

tim što oni moraju biti istovjetni po sastavu i jednaki po masi.

- (2) Fizička ili pravna osoba od koje se uzima uzorak ima pravo tražiti još jedan uzorak koji ostaje kod nje.

Članak 6.

(Pakiranje uzorka)

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

Članak 7.

(Broj uzoraka)

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

Tablica 1.

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

Uzorak mora biti dostatan za provođenje analize.

Članak 8.

(Primjerak uzorka)

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

Članak 9.

(Zapisnik uzorkovanja)

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

III. REFERENTNE FIZIKALNO-KEMIJSKE METODE ANALIZE

Članak 10.

(Vrste metoda)

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

- određivanje kalkona metodom tekućinske kromatografije visoke djelotvornosti;
- određivanje koncentracije žumanjka fotometrijskom metodom;
- određivanje hlapive kiseline;
- određivanje cijanovodične kiseline;
- određivanje ukupnih šećera.

- (2) Dopusnene su i druge analitičke metode, pod uvjetom da su točnost i preciznost (ponovljivost i obnovljivost) metoda ekvivalentni onima dobivenima primjenom referentnih analitičkih metoda danih u Aneksu I.
- (3) Aneksi I., II., III., IV. i V. sastavnim su dijelom ovoga pravilnika.

Članak 11.

(Druge analitičke metode)

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

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

IV. PRIJELAZNE I ZAVRŠNE ODREDBE

Članak 12.

(Iznimke od primjene)

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

Članak 13.

(Službena kontrola i inspeksijski nadzor)

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

Članak 14.

(Prestanak važenja propisa)

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

Članak 15.

(Prijelazne i završne odredbe)

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

Članak 16.

(Stupanje na snagu)

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

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

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

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

Referentna metoda uključuje dva dodatka:

Dodatak I.: Priprema destilata

Dodatak II.: Mjerenje gustoće destilata

1. Područje primjene

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

2. Referentni standardi

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

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

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

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

3.2. Gustoća:

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

3.3. Relativna gustoća:

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

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

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

gdje je 998,203 gustoća vode na 20 °C.

3.4. Stvarna alkoholna jakost:

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

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

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

Jednadžba za pretvorbu:

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

gdje je AJM = alkoholna jakost po masi
 $\rho_{20}(\text{alkohola}) = 789,24 \text{ kg/m}^3$

4. Princip

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

DODATAK I. PRIPREMA DESTILATA

1. Područje primjene

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

2. Princip

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

3. Reagensi

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

4. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

- 4.1. Vodena kupelj koja može održavati temperaturu između 10 i 15 °C.
- 4.2. Vodena kupelj koja može održavati temperaturu na 20 °C ($\pm 0,2$ °C).
- 4.2. Odmjerne tikvice klase A, od 100 ml i 200 ml, koje su umjerene na 0,1% odnosno na 0,15%.
- 4.3. Aparatura za destilaciju:
 - 4.3.1. Opći zahtjevi
Aparatura za destilaciju mora ispunjavati sljedeće zahtjeve:
 - broj spojeva ne smije biti veći od strogo određenog minimuma potrebnog za osiguranje nepropusnosti sustava;
 - uključanje uređaja namijenjenog za sprečavanje burnog vrenja (gubitak vrele tekućine isparavanjem) i radi reguliranja brzine destilacije para bogatih alkoholom;
 - brza i potpuna kondenzacija alkoholnih para;
 - skupljanje prvih frakcija destilacije u vodenom mediju.Izvor topline mora se koristiti uz odgovarajući difuzor topline da se spriječe sve pirogene reakcije u ekstraktu.
 - 4.3.2. Primjer prikladne aparature za destilaciju dan je na Slici 1. i uključuje sljedeće dijelove:

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

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

5. Skladištenje uzoraka za testiranje

Uzorci se skladište na sobnoj temperaturi prije analize.

6. Postupak

Uvodna napomena:

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

6.1. Provjera aparature za destilaciju.

Aparatura koja se koristi mora imati sljedeća svojstva:

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

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

Odmjeri se 200 ml alkoholnog pića u odmjernu tikvicu.

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

Uzorak se izlije u tikvicu s okruglim dnom aparature za destilaciju, a odmjerena tikvica ispere se s tri alikvota, od kojih svaki sadrži približno 20 ml destilirane vode. Svaki alikvot vode za ispiranje doda se sadržaju destilacijske tikvice.

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

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

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

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

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

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

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

Odmjerena tikvica ispere se nekoliko puta destiliranom vodom i taj se sadržaj dodaje sadržaju destilacijske tikvice s okruglim dnom. Mora se koristiti dovoljno vode da sadržaj tikvice

dosegne približno 230 ml.

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

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

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

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

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

DODATAK II.

MJERENJE GUSTOĆE DESTILATA

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

1. Princip

Alkoholna jakost dobiva se iz gustoće destilata izmjerene piknometrijom.

2. Reagensi

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

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

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

3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

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

3.2. Termometar, sa spojem od brušenog stakla, kalibriran na desetinke stupnja od 10 do 30 °C.

Taj se termometar mora umjeriti ili provjeriti u odnosu na umjereni termometar.

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

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

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

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

4. Postupak

Uvodne napomene:

Sljedeći postupak opisan je za uporabu piknometra za određivanje alkoholne jakosti; daje najveću točnost. Međutim, također je moguće rabiti manji piknometar, primjerice od 50 ml.

4.1. Umjeravanje piknometra

Piknometar se umjerava određivanjem sljedećih parametara:

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

4.1.1. Umjeravanje uporabom vage s jednom pliticom:

Odredi se:

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

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

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

4.1.1.3. Izvaži se tara posuda (T0).

4.1.1.4. Izračun

- Tara praznog piknometra = P – m

gdje je m masa zraka u piknometru.

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

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

- Volumen piknometra na 20 °C:

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

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

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

- Masa vode u piknometru na 20 °C:

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

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

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

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

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

4.1.2.3. Izračun

- Tara praznog piknometra = p + m

gdje je m masa zraka u piknometru.

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

- Volumen piknometra na 20 °C:

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

gdje je F_t faktor za temperaturu $t\text{ }^{\circ}\text{C}$ iz Aneksa IV.

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

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

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

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

4.2. Određivanje alkoholne jakosti testnog uzorka

4.2.1. Uporaba vage s jednom pliticom.

4.2.1.1. Izvaži se tara posuda, težina T_1 .

4.2.1.2. Izvaži se piknometar s pripremljenim destilatom (vidi Dodatak I.), P_2 je njegova težina na $t\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.2.1.3. Izračun

$$- dT = T_1 - T_0$$

– Masa praznog piknometra u trenutku mjerenja

$$= P - m + dT$$

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

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

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

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

– Gustoća na $t\text{ }^{\circ}\text{C}$ izrazi se u kilogramima po m^3 množenjem $\rho_{t\text{ }^{\circ}\text{C}}$ s 1 000, vrijednost koja je poznata kao ρ_t .

– ρ_t se korigira na $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ korištenjem tablice gustoća ρ_t za mješavinu voda-alkohol koja je dana u Aneksu V.

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

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

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

4.2.1.4. Rezultat

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

Tablica koja navodi vrijednost alkoholne jakosti (% vol.) na $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ kao funkciju gustoće na $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ mješavine voda-alkohol dana je u Aneksu II.

4.2.2. Metoda uz uporabu vage s jednom pliticom

4.2.2.1. Izvaži se piknometar s pripremljenim destilatom (vidi I. dio), p'' je masa na $t\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.2.2.2. Izračun

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

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

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

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

– Gustoća na $t\text{ }^{\circ}\text{C}$ izrazi se u kilogramima po m^3 i korigira se temperatura radi izračuna alkoholne jakosti na $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, kao što je ranije navedeno kod uporabe vage s jednom pliticom.

5. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

5.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja

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

Godina medulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 20

Broj uzoraka:	6
---------------	---

[illegible]

C = whisky; dvostruke slijepe probe.

D = grapa; razina razdiobe (*).

E = akvavit; razina razdiobe (*).

F = rum; razina razdiobe (*).

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

1. Princip

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

2. Reagensi

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

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

3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

- 3.1. Digitalni denzimetar
Elektronski denzimetar za obavljanje takvih mjerenja mora moći izraziti gustoću u g/ml na 5 decimalnih mjesta.
Napomena 1: Denzimetar mora biti smješten na savršeno stabilnom stalku koji je izoliran od svih vibracija.
- 3.2. Regulacija temperature
Rad denzimetra je valjan samo ako je mjerni modul spojen s ugrađenim regulatorom temperature koji može postići stabilnost temperature od $\pm 0,02$ °C ili bolju.
Napomena 2: Precizno podešavanje i praćenje temperature u mjernom modulu vrlo su važni jer pogreška od 0,1 °C može dovesti do varijacije u gustoći od približno 0,1 kg/m.
- 3.3. Šprica za injektiranje uzorka ili automatski uzorkivač.

4. Postupak

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

4.2. Određivanje gustoće uzorka

4.2.1. Ako je potrebno, prije mjerenja modul se očisti acetonom ili apsolutnim alkoholom i osuši suhim zrakom. Ispere se uzorkom.

4.2.2. Uzorak se injektira u modul (s pomoću šprice ili automatskog uzorkivača) tako da je modul potpuno napunjen. Tijekom postupka punjenja mora se paziti da se potpuno uklone mjehurići zraka. Uzorak mora biti homogen i ne smije sadržavati krute čestice. Sve suspendirane čestice trebaju se ukloniti filtracijom prije analize.

4.2.3. Kada se vrijednost očitavanja stabilizira, zabilježi se gustoća 20 ili alkoholna jakost prikazana na denzimetru.

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

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

5. Karakteristike provođenja metode (preciznost)**5.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja**

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 16

Broj uzoraka: 6

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

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

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

1. Princip

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

2. Reagensi

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

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

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

3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

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

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

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

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

3.5. Utezi, koje je kalibriralo priznato certificirano tijelo.

Napomena 1: Uporaba vage s dvije plitice također je moguća sukladno međunarodno valjanim metodama.

4. *Postupak*

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

4.1. Kalibriranje vage

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

4.2. Kalibriranje plovka

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

4.2.2. Urone se plovak i termometar, promiješa se, očita gustoća tekućine s uređaja te, ako je potrebno, ispravi očitana vrijednost tako da bude jednaka vrijednosti vode pri mjerenju temperature.

4.3. Provjera korištenjem otopine voda-alkohol

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

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

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

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

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

4.4.2. Urone se plovak i termometar, promiješa se i očita gustoća tekućine (ili alkoholna jakost ako je to moguće) s uređaja. Zabilježi se temperatura ako je gustoća mjerena na t °C (P_t).

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

4.5. Čišćenje plovka i mjernog cilindra

4.5.1. Plovak se uroni u otopinu za čišćenje plovka u mjernom cilindru.

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

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

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

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

4.6. Rezultat

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

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

5. *Karakteristike provođenja metode (preciznost)*

5.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja

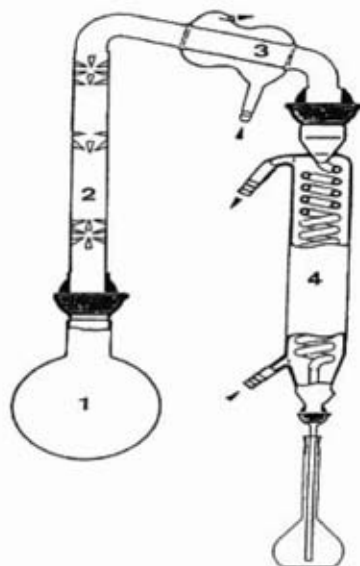
Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem provođenja metode, koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

D = grapa; razina razdiobe (*).

E = akvavit; razina razdiobe (*).

F = rum; razina razdiobe (*).



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

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

II. ODREĐIVANJE UKUPNOG SUHOG EKSTRAKTA U ALKOHOLNIM PIĆIMA GRAVIMETRIJOM

1. Područje primjene

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

2. Referentni standardi

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

3. Definicija

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

4. Princip

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

5. Aparature i pribor

- 5.1. Cilindrična posuda za isparavanje s ravnim dnom promjera 55 mm.
- 5.2. Kipuća vodena kupelj.
- 5.3. Pipeta od 25 ml, klase A.
- 5.4. Sušionik.
- 5.5. Eksikator.
- 5.6. Analitička vaga s preciznošću od 0,1 mg.

6. Uzorkovanje i uzorci

Uzorci se čuvaju na sobnoj temperaturi prije analize.

7. Postupak

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

Broj laboratorija: 10
Broj uzoraka: 4

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

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

III. ODREĐIVANJE HLAPIVIH KOMPONENATA I METANOLA U ALKOHOLNIM PIĆIMA

III.1. OPĆE NAPOMENE

1. Definicije

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

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

Sljedeće metode su konvencionalne metode za mjerenje hlapivih spojeva:

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

2. Analiza hlapivih spojeva plinskom kromatografijom

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

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

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

1. Područje primjene

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

2. Referentni standardi

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

3. Definicija

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

4. Princip

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

5. Reagensi

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

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

- 5.5. Prihvatljivi interni standardi: pentan-3-ol (CAS 584-02-1), pentan-1-ol (CAS 71-41-0), 4-metilpentan-1-ol (CAS 626-89-1) ili metil nonanoat (CAS 1731-84-6).
- 5.6. 2-metilbutan-1-ol (CAS 137-32-6).
- 5.7. 3-metilbutan-1-ol (CAS 123-51-3).
- 5.8. Etil acetat (CAS 141-78-6).
- 5.9. Butan-1-ol (CAS 71-36-3).
- 5.10. Butan-2-ol (CAS 78-92-2).
- 5.11. Acetaldehid (CAS 75-07-0).
- 5.12. Acetal (CAS 105-57-7).
- 5.13. 40 % V/V otopina etanola
 Za pripremu 400 ml/l otopine etanola ulije se 400 ml etanola (5.1.) u odmjernu tikvicu od 1 litre, nadopuni se do oznake destiliranom vodom oznake i promiješa.
- 5.14. Priprema i skladištenje standardnih otopina (postupak koji se koristi za validiranu metodu). Sve standardne otopine moraju se skladištiti na $< 5^{\circ}\text{C}$ i pripremati se svježe jednom mjesečno. Mase komponenata i otopina moraju se zaokružiti na 0,1 mg.
- 5.14.1. Standardna otopina – A
 Otipetiraju se sljedeći reagensi u odmjernu tikvicu od 100 ml, koja sadrži približno 60 ml otopine etanola (5.13.) kako bi se smanjilo isparavanje komponenata, nadopuni se do oznake otopinom etanola i dobro promiješa. Zabilježi se težina tikvice, svake dodane komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

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

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

5.14.2. Standardna otopina – B

Otipetira se 3 ml pentan-3-ola ili drugog odgovarajućeg internog standarda (5.5.) u odmjernu tikvicu od 100 ml, koja sadrži približno 80 ml otopine etanola (5.13.), nadopuni se do oznake otopinom etanola i dobro promiješa.
 Zabilježi se težina tikvice, težina pentan-3-ola ili drugog internog standarda i ukupna konačna težina sadržaja.

5.14.3. Standardna otopina – C

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

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

5.14.4. Standardna otopina – D

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

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

5.14.5. Standardna otopina – E

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

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

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

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

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

5.14.7. Otopina standarda za provjeru rada sustava (QC)

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

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

6. Aparatura

6.1. Uredaj za mjerenje gustoće i alkoholne jakosti.

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

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

6.4. Kolona plinskog kromatografa koja može odvajati analite tako da je najmanja rezolucija između pojedinačnih komponenti (osim 2-metilbutan-1-ola i 3-metilbutan-1-ola) barem 1,3.

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

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

Plin nositelj i tlak: helij (135 kPa)

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

Temperatura injektora: 150 °C

Temperatura detektora: 250 °C

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

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

Plin nositelj i tlak: helij (65 kPa)

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

Temperatura injektora: 260 °C

Temperatura detektora: 300 °C

Volumen injektiranja: 1 µl, split 55 : 1

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

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

Temperatura injektora: 65 °C

Temperatura detektora: 200 °C

Volumen injektiranja: 1 µl.

7. Uzorkovanje i uzorci

7.1. Laboratorijski uzorak

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

8. Postupak (koji se koristi za validiranu metodu)

8.1. Dio testa

8.1.1. Izvaži zatvorena posuda za vaganje i zabilježi težina.

8.1.2. Otpipetira se 9 ml laboratorijskog uzorka u posudu i zabilježi težina (m_{uzorka}).

8.1.3. Doda se 1 ml standardne otopine E (5.14.5.) i zabilježi težina (m_{IS}).

8.1.4. Testni materijal dobro se promućka (najmanje 20 puta). Uzorci moraju biti skladišteni na manje od 5 °C prije analize radi smanjivanja gubitka hlapljenjem.

8.2. Slijepa proba

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

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

8.2.3. Doda se 1 ml standardne otopine E (5.14.5.) i zabilježi težina.

8.2.4. Testni materijal dobro se promućka (najmanje 20 puta). Uzorci moraju biti skladišteni na manje od 5 °C prije analize radi smanjivanja gubitka hlapljenjem.

8.3. Uvodni test

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

8.4. Kalibriranje

Kalibriranje se mora provjeriti primjenom sljedećeg postupka. Provjerava se linearnost odziva detektora sukcesivnom analizom svake otopine standarda za provjeru linearnosti (5.14.6.) koja sadrži interni standard (IS) u triplikatu. Iz površina pika integratora ili visina pika za svako injektiranje izračuna se omjer R za svaki srodni spoj i izradi grafički prikaz R u odnosu na omjer koncentracije srodnog spoja i internog standarda (IS), C. Treba se dobiti linearna krivulja, s koeficijentom korelacije od najmanje 0,99.

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

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

8.5. Određivanje

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

9. Izračun

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

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

9.1. Izračun faktora odziva detektora.

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

(1) Faktor odziva detektora =

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

Gdje je:

IS = interni standard;

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

Konc. IS = koncentracija internog standarda u otopini C.

9.1.2. Analiza uzorka

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

(2) Koncentracije srodnih spojeva (eg/g) =

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

Gdje je:

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

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

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

RF = faktor odziva detektora izračunat korištenjem jednadžbe 1.

9.1.3. Analiza otopine standarda za provjeru rada sustava

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

(3) % iskorištenja uzorka za provjeru rada sustava =

Koncentracija analita u standardu za provjeru rada sustava

$$\text{Koncentracija analita u otopini } D \times 100$$

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

9.2. Konačni prikaz rezultata

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

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

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

Gdje je:

ρ = gustoća u kg/m^3 .

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

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

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

11. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

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

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: etanal

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

				13,8(*)	52,2(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Granica ponovljivosti (r) µg/g	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) µg/g	12	14	22	6,8	8,9
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Granica obnovljivosti (R) µg/g	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1
Vrste uzoraka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = whisky; razine razdiobe (*). E = rum; razine razdiobe (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: etil acetat

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

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: acetal

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

				)	)
Standardna devijacija ponovljivosti (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD_r) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD_R) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = whisky; razine razdiobe (*). E = rum; razine razdiobe (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: ukupni etanal

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

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: metanol

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

µg/g				61,5(*)	28,9(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	4,4	27	22	1,5	1,3
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Granica ponovljivosti (r) µg/g	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) µg/g	13	99	60	4,5	2,8
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Granica obnovljivosti (R) µg/g	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = whisky; razine razdiobe (*). E = rum; razine razdiobe (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 4

Analit: butan-2-ol

Uzorci	A	B	C	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	21	27	29	22
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	4	3	1	3
Broj prihvaćenih rezultata	42	54	58	44
Srednja vrijednost (x̄) µg/g	5,88	250,2	27,57	5,83 14,12(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	0,40	2,20,87	0,64	

Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. E = rum; razine razdiobe (*).				

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: propan-1-ol

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	29	27	27	29	29
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	2	4	3	2	2
Broj prihvaćenih rezultata	58	54	54	58	58
Srednja vrijednost ($\bar{x}$) $\mu\text{g/g}$	86,4	3 541	159, 1	272,1 229,3(*)	177,1 222,1(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Relativna standardna	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 3

Analit: butan-1-ol

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

Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSDR) (%)	15,7	9,8	10,8
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe (*).			

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: 2-metilpropan-1-ol

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

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: 2-metil-butan-1-ol

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

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1997.

Broj laboratorija: 32

Broj uzoraka: 5

Analit: 3-metil-butan-1-ol

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

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

ANETOL: ODREĐIVANJE TRANSANETOLA PLINSKOM KROMATOGRAFIJOM U ALKOHOLNIM PIĆIMA

1. Područje primjene

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

2. Referentni standardi

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

3. Princip

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

4. Reagensi

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

Referentne kemikalije trebaju se čuvati na hladnom mjestu (na 4 °C), bez prisutnosti svjetlosti, u aluminijskim posudama ili u bočicama za reagense od obojenog (jantarnog) stakla. Zatvarači trebaju imati aluminijsku brtvu. Transanetol potrebno je rastopiti prije uporabe, ali u ovom slučaju njegova temperatura ne smije nikad prijeći 35 °C.

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

4.2. 1-metoksi-4-(1-propenil) benzen; (transanetol) (CAS 4180-23-8)

4.3. 4-alilanzol (estragol) (CAS 140-67-0), preporučeni interni standard (IS)

4.4. Etanol 45% vol.

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

4.5. Priprema standardnih otopina

Sve standardne otopine trebaju se čuvati na sobnoj temperaturi (od 15 do 35 °C), udaljene od svjetlosti u aluminijskim posudama ili u bočicama za reagense od obojenog (jantarnog) stakla.

Poželjno je da zatvarači imaju aluminijsku brtvu.

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

4.5.1. Standardna otopina A

Matična otopina transanetola (koncentracije: 2 g/l)

Izvaže se 40 mg transanetola (4.2.) u odmjernu tikvicu od 20 ml (ili 400 mg u 200 ml itd.).

Doda se nešto 96%-tnog etanola (4.1.) i nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

4.5.2. Interna standardna otopina B

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

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

4.5.3. Otopine koje se koriste za provjeru linearnosti odziva plamenoionizacijskog detektora (FID)

Linearnost odziva plamenoionizacijskog detektora mora se provjeriti za analizu uzimajući u obzir raspon koncentracija transanetola u alkoholnim pićima od 0 g/l do 2,5 g/l. U postupku analize nepoznati uzorci alkoholnih pića koji se moraju analizirati razrijeđuju se 10 puta (8.3.). Za uvjete analize opisane u metodi matične otopine koje odgovaraju koncentracijama 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 i 0,25 g/l transanetola u uzorcima koji se analiziraju pripremljeni su na sljedeći način: uzme se 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 i 2,5 ml matične otopine A (4.5.1.) i otpipetira u odvojene odmjernu tikvice od 20 ml; u svaku tikvicu se otpipetira po 2 ml interne standardne otopine B (4.5.2.), nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

Slijepe probe (8.4.) koriste se kao otopine s 0 g/l.

4.5.4. Standardna otopina C

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

5. Aparatura

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

5.2. Split/splitless injektor

5.3. Kapilama kolona, primjerice:

Dužina: 50 m

Unutarnji promjer: 0,32 mm

Debljina filma: 0,2 µm

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

5.4. Uobičajena laboratorijska oprema: baždareno laboratorijsko posude, analitička vaga (preciznost: ± 0,1 mg).

6. Kromatografski uvjeti

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

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

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

7. Uzorci

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

8. Postupak

- 8.1. Pretraživanje uzorka na estragol
Kako bi se osiguralo da estragol nije prirodno prisutan u uzorku, potrebno je provesti slijepu probu bez dodatka bilo kojeg internog standarda. Ako je estragol prirodno prisutan u uzorku, tada se mora odabrati drugi interni standard (primjerice mentol).
Otpipetira se 2 ml uzorka u odmjernu tikvicu od 20 ml i nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promiješa.
- 8.2. Priprema nepoznatih uzoraka
Otpipetira se 2 ml uzorka u odmjernu tikvicu od 20 ml, zatim se doda 2 ml interne standardne otopine B (4.5.2.) i nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promiješa.
- 8.3. Slijepa proba
Otpipetira se 2 ml interne standardne otopine B (4.5.2.) u odmjernu tikvicu od 20 ml i nadopuni do oznake 45% vol. etanolom (4.4.) te dobro promiješa.
- 8.4. Test linearnosti
Prije početka analize linearnost odziva plamenoionizacijskog detektora mora se provjeriti sukcesivnom analizom u triplicatu svake standardne otopine za provjeru linearnosti (4.5.3.).
Iz površine ili visine pika integratora za svako se injektiranje izradi grafički prikaz koncentracija njihove matične otopine u g/l u odnosu na omjer R za svaku.
 $R = \text{visina ili površina pika transanetola} / \text{površina pika estragola}$
Mora se dobiti linearna krivulja.
- 8.5. Određivanje
Injektira se slijepa proba (8.3.), zatim standardna otopina C (4.5.4.), zatim jedna od otopina standarda za provjeru linearnosti (4.5.3.) koje će djelovati kao uzorak za provjeru rada sustava (može se odabrati s obzirom na vjerojatnu koncentraciju transanetola u nepoznatom uzorku), zatim pet nepoznatih uzoraka (8.2.); umetne se uzorak za provjeru linearnosti (provjeru rada sustava) nakon svakog petog nepoznatog uzorka radi osiguranja analitičke stabilnosti.

9. Izračun faktora odziva detektora

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

- 9.1. Izračun faktora odziva detektora (RF)
Faktor odziva detektora izračunava se na sljedeći način:
$$RF_i = (C_i / \text{površina ili visina}_i) * (\text{površina ili visina}_s / C_s)$$

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

- C_{IS} = koncentracija internog standarda u standardnoj otopini B (4.5.2.)
 $Površina_i$ = površina (ili visina) pika transanetola
 $Površina_{IS}$ = površina (ili visina) pika internog standarda
 RF_i se računa iz pet uzoraka otopine C (4.5.4.).
- 9.2. Analiza linearnosti odziva detektora testnom otopinom
Injektiraju se testne otopine za provjeru linearnosti odziva detektora (4.5.3.).
- 9.3. Analiza uzorka
Injektira se nepoznata otopina uzorka (8.2.).

10. Izračun rezultata

Formula za izračunavanje koncentracije transanetola je sljedeća:

$$c_i = C_{IS} * (površina_i / površina_{IS}) * RF_i$$

Gdje je:

c_i = nepoznata koncentracija transanetola

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

$Površina_i$ = površina ili visina pika transanetola

$Površina_{IS}$ = površina ili visina pika internog standarda

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

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

11. Osiguranje kakvoće i kontrola

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

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

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

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

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

12.1. Princip

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

12.2. Reagensi

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

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

12.2.2. Natrijev fosfat dibazični dodekahidrat ($Na_2HPO_4 \times 12 H_2O$), (CAS 10039-32-4).

12.3. Aparatura

Konusne tikvice, tikvice za odjeljivanje, hladnjak.

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

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

12.4.2. Ekstrakcija

Otpipetira se 5 ml 96%-tnog etanola (4.1.) u konusnu tikvicu, odvaže se 50 mg internog standarda (4.3.) u istu tikvicu i doda 50 ml uzorka. Zatim se doda 12 g amonijevog sulfata, bezvodnog (12.2.1.), i 8,6 g dibazičnog natrijevog fosfata, dodekahidrata (12.2.2.). Konusna tikvica se začepi.

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

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

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

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

12.4.3. Priprema ekstrahiranog uzorka za analizu

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

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

12.5. Određivanje

Slijedi se postupak opisan pod 8.5.

12.6. Izračun rezultata

Za izračun rezultata koristi se sljedeća formula:

$$C_i = (m_{IS}/V) * (površina_i/površina_{IS}) * RF_i$$

Gdje je:

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

V = volumen nepoznatog uzorka (50 ml)

RF_i = faktor odziva detektora (9.1.)

$Površina_i$ = površina pika transanetola

$Površina_{IS}$ = površina pika internog standarda.

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

12.7. Kontrola i osiguranje kakvoće

Slijedi se gore navedeni postupak pod 11.

13. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja:

Sljedeće tablice daju vrijednosti za anetol.

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1998.

Broj laboratorija: 16

Broj uzoraka: 10

Analit: anetol

Pastis:

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

Druga pića s okusom anisa:

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

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

GLICIRIZINSKA KISELINA: ODREĐIVANJE GLICIRIZINSKE KISELINE PRIMJENOM TEKUĆINSKE KROMATOGRAFIJE VISOKE DJELOTVORNOSTI

1. Područje primjene

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

2. Referentni standardi

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

3. Princip

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

4. Reagensi

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

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

5. Aparatura

- 5.1. Sustav za odjeljivanje

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

6. Kromatografski uvjeti

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

7. Postupak

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

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

gdje je:

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

C = koncentracija u gramima po litri amonijevog glicirizinata u referentnoj otopini

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

H = površina (ili visina) pika glicirizinske kiseline u referentnoj otopini

P = čistoća referentnog amonijevog glicirizinata (u %)

823 = masa jednog mola glicirizinske kiseline

840 = masa jednog mola amonijevog glicirizinata.

8. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja:

Sljedeća tablica daje vrijednosti za glicirizinsku kiselinu.

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1998.

Broj laboratorija: 16

Broj uzoraka: 5

Analit: glicirizinska kiselina

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

D = pastis; dvostruke slijepe probe.

E = pastis; dvostruke slijepe probe.

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

1. Područje primjene

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

2. Referentni standardi

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

3. Princip

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

4 Reagensi

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

- 4.1. Etanol 96% vol. (CAS 64-17-5)
- 4.2. Acetonitril, CH₃CN (CAS 75-05-8)
- 4.3. Referentna tvar: *Glycyrrhiza glabra*: slatki korijen
Grubo mljeveni slatki korijen (*Glycyrrhiza glabra*). Prosječne dimenzije štapićastih čestica: dužina: od 10 do 15 mm, debljina: od 1 do 3 mm.
- 4.4. Natrijev acetat, CH₃COONa (CAS 127-09-3)
- 4.5. Ledena octena kiselina, CH₃COOH (CAS 64-19-7)
- 4.6. Priprema otopina
 - 4.6.1. Etanol 50% vol.
Za 1000 ml na 20 °C:
– 96% vol. etanol (4.1.): 521 ml,
– voda (2.0.): 511 ml.
 - 4.6.2. Otapalo A: acetonitril
Acetonitril (4.2.) HPLC analitičke čistoće.
Otplinjava se.
 - 4.6.3. Otapalo B: 0,1 M puferna otopina natrijevog acetata, pH = 4,66.
U odmjernu tikvicu od 1000 ml izvaže se 8,203 g natrijevog acetata (4.4.), doda se 6,005 g ledene octene kiseline (4.5.) i nadopuni do oznake vodom (2).

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

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

6. Aparatura

- 6.1. Sustav za odjeljivanje.
 - 6.1.1. Tekućinski kromatograf visoke djelotvornosti.
 - 6.1.2. Sustav za pumpanje koji može postići i održati konstantnu ili programiranu brzinu protoka pri visokom tlaku.
 - 6.1.3. Sustav detekcije UV/vidljivim spektrofotometrom koji može biti postavljen na 254 i 370 nm.
 - 6.1.4. Sustav za otplinjavanje otapala:
 - 6.1.5. Termostatirani prostor s kolonom temperiran na $40 \pm 0,1$ °C.
- 6.2. Računalni integrator ili uređaj za bilježenje čiji je rad kompatibilan s ostatkom sustava za odjeljivanje.
- 6.3. Kolona
 - Materijal: nehrđajući čelik ili staklo
 - Unutarnji promjer: od 4 do 5 mm
 - Stacionarna faza: umreženi silicij s oktadecilnom funkcionalnom grupom (C18), veličine čestica: najviše 5 μ m (umrežena faza).
- 6.4. Uobičajena laboratorijska oprema, uključujući:
 - 6.4.1. Analitička vaga (preciznost: $\pm 0,1$ mg);
 - 6.4.2. Aparatura za destilaciju s povratnim hladilom koji se sastoji od, primjerice:
 - tikvice s okruglim dnom od 250 ml sa standardnim spojem od brušenog stakla,
 - 30 cm dugog povratnog hladila i
 - izvora topline (mora se izbjeći bilo kakva pirogena reakcija koja uključuje ekstrakt uporabom prikladnog sustava).
 - 6.4.3. Rotacijski uređaj za isparavanje.
 - 6.4.4. Pribor za filtriranje (tj. Buchnerov lijevak).
- 6.5. Kromatografski uvjeti (primjer).
 - 6.5.1. Karakteristike elucije otapala A (4.6.2.) i B (4.6.3.):
 - pomak s gradijenta 20/80 (V/V) na 50/50 (V/V) za 15 minuta,
 - pomak s gradijenta 50/50 (V/V) na 75/25 (V/V) za pet minuta,
 - jednaka jakost na 75/25 (V/V) za pet minuta,
 - stabilizacija kolone između injektiranja,
 - jednaka jakost na 20/80 (V/V) za pet minuta.
 - 6.5.2. Brzina protoka: 1 ml/minuti.
 - 6.5.3. Podešavanje UV detektora:

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

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

7. Postupak

7.1. Priprema uzorka alkoholnog pića

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

7.2. Priprema rezidualnog ekstrakta slatkog korijena (5.6.)

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

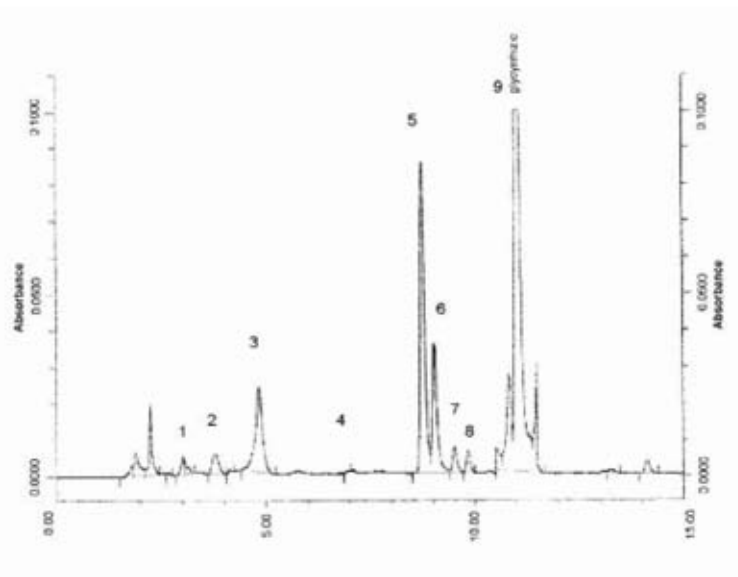
7.3. Određivanje

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

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

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

8. Karakteristični kromatogram za pastis



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

9. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

Rezultati međulaboratorijskog testiranja:

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

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1998.

Broj laboratorija: 14

Broj uzoraka: 11

Analit: kalkoni

Uzorci	A	B	C	D	E	F
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	14	14	14	14	14	13
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	-	-	-	-	-	1(*)
Broj prihvaćenih rezultata	28	14	14	28	28	26
Broj rezultata za prisutnost kalkona	28	14	14	0	28	0
Broj rezultata za odsutnost kalkona	0	0	0	28	0	26
Postotak točnih rezultata (%)	100	100	100	100	100	100
(*) Nedosljedni rezultati između dva duplikata koji se pripisuju pogrešci kod uzorkovanja						

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

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

Vrsta uzoraka:

A = pastis; dvostruke slijepe probe.

B = pastis; jedan uzorak.

C = pastis; jedan uzorak.

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

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

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

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

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

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

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

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

ŽUMANJAK: ODREĐIVANJE KONCENTRACIJE ŽUMANJKA U ALKOHOLNIM PIĆIMA – FOTOMETRIJSKA METODA

1. Područje primjene

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

2. Referentni standardi

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

3. Princip

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

4. Reagensi

- 4.1. Redestilirana voda
- 4.2. Dijatomejska zemlja
- 4.3. Etanol 96% vol. (CAS 64-17-5)
- 4.4. 15%-tna otopina magnezijevog acetata (CAS 16674-78-5)
- 4.5. 10%-tna sumporna kiselina (CAS 7664-93-9)
- 4.6. 1 N sumporne kiseline
- 4.7. 0,16 g/l kalijevog dihidrogen fosfata (CAS 778-77-0), otopina KH_2PO_4
- 4.8. Reagens za određivanje fosfata:
Otopi se 20 g amonijevog molibdata (CAS 12054-85-2), $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4 \text{H}_2\text{O}$ u 400 ml

vode na 50 °C. U drugoj posudi otopi se 1 g amonijevog vanadata (CAS 7803-55-6), NH_4VO_3 , u 300 ml vruće vode, ostavi se ohladiti i zatim doda 140 ml koncentrirane nitratne kiseline (CAS 7697-37-2). Ohladene se otopine spoje u odmjernu tikvicu od 1000 ml i nadopuni do oznake.

5. Aparatura

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

6. Uzorci

Prije analize uzorci se skladište na sobnoj temperaturi.

7. Postupak

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

nadopuni do oznake destiliranom vodom (4.1.).

7.2.1.2. U 5 ml alikvota te otopine (7.2.1.1.), koja je u odmjernoj tikvici od 20 ml (5.11.), doda se 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 2 ml reagensa fosfata (4.8.) i nadopuni se destiliranom vodom (4.1.) do oznake 20 ml.

7.2.1.3. Začepi se labavo umetnutim čepom, promućka i zagrijava u kipućoj vodenoj kupelji (5.7.) 10 minuta, potom se hladi 20 minuta u vodenoj kupelji na 20 °C (5.4.).

7.2.1.4. Kiveta od 1 cm (5.13.) napuni se tom komparativnom otopinom.

7.2.2. Otopina uzorka

7.2.2.1. U 5 ml alikvota otopine pepela (7.1.8.), koja je u odmjernoj tikvici od 20 ml (5.11.), doda se 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 2 ml reagensa fosfata (4.8.) i nadopuni se destiliranom vodom (4.1.) do oznake 20 ml.

7.2.2.2. Začepi se labavo umetnutim čepom, promućka i zagrijava u kipućoj vodenoj kupelji (5.7.) 10 minuta, potom se hladi 20 minuta u vodenoj kupelji na 20 °C (5.4.).

7.2.2.3. Dobivena žuta otopina odmah se analizira spektrofotometrijski (5.12.) u kivetu od 1 cm (5.13.) na 420 nm u odnosu na komparativnu otopinu (7.2.1.4.).

7.2.3. Kalibracijska krivulja

7.2.3.1. Da bi se konstruirala kalibracijska krivulja, doda se po 2 ml alikvota reagensa fosfata (4.8.) u odmjernu tikvicu od 20 ml (5.11.), od kojih svaka sadrži po 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 0, 2, 4, 6, 8 i 10 ml otopine kalijevog dihidrogen fosfata (4.7.) i nadopuni se destiliranom vodom (4.1.) do oznake 20 ml.

7.2.3.2. Začepi se labavo umetnutim čepom, promućka i zagrijava u kipućoj vodenoj kupelji (5.7.) 10 minuta, potom se hladi 20 minuta u vodenoj kupelji na 20 °C (5.4.) i analizira spektrofotometrijski u kivetu od 1 cm (5.13.) na 420 nm u odnosu na komparativnu otopinu (7.2.1.4.).

7.2.3.3. Konstruiranje kalibracijske krivulje:

Otopina dihidrogen fosfata (ml)	0	2	4	6	8	10
P ₂ O ₅ (mg)	0	0,16 7	0,33 4	0,50 1	0,66 8	0,83 5

8. Izražavanje rezultata

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

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

gdje je:

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

mg P₂O₅ = vrijednost utvrđena iz kalibracijske krivulje

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

E = težina likera na bazi jaja u g

40 = faktor razrjeđenja za 5 ml otopine pepela.

9. Karakteristike provođenja metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja:

Sljedeća tablica daje vrijednosti za žumanjak.

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

Godina međulaboratorijskog testiranja: 1998.

Broj laboratorija: 24

Broj uzoraka: 5

Analit: žumanjak

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	19	20	22	20	22
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	3	4	2	4	2
Broj prihvaćenih rezultata	38	40	44	40	44
Srednja vrijednost ($\bar{x}$)	147,3	241,1	227,4	51,9(*) 72,8(*)	191,1
Standardna devijacija ponovljivosti (S_r) g/l	2,44	4,24	3,93	1,83	3,25
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD_r) (%)	1,7	1,8	1,8	2,9	1,7
Granica ponovljivosti (r) g/l	6,8	11,9	11,0	5,1	9,1
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) g/l	5,01	6,06	6,66	3,42	6,87
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD_R) (%)	3,4	2,5	2,9	5,5	3,6
Granica obnovljivosti (R) g/l	14,0	17,0	18,7	9,6	19,2
Vrste uzoraka A = advocaat; dvostruke slijepe probe. B = advocaat; dvost slijepe probe. C = advocaat; dvostruke slijepe probe. D = advocaat (razrijeđeni); razine razdiobe (*). E = advocaat; dvostruke slijepe probe.					

Aneks II.

Tablica: GUSTOĆA KAO FUNKCIJA TEMPERATURE I ALKOHOLNE JAKOSTI IZRAŽENE VOLUMENOM

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

interval: 1 °C; 1% vol.

temperatura: od – 20 °C do + 40 °C

Simboli i mjerne jedinice:

ρ = gustoća (kg/m³)

q = alkoholna jakost izražena volumenom (% vol.)

t = temperatura (°C)

$\frac{f}{f}$	-20	-19	-18	-17	-16	-15	-14	-13	-12	-11	-10	
0												0
1												1
2												2
3												3
4												4
5												5
6												6
7												7
8												8
9												9
10												10
11												11
12												12
13												13
14												14
15												15
16												16
17												17
18												18
19												19
20												20
21												21
22												22
23											978,29	23
24											977,87	24
25										977,60	977,44	25
26									977,37	977,19	977,00	26
27									976,97	976,76	976,54	27
28								976,78	976,55	976,30	976,05	28
29								976,36	976,09	975,81	975,52	29
30							976,18	975,89	975,59	975,28	974,96	30
31						975,81	975,70	975,38	975,05	974,71	974,36	31
32					975,05	975,51	975,17	974,81	974,45	974,09	973,71	32
33				975,68	975,32	974,95	974,58	974,20	973,81	973,41	973,01	33
34			975,50	975,12	974,73	974,33	973,93	973,52	973,10	972,68	972,25	34
35		975,30	974,90	974,49	974,07	973,65	973,22	972,78	972,34	971,89	971,43	35
36	975,08	974,66	974,23	973,79	973,35	972,90	972,44	971,98	971,51	971,04	970,56	36
37	974,38	973,94	973,48	973,02	972,55	972,07	971,59	971,11	970,62	970,12	969,62	37
38	973,61	973,14	972,66	972,17	971,68	971,18	970,68	970,17	969,66	969,14	968,62	38
39	972,75	972,26	971,76	971,25	970,73	970,21	969,69	969,16	968,63	968,09	967,55	39
40	971,82	971,30	970,78	970,25	969,71	969,18	968,63	968,08	967,53	966,97	966,41	40
41	970,88	970,27	969,72	969,18	968,62	968,06	967,50	966,94	966,37	965,79	965,22	41
42	969,71	969,15	968,59	968,03	967,46	966,88	966,30	965,72	965,13	964,54	963,95	42
43	968,54	967,96	967,39	966,81	966,22	965,63	965,04	964,44	963,84	963,23	962,62	43
44	967,29	966,70	966,11	965,51	964,91	964,31	963,70	963,09	962,47	961,85	961,23	44
45	965,97	965,37	964,76	964,15	963,54	962,92	962,30	961,67	961,04	960,41	959,78	45
46	964,57	963,96	963,34	962,72	962,09	961,46	960,83	960,20	959,56	958,91	958,27	46
47	963,11	962,49	961,86	961,23	960,59	959,95	959,30	958,66	958,01	957,35	956,70	47
48	961,59	960,95	960,32	959,67	959,02	958,37	957,72	957,06	956,40	955,74	955,07	48
49	960,01	959,36	958,71	958,06	957,40	956,74	956,08	955,41	954,74	954,07	953,40	49
50	958,36	957,71	957,05	956,39	955,72	955,05	954,38	953,71	953,03	952,35	951,67	50

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

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

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

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

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

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

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

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

1	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	
50	930,14	929,39	928,63	927,86	927,10	926,33	925,56	924,79	924,02	923,24	922,47	50
51	928,16	927,40	926,64	925,87	925,10	924,33	923,55	922,77	921,99	921,21	920,43	51
52	926,16	925,39	924,62	923,84	923,07	922,29	921,51	920,73	919,94	919,16	918,37	52
53	924,12	923,35	922,57	921,79	921,01	920,23	919,44	918,65	917,86	917,07	916,28	53
54	922,06	921,28	920,50	919,71	918,93	918,14	917,35	916,56	915,76	914,96	914,16	54
55	919,96	919,18	918,39	917,61	916,82	916,02	915,23	914,43	913,63	912,83	912,03	55
56	917,84	917,06	916,27	915,47	914,68	913,88	913,08	912,28	911,48	910,67	909,86	56
57	915,70	914,91	914,11	913,32	912,52	911,72	910,91	910,11	909,30	908,49	907,68	57
58	913,53	912,73	911,94	911,13	910,33	909,53	908,72	907,91	907,10	906,28	905,47	58
59	911,33	910,53	909,73	908,93	908,12	907,31	906,50	905,69	904,87	904,05	903,23	59
60	909,11	908,31	907,51	906,70	905,89	905,08	904,26	903,44	902,62	901,80	900,98	60
61	906,87	906,06	905,26	904,44	903,63	902,81	902,00	901,17	900,35	899,53	898,70	61
62	904,80	903,99	903,18	902,37	901,55	900,73	899,91	899,08	898,26	897,43	896,60	62
63	902,71	901,90	901,08	899,86	899,04	898,22	897,40	896,57	895,74	894,91	894,07	63
64	899,99	899,18	898,36	897,54	896,71	895,89	895,06	894,23	893,40	892,56	891,72	64
65	897,65	896,83	896,01	895,19	894,36	893,53	892,70	891,87	891,03	890,19	889,35	65
66	895,28	894,46	893,64	892,81	891,98	891,15	890,32	889,48	888,64	887,80	886,96	66
67	892,89	892,07	891,24	890,41	889,58	888,75	887,91	887,07	886,23	885,38	884,54	67
68	890,48	889,65	888,82	887,99	887,15	886,31	885,47	884,63	883,79	882,94	882,09	68
69	888,03	887,20	886,37	885,53	884,70	883,86	883,02	882,17	881,32	880,48	879,62	69
70	885,56	884,73	883,89	883,06	882,22	881,37	880,53	879,68	878,83	877,98	877,13	70
71	883,06	882,23	881,39	880,55	879,71	878,86	878,02	877,17	876,32	875,46	874,61	71
72	880,54	879,70	878,86	878,02	877,17	876,33	875,48	874,63	873,77	872,92	872,06	72
73	877,99	877,15	876,30	875,46	874,61	873,76	872,91	872,06	871,20	870,34	869,48	73
74	875,40	874,56	873,72	872,87	872,02	871,17	870,31	869,46	868,60	867,74	866,88	74
75	872,79	871,95	871,10	870,25	869,40	868,55	867,69	866,83	865,97	865,11	864,25	75
76	870,15	869,30	868,45	867,60	866,75	865,89	865,04	864,18	863,31	862,45	861,58	76
77	867,48	866,63	865,78	864,92	864,07	863,21	862,35	861,49	860,62	859,76	858,89	77
78	864,78	863,92	863,07	862,21	861,36	860,50	859,63	858,77	857,90	857,04	856,17	78
79	862,04	861,19	860,33	859,47	858,61	857,75	856,89	856,02	855,15	854,28	853,41	79
80	859,27	858,41	857,56	856,70	855,83	854,97	854,10	853,24	852,37	851,49	850,62	80
81	856,46	855,61	854,75	853,88	853,02	852,16	851,29	850,42	849,55	848,67	847,80	81
82	853,62	852,76	851,90	851,04	850,17	849,30	848,43	847,56	846,69	845,81	844,94	82
83	850,74	849,88	849,02	848,15	847,28	846,42	845,54	844,67	843,80	842,92	842,04	83
84	847,82	846,96	846,09	845,22	844,36	843,48	842,61	841,74	840,86	839,98	839,10	84
85	844,85	843,99	843,12	842,25	841,38	840,51	839,64	838,76	837,88	837,00	836,12	85
86	841,84	840,97	840,10	839,23	838,36	837,49	836,61	835,74	834,86	833,97	833,09	86
87	838,77	837,90	837,03	836,16	835,29	834,41	833,54	832,66	831,78	830,90	830,01	87
88	835,64	834,77	833,90	833,03	832,16	831,28	830,41	829,53	828,64	827,76	826,88	88
89	832,45	831,58	830,71	829,84	828,96	828,09	827,21	826,33	825,45	824,56	823,68	89
90	829,18	828,31	827,44	826,57	825,70	824,82	823,94	823,06	822,18	821,30	820,41	90
91	825,83	824,96	824,09	823,22	822,35	821,47	820,59	819,71	818,83	817,95	817,06	91
92	822,39	821,52	820,65	819,78	818,91	818,03	817,16	816,28	815,40	814,51	813,63	92
93	818,85	817,98	817,11	816,24	815,36	814,49	813,61	812,74	811,86	810,98	810,09	93
94	815,18	814,31	813,45	812,57	811,70	810,83	809,96	809,08	808,20	807,32	806,44	94
95	811,38	810,51	809,65	808,78	807,91	807,03	806,16	805,29	804,41	803,54	802,66	95
96	807,42	806,55	805,69	804,82	803,95	803,08	802,21	801,34	800,47	799,60	798,72	96
97	803,27	802,41	801,54	800,68	799,81	798,94	798,08	797,21	796,34	795,47	794,60	97
98	798,90	798,04	797,17	796,31	795,45	794,58	793,72	792,85	791,99	791,12	790,25	98
99	794,25	793,39	792,53	791,67	790,81	789,95	789,08	788,22	787,36	786,49	785,63	99
100	789,24	788,38	787,53	786,67	785,81	784,95	784,09	783,23	782,37	781,51	780,65	100

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

	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	
50	922,47	921,68	920,90	920,12	919,33	918,54	917,75	916,96	916,17	915,37	914,57	50
51	920,43	919,64	918,86	918,07	917,27	916,48	915,68	914,89	914,09	913,29	912,48	51
52	918,37	917,58	916,78	915,99	915,19	914,39	913,59	912,79	911,98	911,18	910,37	52
53	916,28	915,48	914,68	913,88	913,08	912,28	911,47	910,66	909,85	909,04	908,23	53
54	914,16	913,36	912,56	911,76	910,95	910,14	909,33	908,52	907,70	906,89	906,07	54
55	912,03	911,22	910,41	909,60	908,79	907,98	907,16	906,35	905,53	904,71	903,88	55
56	909,86	909,05	908,24	907,43	906,61	905,79	904,97	904,15	903,33	902,50	901,67	56
57	907,68	906,86	906,05	905,23	904,41	903,58	902,76	901,93	901,11	900,28	899,44	57
58	905,47	904,65	903,83	903,00	902,18	901,35	900,53	899,69	898,86	898,03	897,19	58
59	903,23	902,41	901,59	900,76	899,93	899,10	898,27	897,43	896,60	895,76	894,91	59
60	900,98	900,15	899,32	898,49	897,66	896,83	895,99	895,15	894,31	893,46	892,62	60
61	898,70	897,87	897,04	896,20	895,37	894,53	893,69	892,84	892,00	891,15	890,30	61
62	896,40	895,56	894,73	893,89	893,05	892,21	891,36	890,52	889,67	888,82	887,96	62
63	894,07	893,24	892,40	891,56	890,71	889,87	889,02	888,17	887,31	886,46	885,60	63
64	891,72	890,88	890,04	889,20	888,35	887,50	886,65	885,80	884,94	884,08	883,22	64
65	889,35	888,51	887,67	886,82	885,97	885,12	884,26	883,40	882,54	881,68	880,81	65
66	886,96	886,11	885,26	884,41	883,56	882,71	881,85	880,99	880,12	879,26	878,39	66
67	884,54	883,69	882,84	881,99	881,13	880,27	879,41	878,55	877,68	876,81	875,94	67
68	882,09	881,24	880,39	879,53	878,68	877,81	876,95	876,08	875,22	874,34	873,47	68
69	879,42	878,77	877,91	877,06	876,20	875,33	874,47	873,60	872,73	871,85	870,98	69
70	877,13	876,27	875,41	874,55	873,69	872,83	871,96	871,09	870,21	869,34	868,46	70
71	874,41	873,75	872,89	872,03	871,16	870,29	869,42	868,55	867,67	866,80	865,91	71
72	872,06	871,20	870,34	869,47	868,60	867,73	866,86	865,99	865,11	864,23	863,34	72
73	869,48	868,62	867,76	866,89	866,02	865,15	864,27	863,40	862,52	861,63	860,75	73
74	866,88	866,01	865,15	864,28	863,41	862,53	861,66	860,78	859,90	859,01	858,13	74
75	864,25	863,38	862,51	861,64	860,77	859,89	859,01	858,13	857,25	856,36	855,48	75
76	861,58	860,71	859,84	858,97	858,10	857,22	856,34	855,46	854,57	853,69	852,80	76
77	858,89	858,02	857,15	856,27	855,40	854,52	853,64	852,75	851,87	850,98	850,09	77
78	856,17	855,29	854,42	853,54	852,67	851,78	850,90	850,02	849,13	848,24	847,34	78
79	853,41	852,54	851,66	850,78	849,90	849,02	848,13	847,25	846,36	845,47	844,57	79
80	850,62	849,75	848,87	847,99	847,11	846,22	845,33	844,45	843,55	842,66	841,76	80
81	847,80	846,92	846,04	845,16	844,27	843,39	842,50	841,61	840,72	839,82	838,92	81
82	844,94	844,06	843,18	842,29	841,41	840,52	839,63	838,74	837,84	836,94	836,04	82
83	842,04	841,16	840,28	839,39	838,50	837,61	836,72	835,82	834,93	834,03	833,12	83
84	839,10	838,22	837,33	836,45	835,56	834,66	833,77	832,87	831,97	831,07	830,17	84
85	836,12	835,24	834,35	833,46	832,57	831,67	830,78	829,88	828,98	828,07	827,16	85
86	833,09	832,21	831,32	830,43	829,53	828,64	827,74	826,84	825,94	825,03	824,12	86
87	830,01	829,12	828,24	827,34	826,45	825,55	824,65	823,75	822,85	821,94	821,03	87
88	826,88	825,99	825,10	824,21	823,31	822,41	821,51	820,61	819,70	818,79	817,88	88
89	823,48	822,79	821,90	821,01	820,11	819,21	818,31	817,41	816,50	815,59	814,68	89
90	820,41	819,52	818,63	817,74	816,84	815,95	815,04	814,14	813,23	812,32	811,41	90
91	817,06	816,18	815,29	814,40	813,50	812,60	811,70	810,80	809,90	808,99	808,08	91
92	813,63	812,74	811,86	810,97	810,07	809,18	808,28	807,38	806,48	805,57	804,66	92
93	810,09	809,21	808,32	807,44	806,55	805,66	804,76	803,86	802,96	802,06	801,16	93
94	806,44	805,56	804,68	803,80	802,91	802,02	801,13	800,24	799,34	798,45	797,55	94
95	802,66	801,78	800,90	800,02	799,14	798,26	797,37	796,49	795,60	794,71	793,81	95
96	798,72	797,85	796,97	796,10	795,22	794,34	793,46	792,58	791,70	790,82	789,93	96
97	794,60	793,73	792,86	791,99	791,11	790,24	789,37	788,49	787,62	786,74	785,86	97
98	790,25	789,39	788,52	787,65	786,78	785,92	785,05	784,18	783,31	782,43	781,56	98
99	785,63	784,77	783,90	783,04	782,17	781,30	780,44	779,57	778,70	777,83	776,95	99
100	780,45	779,78	778,92	778,05	777,18	776,31	775,44	774,57	773,69	772,81	771,93	100

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

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

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

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

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

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

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

Brojčani koeficijenti u formuli:

k	A_k kg/m^3	B_k	$C_{1,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C})$	$C_{2,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^2)$	$C_{3,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^3)$	$C_{4,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^4)$	$C_{5,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^5)$
1	$9,982012300 \times 10^2$	$-2,0618513 \times 10^{-1}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C})$	$1,69344346153$ 0087×10^{-1}	$1,193013005057$ 010×10^{-2}	$6,8029957335038$ 03×10^{-4}	$4,0753766756220$ 27×10^{-6}	$2,788074354782$ 409×10^{-8}
2	$-1,929769496 \times 10^2$	$-5,2682542 \times 10^{-3}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^2)$	$1,04691474345$ 5169×10^{-1}	$2,517399633803$ 461×10^{-1}	$1,8768377902896$ 64×10^{-2}	$8,7630585734711$ 10×10^{-6}	$1,34561288349$ 3354×10^{-8}
3	$3,891238958 \times 10^2$	$3,6130013 \times 10^{-5}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^3)$	$7,19635346954$ 6523×10^{-1}	$2,170575700536$ 993	$2,0025618137341$ 56×10^{-1}	$6,5150313600993$ 68×10^{-6}	
4	$-1,668103923 \times 10^3$	$-3,8957702 \times 10^{-7}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^4)$	$7,04747805427$ 2792×10^{-1}	$1,353034988843$ 029×10^{-1}	$1,0229929667192$ 20	$1,5157848369872$ 10×10^{-6}	
5	$1,352215441 \times 10^4$	$7,1693540 \times 10^{-9}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^5)$	$3,92409043003$ 5045×10^{-1}	$5,029988758547$ 014×10^{-1}	$2,8956964839036$ 38		
6	$-8,829278388 \times 10^4$	$-9,9739231 \times 10^{-11}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^6)$	$1,21016465906$ 8747×10^{-1}	$1,096355666577$ 570×10^{-1}	$4,8100605843006$ 75		
7	$3,062874042 \times 10^5$		$2,24864655040$ 0788×10^{-1}	$1,422753946421$ 155×10^{-1}	$4,6721474407946$ 83		
8	$-6,138381234 \times 10^5$		$2,60556298218$ 8164×10^{-1}	$1,08043594285$ 6230×10^{-1}	$2,4580431059034$ 61		

9	$7,470172998 \times 10^5$		$1,852373922069467 \times 10^4$	$4,414153236817392 \times 10^1$	$5,411227621436812 \times 10^1$		
10	$-5,478461354 \times 10^5$		$7,420201433430137 \times 10^3$	$7,442971530188783$			
11	$2,234460334 \times 10^5$		$1,285617841998974 \times 10^3$				
12	$-3,903285426 \times 10^4$						

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

Aneks IV.

Tablica I.:

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

$t^{\circ}\text{C}$	F	$t^{\circ}\text{C}$	F	$t^{\circ}\text{C}$	F	$t^{\circ}\text{C}$	F	$t^{\circ}\text{C}$	F	$t^{\circ}\text{C}$	F	$t^{\circ}\text{C}$	F
10,0	1,000398	13,0	1,000691	16,0	1,001097	19,0	1,001608	22,0	1,002215	25,0	1,002916	28,0	1,003704
,1	1,000406	,1	1,000703	,1	1,001113	,1	1,001627	,4	1,002238	,1	1,002941	,1	1,003731
,2	1,000414	,2	1,000714	,2	1,001128	,2	1,001646	,2	1,002260	,2	1,002966	,2	1,003759
,3	1,000422	,3	1,000726	,3	1,001144	,3	1,001665	,3	1,002282	,3	1,002990	,3	1,003787
,4	1,000430	,4	1,000738	,4	1,001159	,4	1,001684	,4	1,002304	,4	1,003015	,4	1,003815
10,5	1,000439	13,5	1,000752	16,5	1,001175	19,5	1,001703	22,5	1,002326	25,5	1,003041	28,5	1,003843
,6	1,000447	,6	1,000764	,6	1,001191	,6	1,001722	,6	1,002349	,6	1,003066	,6	1,003871
,7	1,000456	,7	1,000777	,7	1,001207	,7	1,001741	,7	1,002372	,7	1,003092	,7	1,003899
,8	1,000465	,8	1,000789	,8	1,001223	,8	1,001761	,8	1,002394	,8	1,003117	,8	1,003928
,9	1,000474	,9	1,000803	,9	1,001239	,9	1,001780	,9	1,002417	,9	1,003143	,9	1,003956
11,0	1,000483	14,0	1,000816	17,0	1,001257	20,0	1,001800	23,0	1,002439	26,0	1,003168	29,0	1,003984
,1	1,000492	,1	1,000829	,1	1,001273	,1	1,001819	,1	1,002462	,1	1,003194	,1	1,004013
,2	1,000501	,2	1,000842	,2	1,001290	,2	1,001839	,2	1,002485	,2	1,003222	,2	1,004042
,3	1,000511	,3	1,000855	,3	1,001306	,3	1,001859	,3	1,002508	,3	1,003247	,3	1,004071
,4	1,000520	,4	1,000868	,4	1,001323	,4	1,001880	,4	1,002531	,4	1,003273	,4	1,004099
11,5	1,000530	14,5	1,000882	17,5	1,001340	20,5	1,001900	23,5	1,002555	26,5	1,003299	29,5	1,004128
,6	1,000540	,6	1,000895	,6	1,001357	,6	1,001920	,6	1,002578	,6	1,003326	,6	1,004158
,7	1,000550	,7	1,000909	,7	1,001374	,7	1,001941	,7	1,002602	,7	1,003352	,7	1,004187
,8	1,000560	,8	1,000923	,8	1,001391	,8	1,001961	,8	1,002625	,8	1,003379	,8	1,004216
,9	1,000570	,9	1,000937	,9	1,001409	,9	1,001982	,9	1,002649	,9	1,003405	,9	1,004245
12,0	1,000580	15,0	1,000951	18,0	1,001427	21,0	1,002002	24,0	1,002672	27,0	1,003432	30,0	1,004275
,1	1,000591	,1	1,000965	,1	1,001445	,1	1,002023	,1	1,002696	,1	1,003458		
,2	1,000601	,2	1,000979	,2	1,001462	,2	1,002044	,2	1,002720	,2	1,003485		
,3	1,000612	,3	1,000993	,3	1,001480	,3	1,002065	,3	1,002745	,3	1,003513		
,4	1,000623	,4	1,001008	,4	1,001498	,4	1,002086	,4	1,002769	,4	1,003540		
12,5	1,000634	15,5	1,001022	18,5	1,001516	21,5	1,002107	24,5	1,002793	27,5	1,003567		
,6	1,000645	,6	1,001037	,6	1,001534	,6	1,002129	,6	1,002817	,6	1,003594		
,7	1,000656	,7	1,001052	,7	1,001552	,7	1,002151	,7	1,002842	,7	1,003621		
,8	1,000668	,8	1,001067	,8	1,001570	,8	1,002172	,8	1,002866	,8	1,003649		
,9	1,000679	,9	1,001082	,9	1,001589	,9	1,002194	,9	1,002891	,9	1,003676		

ANEKS V
MEĐUNARODNA TABELA ZA ALKOHOLNE JAKOSTI PRI 20°
 Tabela gustoća mješavine etanol-voda (Pyrex piknometar).

Gustoća pri t°C korigirana za održavanje u zraku

t°	Alkoholna jakost u % vol.												
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
0	999.64	1.50 998.14	1.44 996.70	1.40 995.30	1.35 993.95	1.30 992.65	1.24 991.41	1.19 990.22	1.14 989.08	1.10 987.98	1.05 986.93	1.00 985.93 0.95	
1	999.71	1.51 998.20	1.44 996.76	1.40 995.36	1.35 994.01	1.30 992.71	1.24 991.47	1.20 990.27	1.15 989.12	1.11 988.01	1.06 986.95	1.01 985.94 0.97	
2	999.76	1.51 998.25	1.45 996.80	1.40 995.40	1.35 994.05	1.30 992.75	1.25 991.50	1.20 990.30	1.16 989.14	1.11 988.03	1.07 986.96	1.02 985.94 0.98	
3	999.79	1.51 998.28	1.45 996.83	1.41 995.42	1.35 994.07	1.30 992.77	1.25 991.52	1.21 990.31	1.16 989.15	1.12 988.03	1.08 986.95	1.03 985.92 1.00	
4	999.81	1.51 998.30	1.46 996.84	1.40 995.44	1.36 994.08	1.30 992.78	1.26 991.52	1.21 990.31	1.17 989.14	1.13 988.01	1.09 986.92	1.04 985.88 1.00	
5	999.81	1.51 998.30	1.46 996.84	1.40 995.44	1.37 994.07	1.31 992.76	1.26 991.50	1.21 990.29	1.17 989.12	1.14 987.98	1.10 986.88	1.05 985.83 1.01	
6	999.80	1.51 998.29	1.46 996.83	1.41 995.42	1.36 994.06	1.32 992.74	1.27 991.47	1.22 990.25	1.18 989.07	1.14 987.93	1.10 986.83	1.06 985.77 1.03	
7	999.77	1.51 998.26	1.46 996.80	1.41 995.39	1.37 994.02	1.32 992.70	1.27 991.43	1.23 990.20	1.19 989.01	1.15 987.86	1.11 986.75	1.07 985.68 1.03	
8	999.72	1.50 998.22	1.46 996.76	1.42 995.34	1.37 993.97	1.32 992.65	1.27 991.38	1.24 990.14	1.19 988.95	1.16 987.79	1.12 986.67	1.08 985.59 1.05	
9	999.67	1.51 998.16	1.46 996.70	1.42 995.28	1.37 993.91	1.32 992.59	1.28 991.31	1.24 990.07	1.20 988.87	1.17 987.70	1.13 986.57	1.09 985.48 1.06	
10	999.60	1.51 998.09	1.46 996.63	1.42 995.21	1.37 993.84	1.33 992.51	1.28 991.23	1.25 989.98	1.20 988.78	1.17 987.60	1.14 986.46	1.10 985.36 1.06	
11	999.51	1.51 998.00	1.46 996.54	1.41 995.13	1.38 993.75	1.33 992.42	1.29 991.13	1.25 989.88	1.21 988.67	1.18 987.49	1.15 986.34	1.11 985.23 1.07	
12	999.41	1.50 997.91	1.46 996.45	1.42 995.03	1.38 993.65	1.34 992.31	1.29 991.02	1.25 989.77	1.22 988.55	1.19 987.36	1.15 986.21	1.12 985.09 1.08	
13	999.30	1.50 997.80	1.46 996.34	1.42 994.92	1.38 993.54	1.34 992.20	1.30 990.90	1.25 989.65	1.23 988.42	1.20 987.22	1.16 986.06	1.13 984.93 1.09	
14	999.18	1.50 997.68	1.46 996.22	1.43 994.79	1.38 993.41	1.34 992.07	1.30 990.77	1.26 989.51	1.23 988.28	1.21 987.07	1.17 985.90	1.13 984.77 1.11	
15	999.05	1.51 997.54	1.46 996.08	1.42 994.66	1.38 993.28	1.35 991.93	1.30 990.63	1.27 989.36	1.24 988.12	1.21 986.91	1.18 985.73	1.14 984.59 1.12	
16	998.90	1.50 997.40	1.46 995.94	1.43 994.51	1.38 993.13	1.35 991.78	1.31 990.47	1.27 989.20	1.25 987.95	1.21 986.74	1.18 985.55	1.15 984.40 1.13	
17	998.74	1.50 997.24	1.46 995.78	1.43 994.35	1.38 992.97	1.36 991.61	1.31 990.30	1.28 989.02	1.25 987.77	1.22 986.55	1.19 985.36	1.16 984.20 1.14	
18	998.57	1.50 997.07	1.46 995.61	1.42 994.19	1.39 992.80	1.36 991.44	1.32 990.12	1.28 988.84	1.26 987.58	1.23 986.35	1.20 985.15	1.17 983.98 1.14	
19	998.39	1.50 996.89	1.46 995.43	1.43 994.00	1.39 992.61	1.36 991.25	1.32 989.93	1.29 988.64	1.26 987.38	1.23 986.15	1.21 984.94	1.10 983.76 1.16	
20	998.20	1.50 996.70	1.46 995.24	1.43 993.81	1.39 992.42	1.36 991.06	1.33 989.73	1.29 988.44	1.27 987.17	1.24 985.93	1.22 984.71	1.19 983.52 1.16	

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

Alkoholna jakost % vol.																								
i°	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29														
20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,14	966,96	1,15	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,2	960,95	1,29
21	973,20	0,36	972,11	0,37	971,02	1,11	969,91	0,40	968,79	0,42	967,66	0,44	966,51	0,45	965,35	0,46	964,15	0,49	962,94	0,50	961,69	0,52	960,42	0,53
22	972,84	1,10	971,74	1,12	970,62	1,12	969,50	0,41	968,37	0,42	967,22	0,44	966,06	0,45	964,87	0,48	963,66	0,49	962,43	0,51	961,17	0,52	959,88	1,32
23	972,47	0,37	971,35	0,39	970,22	1,14	969,08	0,42	967,94	0,43	966,77	0,45	965,59	0,47	964,39	0,48	963,17	0,51	961,92	0,51	960,64	0,53	959,33	1,33
24	972,09	1,14	970,95	1,14	969,81	1,15	968,66	0,42	967,50	0,44	966,32	0,45	965,12	0,47	963,90	0,49	962,66	0,51	961,40	0,52	960,10	0,54	958,78	1,35
25	971,70	1,15	970,55	1,16	969,39	1,16	968,23	1,18	967,05	1,20	965,85	1,21	964,64	1,23	963,41	1,26	962,15	1,28	960,87	1,31	959,56	1,3	958,23	1,37
26	971,30	0,40	970,14	0,41	968,97	1,18	967,79	0,44	966,59	0,46	965,38	0,47	964,15	0,49	962,91	0,50	961,64	0,51	960,34	0,53	959,02	0,54	957,66	1,38
27	970,90	1,16	969,72	1,18	968,54	1,20	967,34	0,45	966,13	0,46	964,90	0,48	963,66	1,24	962,40	0,51	961,11	0,53	959,80	1,34	958,46	0,56	957,10	1,40
28	970,49	0,41	969,29	0,43	968,09	1,21	966,88	0,46	965,66	0,47	964,42	0,48	963,16	0,50	961,88	0,52	960,57	0,54	959,24	1,35	957,89	0,57	956,51	1,41
29	970,07	1,21	968,86	0,43	967,64	1,23	966,41	0,47	965,17	0,48	963,92	0,50	962,64	1,28	961,35	0,53	960,04	0,55	958,69	1,36	957,33	0,56	955,93	1,42
30	969,63	1,22	968,41	0,45	967,18	1,24	965,94	0,47	964,68	0,49	963,42	0,50	962,13	1,31	960,82	0,53	959,49	0,55	958,14	1,39	956,75	0,58	955,35	1,44
31	969,19	1,23	967,96	0,45	966,72	1,26	965,46	0,48	964,19	0,49	962,91	0,51	961,61	1,32	960,29	0,53	958,94	0,55	957,57	1,40	956,17	0,58	954,75	1,44
32	968,75	1,25	967,50	0,46	966,25	1,27	964,98	0,48	963,69	0,50	962,40	0,51	961,08	1,33	959,75	0,54	958,38	0,55	957,00	1,41	955,59	0,58	954,16	1,46
33	968,30	1,26	967,04	0,46	965,77	1,28	964,49	0,49	963,19	0,50	961,88	0,52	960,55	1,35	959,20	0,55	957,82	0,57	956,43	1,43	955,00	0,59	953,55	1,47
34	967,84	1,27	966,57	0,47	965,28	1,29	963,99	0,50	962,68	0,51	961,35	0,53	960,01	1,37	958,64	0,56	957,26	0,58	955,84	1,43	954,41	0,59	952,95	1,49
35	967,38	1,29	966,09	0,48	964,79	1,31	963,48	0,51	962,16	0,52	960,82	0,53	959,46	1,38	958,08	0,56	956,68	0,58	955,26	1,45	953,81	0,60	952,33	1,50

36	0,47 966,91	1,30	965,61	1,32	964,29	1,32	962,97	1,34	961,63	1,35	960,28	1,37	958,91	1,40	957,51	1,41	956,10	1,44	954,66	1,46	953,20	1,49	951,71	1,51
37	0,48 966,43	1,31	965,12	1,33	963,79	1,34	962,45	1,35	961,10	1,37	959,73	1,38	958,35	1,41	956,94	1,43	955,51	1,45	954,06	1,47	952,59	1,49	951,09	1,53
38	0,49 965,94	1,32	964,62	1,34	963,28	1,35	961,93	1,37	960,56	1,38	959,18	1,40	957,78	1,42	956,36	1,44	954,92	1,46	953,46	1,49	951,97	1,50	950,46	1,54
39	0,49 965,45	1,33	964,12	1,36	962,76	1,36	961,40	1,38	960,02	1,40	958,62	1,41	957,21	1,43	955,78	1,46	954,32	1,47	952,85	1,50	951,35	1,51	949,82	1,55
	0,49		0,51	0,52	0,52	0,54	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,57	0,58	0,58	0,59	0,59	0,60	0,60	0,61	0,62	0,63	0,63	0,64	0,64
40	964,96	1,35	963,61	1,37	962,24	1,38	960,86	1,39	959,47	1,41	958,06	1,43	956,63	1,44	955,19	1,47	953,72	1,49	952,23	1,51	950,72	1,53	949,18	1,57