.5.3. Stilling ísogsnema fyrir útfjólublátt ljós:
- stilla skal nemann á 370 nm til að greina hvort kalkonar séu til staðar og síðan á 254 nm til að greina hvort glýsyrriisýra sé til staðar.
- Atts.:* Breyta skal bylgjulengd (frá 370 nm til 254 nm) 30 sekúndum áður en toppar glýsyrriisýru fara að myndast.
7. **Aðferð**
- 7.1. Tilreiðsla sýnis úr brenndum drykkjum
- Sía skal í gegnum síu fyrir lífræn leysiefni (þvermál holu: 0,45 μm).
- 7.2. Tilreiðsla útdrattar lakkrisleifar (5.6)
- Þynna skal í hlutföllunum 1:10 með 50% etanóli (4.6.1) miðað við rúmmál áður en greining hefst.
- 7.3. Ákvörðun
- 7.3.1. Sprauta skal inn 20 μl af tilreidda lakkrisútdrættinum (7.2). Framkvæma skal greininguna með því að nota skilyrði við skiljun sem er lýst hér að framan (6.5).
- 7.3.2. Sprauta skal inn 20 μl af sýninu (7.1) (sýni af brenndum drykkjum, bragðbætt með anisfræjum). Framkvæma skal greininguna með því að nota skilyrði við skiljun sem er lýst hér að framan (6.5).
- 7.3.3. Bera skal saman skiljunitin tvö. Endasvæði kalkonanna á skiljunitunum tveimur skal vera mjög svipað (við greiningu við 370 nm samkvæmt greiningarskilyrðum sem lýst er hér að framan) (sjá mynd 1).

8. **Hefðbundið skiljurit fyrir pastís**

Mynd 1

Skiljurit sem fengið er með aðferð sem lýst er hér að framan þar sem sýnt er að kalkonar séu til staðar í pastís. 1. til 8. toppur eru kalkonar og 9. toppur er glýsýrisinsýra.



9. **Gæðafæribreytur aðferðarinnar (samkvæmni)**

Niðurstöður samanburðarprófunar rannsóknastofa:

Í eftirfarandi töflu er niðurstaða greiningar á því hvort kalkonar séu til staðar eða ekki í pastís og brenndum drykkjum, bragðbættum með anisfræjum.

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

Ár sem samanburðarannsókn

rannsóknastofanna fór fram: 1998

Fjöldi rannsóknastofa 14

Fjöldi sýna: 11

Greiniefni kalkonar

Sýni	A	B	C	D	E	F
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	14	14	14	14	14	13
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	—	—	—	—	—	1 (*)
Fjöldi samþyktra niðurstaðna	28	14	14	28	28	26
Fjöldi niðurstaðna þar sem kalkonar eru til staðar	28	14	14	0	28	0
Fjöldi niðurstaðna þar sem kalkonar eru ekki til staðar	0	0	0	28	0	26
Hundraðshlutfall réttra niðurstaðna (%)	100	100	100	100	100	100

(*) Ósamræmi á milli tveggja blindsýna stafar af villu í sýnatöku

Sýni	G	H	I	J	K
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	14	14	14	14	14
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	—	—	—	—	—
Fjöldi samþykkttra niðurstaðna	28	14	14	28	28
Fjöldi niðurstaðna þar sem kalkonar eru til staðar	0	0	0	0	0
Fjöldi niðurstaðna þar sem kalkonar eru ekki til staðar	28	14	14	28	28
Hundraðshlutfall réttra niðurstaðna (%)	100	100	100	100	100

Tegundir sýna:

- A pastís, tvöföld blindsýni,
- B pastís, tvöföld blindsýni,
- C pastís, tvöföld blindsýni,
- D „pastís“ (inniheldur ekki kalkona), tvöföld blindsýni,
- E „pastís“ (inniheldur ekki kalkona), tvöföld blindsýni,
- F líkjör, bragðbættur með anisfræjum (inniheldur ekki kalkona), tvöföld blindsýni,
- G líkjör, bragðbættur með anisfræjum (inniheldur ekki kalkona), tvöföld blindsýni,
- H ouzo (inniheldur ekki kalkona), eitt sýni,
- I ouzo (inniheldur ekki kalkona), eitt sýni,
- J anís (inniheldur ekki kalkona), tvöföld blindsýni,
- K „pastís“ (inniheldur ekki kalkona), tvöföld blindsýni.

IX. EGGJARAUDA. ÁKVÖRDUN Á STYRK EGGJARAUÐU Í BRENDUM DRYKKJUM - LJÓSMÆLINGAÁÐFERÐ

1. Gildissvið

Þessi aðferð er hentug til að ákvarða styrk eggjarauðu á bilinu 40 til 250 g/l í eggjalíkjör og líkjör með eggjum.

2. Tilvísun í staðla

ISO 3696: 1897 Water for analytical laboratory use – Specifications and test methods.

3. Meginregla

Etanóluppleystu fosfórefnasamböndin, sem fundust í eggjarauðu, eru dregin út og magngreind með ljósmælingaraðferð sem samsett efnasamband úr fosfór og mólýbdati.

4. Prófunarefni og efni

- 4.1. Tveímað vatn
- 4.2. Kísilgúr
- 4.3. 96% etanól miðað við rúmmál (CAS 64-17-5)
- 4.4. 15% magnesíumasetatlausn (CAS 16674-78-5)
- 4.5. 10% brennisteinssýra (CAS 7664-93-9)

- 4.6. 1 N brennisteinssýra.
- 4.7. 0,16 g/l kalíumdívetnisfosfat (CAS 778-77-0), KH_2PO_4 -lausn
- 4.8. **Prófunarefni til að ákvarða fosfat**
 leysa skal 20 g af ammóníummólybdati (CAS 12054-85-2), $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ upp í 400 ml af vatni við 50°C,
 leysa skal upp í öðru íláti 1 g af ammóníumvanadati (CAS 7803-55-6), NH_4VO_3 , í 300 ml af heitu vatni, og það látið kólna, síðan er bætt út í 140 ml af styrktri saltpéturssýru (CAS 7697-37-2). Sameina skal kældu lausnirnar í 1000 ml mæliflösku og fylla að 1000 ml merkinu.
5. **Tæki og búnaður**
- 5.1. 100 ml keilufaska
- 5.2. Úthljóðsbað (eða segulhræribúnaður)
- 5.3. 100 ml mæliflaska
- 5.4. 20 °C vatnsbað
- 5.5. Sía (Whatman nr. 4 eða sambærileg)
- 5.6. Postulinsdeigla (eða platinudeigla)
- 5.7. Sjóðandi vatnsbað
- 5.8. Hitaplata
- 5.9. Glæðiofn
- 5.10. 50 ml mæliflaska
- 5.11. 20 ml mæliflaska
- 5.12. Litrófsmælir stilltur á 420 nm
- 5.13. 1 cm kúvetta.
6. **Sýni**
 Sýni eru geymd við stofuhita áður en greining fer fram.
7. **Aðferð**
- 7.1. Tilreiðsla sýnis
- 7.1.1. Vega skal 10 g af sýni í 100 ml keilufloösku (5.1).
- 7.1.2. Bæta skal við jafnt og þétt 70 ml af etanóli (4.3) í smáum skömmtum, hringsnúa skal flöskunni við hverja viðbót og setja hana í úthljóðsbað (5.2) í 15 mínútur (eða hræra í blöndunni með segulhræribúnaði (5.2) í 10 mínútur við stofuhita).
- 7.1.3. Flytja skal innihald flöskunnar yfir í 100 ml mæliflösku (5.3) með því að skola með etanóli (4.3). Fylla skal að kvarðamerkinu með etanóli (4.3) og setja flöskurnar í 20 °C vatnsbað (5.4). Fylla skal að kvarðamerkinu við 20 °C.
- 7.1.4. Bæta skal við litlu magni af kísilgúr (4.2), sía (5.5) og hella niður fyrstu 20 ml.
- 7.1.5. Flytja skal 25 ml af síuvökva yfir í postulinsdeiglu (eða platinudeiglu) (5.6). Síuvökvinn skal þykktur með vægri uppgufun í sjóðandi vatnsbaði (5.7), bæta skal við 5 ml af 15% af magnesíumasetatlausn (4.4).
- 7.1.6. Setja skal deiglu á hitaplötu (5.8) og hita þær þar til síuvökvinn hefur þornað.
- 7.1.7. Brenna skal leifina til ösku þar til hún verður að hvítri glóð við 600 °C í glæðiofni (5.9) í a.m.k. eina og hálf klukkustund eða yfir nótt.
- 7.1.8. Leysa skal öskuna upp í 10 ml af 10% brennisteinssýru (4.5) og flytja hana yfir í mæliflösku (5.10) með því að skola með eimuðu vatni, fylla skal upp að merkinu með eimuðu vatni (4.1) við stofuhita. Nota skal 5 ml deiliskammt af þessari öskulausn til að undirbúa sýnislögn þar sem fosfat er magngreint með ljósmælingaraðferð.
- 7.2. **Magngreining fosfats með ljósmælingaraðferð**
- 7.2.1. **Viðmiðunarlausn**
- 7.2.1.1. Setja skal 10 ml af 10% brennisteinssýru (4.5) í 50 ml mæliflösku (5.10) og fylla að merkinu með eimuðu vatni (4.1).

- 7.2.1.2. Bæta skal 1 ml af 1 N brennisteinssýru (4.6) og 2 ml af fosfatprófunarefni (4.8) við 5 ml deiliskammt þessarar lausnar (7.2.1.1) í 20 ml mæliflösku (5.11) og fylla að 20 ml merkinu með eimuðu vatni (4.1).
- 7.2.1.3. Loka skal flöskunni með lauslega ísettum tappa, hrista hana og hita í sjóðandi vatnsbaði (5.7) í 10 mínútur, kæla hana síðan í 20 °C vatnsbaði (5.4) í 20 mínútur.
- 7.2.1.4. Fylla skal 1 cm kúvettu (5.13) með þessari viðmiðunarlausn.
- 7.2.2. Sýnislausn
- 7.2.2.1. Bæta skal 1 ml af 1 N brennisteinssýru (4.6) og 2 ml af fosfatprófunarefni (4.8) við 5 ml deiliskammt öskulausnarinnar (7.1.8) í 20 ml mæliflösku (5.11) og fylla að 20 ml merkingu með eimuðu vatni (4.1).
- 7.2.2.2. Loka skal flöskunni með lauslega ísettum tappa, hrista hana og hita í sjóðandi vatnsbaði (5.7) í 10 mínútur, kæla hana síðan í 20 °C vatnsbaði (5.4) í 20 mínútur.
- 7.2.2.3. Gula lausnin, sem myndast, er greind þegar í stað með litrófsgreiningu (5.12) í 1 cm kúvettu (5.13) við 420 nm miðað við viðmiðunarlausnina (7.2.1.4).
- 7.2.3. Kvörðunarferill
- 7.2.3.1. Til að búa til kvörðunarferil fyrir lausnina skal bæta 2 ml deiliskömmtum af fosfatprófunarefni (4.8) í 20 ml mæliflöskur (5.11) þar sem hver þeirra inniheldur 1 ml af 1 N brennisteinssýru (4.6) og 0, 2, 4, 6, 8 og 10 ml af kalíumdihýdrógenfosfatlausn (4.7) og fylla að 20 ml merkinu með eimuðu vatni (4.1).
- 7.2.3.2. Loka skal flöskunni með lauslega ísettum tappa, hrista hana og hita í sjóðandi vatnsbaði (5.7) í 10 mínútur, kæla hana síðan í 20 °C vatnsbaði (5.4) í 20 mínútur og greina lausnina með litrófsmælingu (5.12) í 1 cm kúvettu (5.13) við 420 nm miðað við viðmiðunarlausnina (7.2.1.4).
- 7.2.3.3. Gerð kvörðunarkúrfunnar:

dihýdrógenfosfatlausn (ml)	0	2	4	6	8	10
P205 (mg)	0	0,167	0,334	0,501	0,668	0,835

8. Framsetning niðurstaðna

Innihald eggjarauðu í g/l er reiknað út með eftirfarandi formúlu:

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

þar sem:

110 er breytistuðull fyrir heildarmagn af P₂O₅ í g í 100 g af eggjarauðu,

mg P₂O₅ er gildi ákvarðað úr kvörðunarkúrfunni,

þéttleiki er massi á rúmmálseiningu (g/ml) af líkjör sem byggist á eggjum við 20 °C,

E þyngd líkjörs sem byggist á eggjum í g,

40 er þynningarstuðull fyrir 5 ml deiliskammt af öskulausn.

9. Gæðafæríbreytur aðferðarinnar (samkvæmni)

Tölfraðilegar niðurstöður úr samanburðarprófun rannsóknarstofa: í eftirfarandi töflu eru sýnd gildi fyrir eggjarauðu.

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

Ár sem samanburðarannsókn rannsóknastofanna fór fram:

1998	
Fjöldi rannsóknastofa	24
Fjöldi sýna:	5
Greiniefni	Eggjarauða

Sýni	G	H	I	J	K
Fjöldi rannsóknastofa að undanskildum rannsóknastofum sem sýndu frávik í niðurstöðum	19	20	22	20	22
Fjöldi rannsóknastofa sem sýndu frávik í niðurstöðum	3	4	2	4	2
Fjöldi samþykktra niðurstaðna	38	40	44	40	44
Meðalgildi	147,3	241,1	227,4	51,9 (*) 72,8 (*)	191,1
Endurtekningarnákvæmni (S _i) g/l	2,44	4,24	3,93	1,83	3,25
Hlutfallsleg endurtekningarnákvæmni (RSD _i) (%)	1,7	1,8	1,8	2,9	1,7
Endurtekningarnákvæmismörk (r) (g/l)	6,8	11,9	11,0	5,1	9,1
Endurtekningarnákvæmni (S _R) g/l	5,01	6,06	6,66	3,42	6,87
Hlutfallsleg samanburðarnákvæmni (RSD _R) (%)	3,4	2,5	2,9	5,5	3,6
Samanburðarnákvæmismörk (R) g/l	14,0	17,0	18,7	9,6	19,2

Tegundir sýna:

- A Advocaat, tvöföld blindsýni,
- B Advocaat, tvöföld blindsýni,
- C Advocaat, tvöföld blindsýni,
- D Advocaat (þynntur), tveir styrkleikar (*),
- E Advocaat, tvöföld blindsýni.

Fylgiskjal 4.**ÁKVÖRDUN SAMEIGINLEGU EES-NEFNDARINNAR
nr. 44/2003**

2003/EES/39/06

frá 16. maí 2003

**um breytingu á II. viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og vottun)
við EES-samninginn**

SAMEIGINLEGA EES-NEFNDIN HEFUR,

,, eins og henni var breytt með:

með hliðsjón af samningnum um Evrópska efnahagssvæðið, eins og hann var aðlagður með bókun um breytingu á samningnum um Evrópska efnahagssvæðið, er nefnist hér á eftir samningurinn, einkum 98. gr.,

- **32002 R 2091**: Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2091/2002 frá 26. nóvember 2002 (Stjtið. EB L 322, 27.11.2002, bls. 11).“

2. gr.

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

Texti reglugerðar (EB) nr. 2091/2002 á íslensku og norsku, sem verður birtur í EES-viðbæti við *Stjórnartíðindi Evrópusambandsins*, telst fullgiltur.

3. gr.

1) II. viðauka við samninginn var breytt með ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 92/2001 frá 13. júlí 2001 ⁽¹⁾.

Ákvörðun þessi öðlast gildi hinn 17. maí 2003, að því tilskildu að allar tilkynningar samkvæmt 1. mgr. 103. gr. samningsins hafi verið sendar sameiginlegu EES-nefndinni (*).

2) Reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2091/2002 frá 26. nóvember 2002 um breytingu á reglugerð (EB) nr. 2870/2000 um tilvísunaraðferðir bandalagsins fyrir greiningu brenndra drykkja ⁽²⁾ skal felld inn í samninginn.

4. gr.

ÁKVEDIÐ EFTIRFARANDI:

Ákvörðun þessi skal birt í EES-deild *Stjórnartíðinda Evrópusambandsins* og EES-viðbæti við þau.

1. gr.

Eftirfarandi bætist við í 8. lið (reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 2870/2000) í XXVII. kafla II. viðauka við samninginn:

Gjört í Brussel 16. maí 2003.

Fyrir hönd sameiginlegu EES-nefndarinnar

P. Westerlund

formaður

B-deild – Útgáfud.: 29. október 2007

⁽¹⁾ Stjtið. EB L 251, 20.9.2001, bls. 18 og EES-viðbætur við Stjtið. EB nr. 47, 20.9.2001, bls. 5.

⁽²⁾ Stjtið. EB L 322, 27.11.2002, bls. 11.

^(*) Engin stjórnskipuleg skilyrði gefin til kynna.