Dan id-dokument ġie magħmul bil-ħsieb li jintuża bħala għodda ta' dokumentazzjoni u l-istituzzjonijiet ma jassumu l-ebda responsabbiltà għall-kontenut tiegħu

►**B** **IR-REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (KEE) Nru 2870/2000**

tad-19 ta' Diċembru 2000

li jistabbilixxi l-metodi Komunitarji ta' referenza għall-analiżi tax-xorb spirituż

(OJ L 333, 29.12.2000, p. 20)

Emendat minn:

		Ġurnal Uffiċjali		
		Nru	Paġna	Data
►**M1**	Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru. 2091/2002 tas-26 ta' Novembru 2002	L 322	11	27.11.2002

▼B

IR-REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (KEE) Nru 2870/2000

tad-19 ta' Diċembru 2000

li jistabbilixxi l-metodi Komunitarji ta' referenza għall-analiżi tax-xorb spirituż

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ

Wara li kkunsidrat it-Trattat li jistabbilixxi l-Komunità Ewropea,

Wara li kkunsidrat ir-Regolament tal-Kunsill (KEE) Nru 1576/89 tad-29 ta' Mejju 1989 li jipprovdi r-regoli ġenerali għad-definizzjoni, id-deskrizzjoni u l-preżentazzjoni tax-xorb spirituż [1], kif l-aħħar emendat bl-Att ta' l-Adeżjoni ta' l-Awstrija, il-Finlandja u l-Isvezja, u b'mod partikolari l-Artikolu 4(8) tiegħu

Billi:

(1) L-Artikolu 4(8) tar-Regolament (KEE) Nru 1576/89 jipprovdi illi jiġu adottati l-metodi li jridu jintużaw għall-analiżi tax-xorb spirituż. Il-metodi tar-riferiment għandhom jintużaw sabiex jiġi żgurat it-tħaris tar-Regolament (KEE) Nru 1576/89 u r-Regolament tal-Kummissjoni (KEE) Nru 1014/90 tal-24 ta' April 1990 li jistabbilixxi r-regoli ddettaljati ta' implimentazzjoni, id-deskrizzjoni u l-preżentazzjoni tax-xorb spirituż [2], kif l-aħħar emendat bir-Regolament (KE) Nru 2140/98 [3], meta jsir kull kontroll uffiċjali jew fil-każ ta' kull kontroversja.

(2) Safejn u sakemm huwa possibbli, ikun utili li jiġu adottati u deskritti bħala metodi analitiċi Komunitarji tar-riferiment il-metodi kkonoxxuti b'mod ġenerali.

(3) Sabiex jitqiesu l-avvanzi xjentifiċi u tad-differenzi fit-tagħmir tal-laboratorji uffiċjali, għandu jkun permess l-użu ta' metodi msejsa fuq prinċipji tal-kejl għajr dawk tal-metodi ta' riferiment deskritti fl-Anness ta' ma' hawn taħt ir-responsabbiltà tad-direttur tal-laboratorju, meta dawn il-metodi joffru garanziji adegwati rigward ir-riżultati u b'mod partikolari jissodisfaw il-kriterji fissati fl-Anness mad-Direttiva tal-Kunsill 85/591/KEE tal-20 ta' Diċembru 1985 li tirrigwarda l-introduzzjoni ta' metodi Komunitarji tat-teħid tal-kampjuni u ta' l-analiżi sabiex jiġu monitorjati l-oġġetti ta' l-ikel maħsuba għall-konsum mill-bniedem [4] u jekk jista' jintwera illi l-varjazzjoni fl-eżattezza, l-abbiltà tat-tennija u r-riproduċibbiltà tar-riżultati miksuba jkunu fil-limiti ta' dawk miksuba bl-użu tal-metodi tar-riferiment deskritti f'dan ir-Regolament. Jekk tiġi sodisfatta din il-kondizzjoni, għandu jkun permess l-użu ta' metodi analitiċi oħra. Madankollu, huwa importanti li jiġi speċifikat illi f'każi ta' kontroversja, metodi oħra ma jridux jibdlu l-metodi tar-riferiment.

(4) Il-miżuri pprovvduti f'dan ir-Regolament huma skond l-opinjoni tal-Kumitat ta' l-Implimentazzjoni tax-Xorb Spirituż,

ADOTTAT DAN IR-REGOLAMENT:

---

[1] ĠU L 160, tat-12.6.1989, p. 1.
[2] ĠU L 105, tal-25.4.1990, p. 9.
[3] ĠU L 270, tas-7.10.1998, p. 9.
[4] ĠU L 372, tal-31.12.1985, p. 50.

▼B

Artikolu 1

Il-metodi Komunitarji tar-riferiment għall-analiżi tax-xorb spirituż sabiex tiġi żgurata l-konformità mar-Regolament (KEE) Nru 1576/89 u r-Regolament (KEE) Nru 1014/90:

— meta jsir kull kontroll uffiċjali, jew

— fil-każ ta' kontroversja,

għandhom ikunu dawk iddikjarati fl-Anness ta' ma' hawn.

Artikolu 2

Minkejja l-ewwel inċiż ta' l-Artikolu 1, għandhom ikunu permessi metodi analitiċi oħra, taħt ir-responsabbiltà tad-direttur tal-laboratorju, bil-kondizzjoni illi l-eżattezza u l-preċiżjoni (il-kapaċita tat-tennja u r-riproduċibbiltà) tal-metodi jkunu mill-inqas ekwivalenti għal dawk tal-metodi analitiċi tar-riferiment rilevanti mogħtija fl-Anness.

Artikolu 3

Meta l-metodi analitiċi Komunitarji tar-riferiment ma jkunx stabbiliti għall-kxif u l-kwantifikazzjoni tas-sustanzi li jkunu f'xarba spirituża partikolari, għandhom jintużaw il-metodi li ġejjin:

(a) il-metodi analitiċi li huma vvalidati sa proċeduri kkonoxxuti internazzjonalment u b'mod partikolari jissodisfaw il-kriterji ffisati fl-Anness mad-Direttiva 85/591/KEE;

(b) il-metodi analitiċi li jikkonformaw ma' l-i*standards* irrakkommandati ta' l-Organizzazzjoni Internazzjonali ta' l-Istandardizazzjoni (*ISO*);

(ċ) il-metodi analitiċi kkonoxxuti mill-Assmblea Ġenerali ta' l-Uffiċċju Internazzjonali tad-Dwieli u l-Inbid (*OIV*) u ppublikati minn dan l-uffiċċju;

(d) fin-nuqqas ta' metodu kif indikat fil-(a), fil-(b) jew fiċ-(ċ), għarraġuni ta' l-eżattezza, il-kapaċità tat-tennija u r-reproduċibbiltà:

— metodu analitiku approvat mill-Istat Membru interessat,

— meta meħtieġ, kull metodu analitiku ieħor xieraq.

Artikolu 4

Għall-għanijiet ta' dan ir-Regolament:

(a) "il-limitu tal-kapaċità tat-tennija": għandu jkun il-valur inqas jew ugwali li għalih id-differenza assoluta bejn ir-riżultati ta' żewġ testijiet miksuba taħt il-kondizzjonijiet tal-kapaċità tat-tennija (l-istess operatur, l-istess apparat, l-istess laboratorju u intervall qasir taż-żmien) tista' tkun mistennija li jkollha l-probabbilità ta' 95 % ġ*ISO 3534-1*ħ;

(b) "il-limitu tar-riproduċibbiltà": għandu jkun il-valur inqas jew egwali li għalih id-differenza assoluta bejn ir-riżultati ta' żewġ testijiet miksuba taħt il-kondizzjonijiet tar-reproduċibbiltà (operaturi differenti, apparat differenti, laboratorji differenti) tista' tkun mistennija li jkollha l-probabbiltà ta' 95 % ġ*ISO 3534-1*ħ;

(ċ) "eżattezza": għandha tkun il-qrubija tal-qbil bejn ir-riżultat ta' test u u l-valur tar-riferiment aċċettat ġISO 3534-1ħ.

▼B

Artikolu 5

Dan ir-Regolament għandu jidħol fis-seħħ fis-seba' jum wara l-publikazzjoni tiegħu fil-*Ġurnal Uffiċjali tal-Komunitajiet Ewropej.*

Għandu jibda japplika mill-1 ta' Jannar 2001.

Dan ir-Regolament għandu jkun jorbot fl-intier tiegħu u japplika direttament fl-Istati Membri kollha.

▼B

L-ANNESS

ID-DESKRIZZJONI TAL-METODI ANALITIĊI TAR-RIFERIMENTI-qawwa alkolika skond il-volum

I Kif jiġu stabbiliti s-sustanzi volatili u l-metanol

L-Appendiċi I: It-Tħejjija tad-distillat

L-Appendiċi II: Il-Kejl tad-densità tad-distillat

— Il-Metodu A = Il-Piknometrija

— Il-Metodu B = Id-Densimetrija elettronika

— Il-Metodu Ċ = Id-Densimetrija bl-użu tal-miżien idrostatiku

II Kif jiġi stabbilit l-estratt niexef totali bil-gravimetrija

III. Kif jiġu stabbiliti s-sustanzi volatili u l-metanol

III.1 Rimarki Ġenerali

III.2 Il-Konġeneri volatili:

III.3 l-aldeidi, l-alkoli ogħla, l-etil aċetat u l-metanol (kromatografija bil- gass)

IV. L-Aċidità volatili (*p.m.*)

V. L-aċidu idroċjaniku ►**M1** ——————— ◄

VI. L-Anetol ►**M1** ——————— ◄

VII L-Aċidu gliċirriżiku ►**M1** ——————— ◄

VIII It-tipi totali taz-Zokkor (*p.m.*)

IX. L-Isfar tal-bajd ►**M1** ——————— ◄

▼B

I. KIF TIĠI STABBILITA L-QAWWA ALKOLIKA SKOND IL-VOLUM FIX-XORB SPIRITUŻ

Introduzzjoni

Il-metodu tar-riferiment jinkludi żewġ Appendiċi:

L-appendiċi I: It-tħejjija tad-distillat

L-Appendiċi II: Il-kejl tad-densità tad-distillat

1. **L-Iskop**

Il-metodu huwa xieraq għalbiex jistabbilixxi l-qawwa alkolika reali skond il-volum fix-xorb spirituż.

2. **Ir-Riferimenti Normattivi**

L-ISO 3696:1987: L-ilma għall-użu analitiku fil-laboratorju - l-ispeċifikazzjonijiet u l-metodi tat-

3. **It-termini u d-definizzjonijiet**

3.1. *It-temperatura tar-riferiment*:

It-temperatura tar-riferiment sabiex tiġi stabbilita l-qawwa alkolika skond il-volum, id-densità u l-gravità speċifika tax-xorb spirituż hija 20°Ċ.

Nota 1: L-espressjoni "f'temperatura ta' t°Ċ" hija riżervata għal meta jiġu stabbiliti kollha (id-densità jew il-qawwa alkolika skond il-volum) espressi f'temperatura għajr it-temperatura tar-riferiment ta' 20°Ċ.

3.2. *Id-Densità*:

Id-densità hija l-massa għal kull unità tal-volum in vacuo fix-xorb spirituż f'temperatura ta' 20 °Ċ. Hija espressa f'kilogrammi għal kull metru kubu u s-simbolu tagħha huwa $\tilde{n}_{20}$°Ċ jew $\tilde{n}_{20}$.

3.3. Il-Gravità speċifika:

Il-gravità speċifika hija l-proporzjon, espress bħala numru deċimali, tad-densità tax-xorb spirituż f'temperatura ta' 20 °Ċ mad-densità ta' l-ilma fl-istess temperatura. Hija murija bis-simbolu $d_{20\ °Ċ/20\ °Ċ}$ jew $d_{20/20}$, jew sempliċement d meta ma jkunx hemm l-ebda possibbiltà ta' konfuzjoni. Il-karatteristika li kienet imkejla trid tkun speċifikata fuq iċ-ċertifikat ta' l-assaġġ bl-użu biss tas-simboli definiti hawn fuq.

Nota 2: Huwa possibbli li tinkiseb il-gravità speċifika mid-densità $\tilde{n}_{20}$ f'temperatura ta' 20 °Ċ:

$p_{20} = 998{,}203 \times d_{20/20} = p_{20}/998{,}203$

fejn id-998,203 huwa d-densità ta' l-ilma f'temperatura ta' 20 °Ċ.

3.4. *Il-qawwa alkolika reali skond il-volum*:

Il-qawwa alkolika reali skond il-volum tax-xorb spirituż hija egwali għan-numru ta' litri ta' l-etil alkol li jkun jinsab f'100 l ta' taħlita ta' l-ilma ma' l-alkohol li jkollha l-istess densità bħall-alkol jew l-ispirtu wara d-distillazzjoni. Il-valuri tar-riferiment għall-qawwa ta' l-alkol skond il-volum (% vol) f'temperatura ta' 20 °Ċ kontra d-densità f'temperatura ta' 20 °Ċ għal taħlitiet differenti ta' l-ilma ma' l-alkohol li jridu jintużaw huma dawk mogħtija fit-tabella internazzjonali adottata mill-Organizzazzjoni Internazzjonali tal-Metroloġija Legali fir-Rakkommandazzjoni tagħha Nru 22.

L-ekwazzjoni ġenerali li għandha x'taqsam mal-qawwa alkolika skond il-volum u d-densità ta' taħlita ta' ilma ma' l-alkol f'temperatura partikolari hija mogħtija fil-paġna 40 tal-Kapitolu 3 "Il-qawwa alkolika skond il-volum" ta' l-Anness mar-Regolament tal-Kummissjoni (KEE) Nru 2676/90 (ĠU L 272, tat-3.10.1990, p. 1) jew fil-manwal tal-metodi ta' l-analiżi tal-OIV (1994) (p. 17).

Nota 3: Għall-likuri u l-kremi li tagħhom huwa diffiċli li jitkejjel il-volum bl-eżatt, irid jintiżen il-kampjun u l-qawwa alkolika tiġi kkalkolata l-ewwel skond il-massa.

▼B

Il-formola ta' konverżjoni:

Il-formola ta' konverżjoni

$$\text{Il-qawwa alkolika skond il-volum (\% vol)} = \frac{\text{ASM (\% mass)} \times P_{20}\text{(il-kampjun)}}{P_{20}\text{(alcohol)}}$$

fejn

ASM = il-qawwa alkolika skond il-massa,

P_{20} *(alkol)* = 789,24 kg/m^3

4. **Il-prinċipju**

Wara d-distillazzjoni, il-qawwa alkolika skond il-volum tad-distillat tiġi stabbilita bil-piknometrija, id-densimetrija elettronika, jew id-densimetrija bl-użu ta' miżien idrostatiku.

▼B

L-APPENDICI I: IT-THEJJIJA TAD- DISTILLAT

1. **L-iskop**

Il-metodu huwa addattat għat-tħejjija tad-distillati li għandhom jintużaw sabiex tiġi stabbilita l-qawwa alkolika reali skond il-volum tax-xorb spirituż.

2. **Il-prinċipju**

L-ispirti jiġu ddistillati għalbiex jiġu mifruda l-etil alkol u komponenti oħra volatili mill-materjal estrattiv (is-sustanzi li ma jiddistillawx).

3. **Ir-Reaġenti u l-Materjali**

3.1. Il-granuli ta' kontra l-ħbit ma' xulxin.

3.2. L-emulsjoni kkonċentrata ta' kontra r-ragħwa (għall-likuri krema).

4. **L-apparat u t-tagħmir**

L-apparat normali tal-laboratorju u b'mod partikolari dan li ġej:

4.1. Banju ta' l-ilma li kapaċi jinżamm bejn il-10°Ċ u l-15-il °Ċ.

Banju ta' l-ilma li kapaċi jinżamm f'temperatura ta' 20°Ċ (+/-0,2°Ċ).

4.2. Fjasketti volumetriċi tal-Klassi A, ta' 100 ml u 200 ml, li jkun ġew iċċertifikati għal 0,1 % u 0,15 % rispettivament.

4.3. L-apparat tad-distillazzjoni:

4.3.1. Il-ħtiġijiet ġenerali

L-apparat tad-distillazzjoni jrid jissodisfa l-ispeċifikazzjonijiet li ġejjin:

— in-numru tal-ġonot ma jridx ikun aktar mill-minimu strett meħtieġ sabiex jiżgura illi s-sistema ma tnixxix, l-inklużjoni ta' mekkaniżmu maħsub sabiex jipprevjieni l-primitura (it-tkaxkir tal-likwidu jagħli mill-fwar) u sabiex jirregolarizza r-rata tad-distillazzjoni tal-fwar mgħobbi bl-alkohol,

— il-kondensazzjoni rapida u kompleta tal-fwar ta' l-alkohol,

— il-ġbir tal-frazzjonijiet ta' l-ewwel distillazzjoni f'medju ilmi.

— Is-sors tas-sħana jrid jintuża b'diffuser tas-sħana addattat għalbiex jipprevjieni kull reazzjoni piroġenika

li tinvolvi l-materjal estrattiv.

4.3.2. Eżempju ta' apparat addattat tad-distillazzjoni huwa muri fil-Figura1u jinkludi l-partijiet li ġejjin:

— fjaskett bil-qiegħ ittundjat, ta' litru 1, b'ġonta tal-ħġieġ immattjat standardizzat,

— kolonna tar-rettifikazzjoni ta'mill-inqas 20 ċm għoli (kolonna Vigreux, per eżempju),

— konnettur minkeb b'kondensatur bix-xifer dritt ta' xi 10 ċm tul (kondensatur tat-tip West) iffittjat vertikalment,

— koljatura tat-tkessiħ, ta' 40 ċm tul,

— tubu mtawwal, li jieħu d-distillat lejn il-qiegħ ta' fjaskett tal-ġbir iggradat li jkun fih ammont żgħir ta' ilma.

Nota: L-apparat deskritt hawn fuq huwa maħsub għal kampjun ta' mill-inqas 200 ml. Madankollu, kampjun iżgħar (ta' 100 ml) jista' jiġi distillat bl-użu ta' fjaskett iżgħar tad-distillazzjoni, sakemm jintużaw ras għal kontra t-titjir ta' l-ilma jew mekkaniżmu ieħor li jipprevjieni t-tkaxkir ta' l-ilma.

5. **Il-ħażna tal-kampjuni tat-test**

Il-kampjuni għandhom jinħażnu f'temperatura tal-kamra qabel l-analiżi.

6. **Il-proċedura**

Kumment preliminari:

▼B

Id-distillazzjoni tista' wkoll tkun bil-proċedura ppubblikata mill-IUPAC (1968).

6.1. Il-verifika ta' l-apparat tad-distillazzjoni:

L-apparat użat għandu jkun kapaċi għal dan li ġej:

Id-distillazzjoni ta' 200 ml ta' taħlita ta' ilma ma' l-alkol b'konċentrazzjoni magħrufa qrib il-50 % vol ma tridx tikkawża telf ta' alkohol ta' aktar minn 0,1 % vol.

6.2. Ix-xorb spirituż b'qawwa alkolika taħt l-50 % vol.

Kejjel 200 ml ta' l-ispirtu fil-fjaskett volumentriku.

Irreġistra t-temperatura ta' dan il-likwidu, jew żommha f'temperatura standard (20°Ċ).

Ferragħ il-kampjun fil-fjaskett tal-qiegħ ittundjat ta' l-apparat tad-distillazzjoni u laħlaħ il-fjaskett volumetriku bi tliet alikwoti b'kull waħda ta' madwar 20 ml ta' ilma distillat. Żid kull alikwota ta' l-ilma tat-tlaħliħ mal-kontenut tal-fjaskett tad-distillazzjoni.

Nota: Din id-dilwita ta' 60 ml hija bizzejjed għall-ispirti li jkun fihom anqas minn 250 g ta' estratt niexef għal kull litru. Inkella, sabiex tipprevjieni l-pirolisi, il-volum ta' l-ilma tat-tlaħliħ irid ikun mill-anqas 70 ml jekk il-konċentrazzjoni ta' l-estratt niexef tkun 300 g/l, 85 ml għal kull 400 g/l ta' l-estratt niexef, u 100 ml għal kull 500 g/l ta' l-estratt niexef (uħud mil-likuri jew mill-kremi tal-frott). Aġġusta dawn il-volumi proporzjonalment għall-volumi tal-kampjuni differenti.

Żid ftit granuli ta' kontra l-ħbit ma' xulxin (3.1) (u ta' kontra r-ragħwa għall-likuri tal-krema).

Ferragħ 20 ml ta' ilma distillat fil-fjaskett volumetriku ta' 200 ml li jrid jiġi wżat biex iżomm id-distillat. Dan il-fjaskett irid mbagħad jitqieghed f'banju ta' l-ilma kiesaħ (4.1) (minn 10 sa 15-il °Ċ għax-xorb spirituż bit-togħma ta' l-aniżetta).

Iddistilla, filwaqt li tevita t-tkaxkir u l-ħruq faħam, billi kultant tħawwad il-kontenut tal-fjaskett, sakemm il-livell tad-distillat ikun ftit millimetri taħt il-marka tal-kalibrazzjoni tal-fjaskett volumetriku.

Meta t-temperatura tad-distillat tkun tnizzlet sa qrib iż-0,5°Ċ tat-temperatura oriġinali tal-likwidu, żid sal-marka bl-ilma ddistillat u ħallat sew.

Dan id-distillat jintuża sabiex tiġi stabbilita l-qawwa alkolika skond il-volum (Appendiċi II)

6.3. Ix-xorb spirituż b'qawwa alkolika ta' iktar minn 50 % vol.

Kejjel 100 ml mix-xorb spirituż fi fjaskett volumetriku ta' 100 ml u ferragħ fil-fjaskett tal-qiegħ ittundjat ta' l-apparat tad-distillazzjoni.

Laħlaħ il-fjaskett volumetriku numru ta' drabi bl-ilma ddistillat u żid it-tlaħliħ mal-kontenut tal-fjaskett tad-distillazzjoni bil-qiegħ ittundjat. Uża bizzejjed ilma sabiex iżżid il-kontenut tal-fjaskett sa madwar 230 ml.

Ferragħ 20 ml ta' l-ilma ddistillat fil-fjaskett volumetriku ta' 200 ml li jrid jiġi wżat għalbiex iżomm id-distillat. Dan il-fjaskett irid imbagħad jitqieghed fil-banju ta' l-ilma kiesaħ (4.1) (minn 10 sa 15-il °Ċ għax-xorb spirituż bit-togħma ta' l-anisetta).

Iddistilla, billi kultant tħawwad il-kontenut, sakemm il-livell tad-distillat ikun ftit millimetri taħt il-marka tal-kalibrazzjoni tal-fjaskett volumetriku ta' 200-ml.

Meta t-temperatura ta' dan id-distillat tkun tnizzlet sa qrib iż-0,5°Ċ tat-temperatura oriġinali tal-likwidu, żid sal-marka bl-ilma ddistillat u ħallat sewwa.

Dan id-distillat jintuża sabiex tiġi stabbilita l-qawwa alkolika skond il-volum (Appendiċi II)

Nota: Il-qawwa alkolika skond il-volum tax-xorb spirituż hija d-doppju tal-qawwa alkolika tad-distillat.

▼B

APPENDIĊI II: IL-KEJL TAD-DENSITÀ TAD-DISTILLAT

IL-METODU A: KIF TIĠI STABBILITA L-QAWWA ALKOLIKA REALI SKOND IL-VOLUM TAX-XORB SPIRITUŻ - IMKEJJEL BIL-PIKNOMETRIJA

A.1. **Il-prinċipju**

Il-qawwa alkolika skond il-volum tinkiseb mid-densità tad-distillat imkejla bil-piknometrija.

A.2. **Ir-Reaġenti u l-Materjali**

Matul l-analiżi, għajr jekk iddikjarat xorta oħra, uża biss reaġenti ta' grad analitiku konoxxut u ilma ta' mill-inqas il-grad 3 kif iddefinit fl-3696:1987.

A.2.1. Is-soluzzjoni tal-klorur tas-sodju (2 % w/v)

Sabiex tħejji litru 1, iżen 20 g tal-klorur tas-sodju u dewweb sa litru 1 bl-użu ta' l-ilma.

A.3. **L-apparat u t-tagħmir**

L-apparat tas-soltu tal-laboratorju u b'mod partikolari dan li ġej.

A.3.1. Miżien analitiku li kapaċi jaqra sa 0,1 mg.

A.3.2. Termometru, b'ġonta tal-ħġieġ immattjat, ikkalibrat f'parti minn kull 10 ta' grad minn 10 sa 30 °Ċ. Dan it-termometru għandu jkun iċċertifikat u vverifikat ma' termometru ċertifikat.

A.3.3. Piknometru tal-ħġieġ tal-*Pyrex* tal-kapaċità ta' 100 ml volum iffittjat b'termometru ta' ħġieġ immattjat li jista' jinqala (A.3.2). Il-piknometru għandu tubu fil-ġenb ta' 25 mm tul u 1 mm (massimu) fid-dijametru intern li jintemm b'ġonta konikali mmattjata. Jistgħu jintużaw piknometri oħra kif deskritti fl-3507, p.e. ta' 50 ml jekk xieraq.

A.3.4. Fjaskett tat-tara ta' l-istess volum estern (sa qrib 1 ml) bħall-piknometru u b'massa daqs il-massa tal-piknometru mimli b'likwidu ta' densità 1,01 (is-soluzzjoni tal-klorur tas-sodju A.2.1).

A.3.5. Ġakketta iżolata termalment li tiffittja eżatt il-korp tal-piknometru.

Nota 1: Il-metodu sabiex jiġu stabbiliri d-densitajiet *in vacuo* ta' l-ispirti jitlob għall-użu ta' miżien b'żewġ kefef, piknometru u fjaskett tat-tara ta' l-istess volum estern fuq barra sabiex jikkanċella l-effett ta' tal-galleġġjament ta' l-arja f'kull mument. Dan il-metodu sempliċi jista' jiġi applikat bl-użu ta' miżien b'keffa waħda sakemm il-fjaskett tat-tara jerġa' jintiżen sabiex jiġu mmonitorjati l-bidliet fil-galleġġjament ta' l-arja matul il-ħin.

A.4. **Il-proċedura**

Kummenti preliminari:

Il-proċedura li ġejja hija deskritta għall-użu ta' piknometru ta' 100-ml sabiex tiġi stabbilita l-qawwa alkolika; din tagħti l-akbar preċiżjoni. Madankollu, huwa possibbli li jintuża piknometru iżgħar, per eżempju ta' 50 ml.

A.4.1. Il-kalibrazzjoni tal-piknometru

Il-piknometru jiġi kkalibrat billi jiġu stabbiliti l-parametri li ġejjin:

— it-tara tal-piknometru battal,

— il-volum tal-piknometru f'temperatura ta' 20°Ċ,

— il-massa tal-piknometru mimli bl-ilma f'temperatura ta' 20 °Ċ,

A.4.1.1. Il-kalibrazzjoni bl-użu ta' miżien ta' keffa waħda:

Istabbilixxi:

— il-massa tal-piknomentru nadif u niexef (P),

— il-massa tal-piknometru mimli bl-ilma f'temperatura ta' t °Ċ (P1),

— il-massa tal-fjaskett tat-tara (T0).

▼B

A.4.1.1.1. Iżen il-piknometru nadif u niexef (P),

A.4.1.1.2. Imla l-piknometru b'attenzjoni bl-ilma ddistillat f'tempetatura ambjentali u iffittja t-termometru.

Ixxotta b'attenzjoni l-piknometru u qiegħdu fil-ġakketta iżolata termalment.Hawwad billi taqleb il-kontenitur rasu 'l isfel sakemm il-qari tat-temperatura tat-termometru jkun kostanti.

Iffissa l-piknometru livell max-xifer ta' fuq tat-tubu tal-ġenb. Aqra t-temperatura t °Ċ b'attenzjoni u fejn meħtieġ ikkorreġi għal xi ineżattezzi fl-iskala tat-temperatura.

Iżen il-piknometru mimli bl-ilma (P1).

A.4.1.1.3. Iżen il-fjaskett tat-tara (T0).

A.4.1.1.4. Il-kalkolu

— It-tara tal-piknometru battal = P - m

fejn il-m hija l-massa ta' l-arja fil-piknometru.

il-m = 0,0012 x (P1 - P)

Nota 2: Iż-0,0012 hija d-densità ta' l-arja niexfa f'temperatura ta' 20 °Ċ bi pressa ta' 760 mm Hg

— Il-volum tal-piknometru f'temperatura ta' 20°Ċ:

$$\dot{C}_{20°\dot{C}} = [P1 - (P - m)] \times F_t,1$$

fejn il-F_t hija l-fattur għat-temperatura t °Ċ meħuda mit-Tabella I tal-Kapitolu 1 "Id-Densità u l-gravità speċifika ta' l-Anness mar-Regolament (KEE) Nru 2676/90 (p. 10)."

Il-V_{20}°Ċ għandha tkun magħrufa sa l-eqreb 0,001 ml.

— Il-massa ta' l-ilma fil-piknometru f'temperatura ta' 20 °Ċ:

$$M_{20\,°\dot{C}} = V_{20\,°\dot{C}} \times 0,998203$$

hija d-densità ta' l-ilma f'temperatura ta' 20°Ċ.

Nota 3: Meta meħtieġ, jista' jintuża l-valur 0,99715 tad-densità fl-arja u l-qawwa alkolika tiġi kalkolata b'riferiment għad-densità li tikkorrispondi fit-tabelli tal-*HM Customs and Excise* fl-arja.

A.4.1.2. Il-metodu tal-kalibrazzjoni bl-użu ta' miżien ta' żewġ keffef

A.4.1.2.1. Qiegħed il-fjaskett tat-tara fil-keffa tax-xellug u l-piknometru nadif u niexef bit-tapp tiegħu tal-ġbir fil-keffa tal-lemin. Ibbilanċjhom billi tqiegħed piżijiet fuq in-naħa tal-piknometru: ta' p grammi.

A.4.1.2.2. Imla l-piknometru b'attenzjoni bl-ilma distillat f'temperatura ambjentali u ffittja t-termometru; ixxotta sewwa l-piknometru u qiegħdu fil-ġakketta iżolata termalment; ħawwad billi taqleb rasu 'l isfel il-kontenitur sakemm il-qari tat-temperatura tat-termometru jkun kostanti.

Aġġusta bil-preċiż il-piknometru livell max-xifer ta' fuq tat-tubu tal-ġenb. Naddaf it-tubu tal-ġenb, iffittja t-tapp tal-ġbir; aqra t-temperatura t °Ċ b'attenzjoni u meta meħtieġ ikkorreġi għalkull ineżattezza fl-iskala tat-temperatura.

Iżen il-piknometru mimli bl-ilma, bil-p' ikun il-piż fi grammi li jwassal għall-ekwilibriju.

▼B

A.4.1.2.3. Il-kalkolu

— It-tara tal-piknometru battal = p + m

fejn il-m hija l-massa ta' l-arja fil-piknometru.

il-m- = 0,0012 x (p- p')

— Il-volum tal-piknometru f'temperatura ta' 20 °Ċ:

$\dot{C}_{20°\dot{C}} = (P + m - p') \times F_t,1$

fejn il-F_t hija l-fattur għat-temperatura t °Ċ meħuda mit-Tabella I tal-Kapitolu 1 "Id-Densità u l-Gravità speċifika" ta' l-Anness mar-Regolament (KEE) Nru 2676/90 (p. 10).

Il-$V_{20\ °\dot{C}}$ trid tkun magħrufa sa l-eqreb 0,001 ml.

— Il-massa ta' l-ilma fil-piknometru f'temperatura ta' 20°Ċ:

$M_{20\ °\dot{C}} = V_{20\ °\dot{C}} M$

fejn iż-*0,998203* hija d-densità ta' l-ilma f'temperatura ta' 20°Ċ.

A.4.2. Kif tiġi stabbilita l-qawwa alkolika tal-kampjun tat-test

A.4.2.1. A.4.2.1. Bl-użu ta' miżien ta' keffa waħha:

A.4.2.1.1. A.4.2.1.1. Iżen il-fjaskett tat-tara, piż T1.

A.4.2.1.2. Iżen il-piknometru bid-distillat imħejji (ara l-Appendiċi I), il-P2 huwa l-piż tiegħu f'temperatura t °Ċ.

A.4.2.1.3. Il-Kalkolu

— dT = TI - T0-

— Il-'-' huwa l-massa tal-piknometru battal fil-mumnet tal-kejl

= P - m + dT

— Il-massa tal-likwidu fil-piknometru f'temperaura ta t °Ċ

= P2 - (P - m + dT)

— Id-densità f'temperatura ta' t °Ċ fi g/ml

— $P_{t°\dot{C}} = [P_2 - (P - m + dT)]/V_{20°\dot{C}}$

— Esprimi d-densità f'temperatura ta' t °Ċ f'kilogrammi għal kull m^3 billi timmoltiplika $ñ_{t\ °\dot{C}}$ b'1 000, bil-valur ikun magħruf bħala l_t.

— Ikkoreġi l_t sa 20 bl-użu tat-tabella tad-densitajiet T għal taħlita ta' ilma ma' l-alkohol (it-Tabella II ta' l-Appendiċi II tal-manwal ta' l-OIV tal-metodi ta' analiżi (1994), pp. 17-29).

Fit-tabella sib il-linja orizzontali li tikkorrispondi mat-temperatura T fi gradi sħaħ minnufih taħt it-t °Ċ, bl-iżgħar densità 'l fuq mill-$_t$. Uża d-differenza fit-tabella li tinsab taħt din id-densità sabiex tikkalkola d-densità ta' $_t$ ta' l-ispirtu f'din it-temperatura T fi gradi sħaħ.

Billi tuża l-linja sħiħa tat-temperatura, ikkalkola d-differenza bejn id-densità ñ' fit-tabella immedjatament 'il fuq mill-$ñ_t$ u d-densità kkalkolata $ñ_t$.

— Iddividi din id-differenza bid-differenza fit-tabella misjuba fuq il-lemin tad-densità ñ'. L-Il-kwozjent jipprovdi l-porzjon deċimali tal-qawwa alkolika filwaqt li n-numru sħiħ tal-qawwa alkolika jinsab fil-quċċata tal-kolonna li fiha tinsab id-densità ñ' (D_t, il-qawwa alkolika).

Nota 4: Alternattivament żomm il-piknometru fil-banju ta' l-ilma miżmum f'temperatura ta' 20°Ċ (+/- 0,2°Ċ) meta timla sal-marka.

A.4.2.1.4. Ir-riżultat

Billi tuża d-densità $ñ_{20}$ ikkalkola l-qawwa alkolika reali bl-użu tat-tabelli tal-qawwa alkolika identifikati hawn taħt:

It-tabella li tagħti l-valur tal-qawwa alkolika skond il-volum (% vol) f'temperatura ta' 20 °Ċ bħala funzjoni tad-densità f'temperatura ta' 20 °Ċ tat-taħlitiet ta' l-ilma ma' l-alkol hija t-tabella internazzjonali

▼B

adottata mill-Organizzazzjoni Internazzjonali tal-Metrologija Legali fir-Rakkommandazzjoni tagħha Nru 22.

A.4.2.2. Il-metodu bl-użu ta' miżien ta' keffa waħha:

A.4.2.2.1. Iżen il-piknometru bid-distillat imħejji (Ara t-Ttaqsima I), il-p" hija l-massa f"temperatura ta' t °Ċ.

A.4.2.2.2. Il-Kalkolu

— Il-massa tal-likwidu fil-piknometru f'tyemperatura ta' *t* °Ċ

= p + m - p

— Id-densità f'temperatura ta' t °Ċ fi g/ml

$P_{t° Ċ} = (p + m - p')/V_{20° Ċ}$

— Esprimi d-densità f'temperatura ta' t °Ċ f'kiloġrammi għal kull m^3 u wettaq il-korrezzjoni tat-temperatura biex tikkalkola l-qawwa alkolika f'temperatura ta' 20 °Ċ, kif indikat hawn fuq għall-użu tal-miżien b'keffa waħda.

A.5. **Il-karatteristiċi tal-metodu tat-twettiq tax-xogħol (il-preċiżjoni)**

A.5.1. Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju

L-informazzjoni li ġejja ġiet miksuba minn studju tat-twettiq tax-xogħol ta' metodu internazzjonali imwettaq skond roċeduri miftiehma internazzjonalment ġ1ħ ġ2ħ.

Is-Sena tat-test interlaboratorju	1 997
In-Numru tal-laboratorji	20
In-Numru tal-kampjuni	6

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E	F
In-Numru tal-laboratorjimiżmuma waral-eliminazzjoni ta' dawkli qegħdin 'il barra	19	20	17	19	19	17
In-Numru ta' dawk li kienu'il barra (laboratorji)	1	-	2	1	1	3
In-Numru tar-riżultatiaċċettati	38	40	34	38	38	34
Il-Valur medju($\bar{x}$)% vol	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51(*)			42,93(*)	45.73(*)	63,03(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija(r) % vol	0,106	0,176	0,72	0,103	0,171	0,190
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċità tat-tennija (r) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Il-Limitu tal-kapaċita tat-tennija () f'% vol	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g) % vol	0,132	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Id-Devjazzjoni relattiva tar-riproduċibbiltà(g) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà() f'% vol	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

It-Tipi tal-kampjuni
A. Il-Likuri tal-Frott: livell maqsum (*)
B, Il-*Brandy*: duplikati għomja
Ċ. Il-*Whisky*: duplikati għomja
D. Il-Grappa: livell maqsum (*)
E. L-*Aquavit*: livell maqsum (*)
F. Ir-Rum: livell maqsum (*)

▼B

IL-METODU B: KIF TIĠI STABBILITA L-QAWWA ALKOLIKA REALI SKOND IL-VOLUM TAX-XORB SPIRITUŻ IMKEJJEL BID-DENSIMETRIJA ELETTRONIKA (IBBAŻATA FUQ L-OXXILLAZZJONI TA' FREKWENZA REŻONANTI TA' KAMPJUN F'CELLOLA TA' L-OXXILLAZZJONI)

B.1. **Il-prinċipju**

Id-densità tal-likwidu tiġi stabbilita bil-kejl elettroniku ta' l-oxxillazzjonijiet ta' tubu-U li jivvibra. Sabiex jitwettaq dan il-kejl, il-kampjun jiġi miżjud ma' sistema li toxxilla, li l-frekwenza speċifika ta' oxxillazzjoni tagħha tiġi hekk immodifikata bil-massa miżjuda.

B.2. **Ir-Reaġenti u l-Materjali**

Matul l-analiżi, għajr jekk iddikjarat xorta oħra, uża biss ir- reaġenti ta' grad analitiku kkonoxxut u ilma ta' mill-inqas il-grad ta' 3 kif iddefinit fl-ISO 3696:1987.

B.2.1. L-Aċetone (SAK 666-52-4) jew l-alkol assolut

B.2.2. Arja niexfa.

B.3 **L-apparat u t-tagħmir**

L-apparat tas-soltu tal-laboratorju u b'mod partikolari dan li ġej:

B.3.1. Densimetru b'wirja diġitali

Densimetru elettroniku biex jitwettqu dawn il-miżuri irid ikun kapaċi jesprimi d-densità fi g/ml sa 5 ħames postijiet deċimali.

Nota 1: Id-densimetru għandu jitqiegħed fuq stand perfettament stabbli li jkun iżolat mill-vibrazzjonijiet kollha.

B.3.2. Ir-regolazzjoni tat-temperatura

It-twettiq tax-xogħol tad-densimetru huwa validu biss jekk iċ-ċellola tal-kejl tiġi mgħaqqda ma' regolatur tat-temperatura mibni minn ġewwa li jista' jikseb l-istess stabbilita tat-temperatura ta' +/- 0,02 ° Ċ jew aħjar.

Nota 2: Is-settjar preċiż u l-monitoraġġ tat-temperatura fiċ-ċellola tal-kejl huma importanti ħafna, għaliex żball ta' 0,1°Ċ jista' jwassal għalvarjazzjoni fid-densità fl-ordni ta' 0,1 kg/m^3.

B.3.3. Is-siringi ta' l-njezzjoni tal-kampjun jew l-apparat tat-teħid tal-kampjuni minnu nnifsu.

B.4. **Il-proċedura**

B.4.1. Il-kalibrazzjoni tad-densimetru

L-apparat irid jiġi kalibrat skond l-istruzzjonijiet tal-fabbrikant ta' l-istrument meta jintuża għall-ewwel darba. Irid jiġi kalibrat mill-gdid regolarment u vverifikat ma' standard tar-riferiment attestat jew soluzzjoni interna tar-riferiment ta' laboratorju msejsa fuq standard tar-riferiment attestat.

B.4.2. Kif tiġi stabbilita d-densita tal-kampjun

B.4.2.1. Jekk meħtieġ qabel il-kejl, naddaf u nixxef iċ-ċellola bl-aċetone jew bl-alkol assolut u l-arja niexfa. Laħlaħ iċ-ċellola bil-kampjun.

B.4.2.2. Injetta l-kampjun fiċ-ċellola (bl-użu ta' siringa jew l-istrument li jieħu l-kampjuni minnu nnifsu) hekk illi ċ-ċella timtela kollha. Matul l-operazzjoni tal-mili, kun ċert illi l-bżieżaq kollha tal-arja jiġu eliminati kompletament. Il-kampjun irid ikun omoġenju u ma jrid ikun fih l-ebda partikola solida. Kull materjal sospiż għandu jitneħħa b'filtrazzjoni qabel l-analiżi.

B.4.2.3. Malli l-qari jkun ġie stabbilizzat, irreġistra d-densità $\tilde{n}_{20}$ jew il-qawwa alkolika murija mid-densimetru.

B.4.3. Ir-riżultat

Meta tintuża d-densità $\tilde{n}_{20}$, ikkalkola s-saħħa reali alkolika bl-użu tat-tabelli tal-qawwa alkolika indikati hawn taħt:

It-tabella li tagħti l-valur tal-qawwa alkolika skond il-volum (% vol) f'temperatura ta' 20 °Ċ bħala funzjoni tad-densità f'temperatura ta'

▼B

20 °Ċ tat-taħlita ta' l-ilma u l-alkol hija t-tabella internazzjonali adottata mill-Organizżazzjoni Internazzjonali tal-Metrologija Legali fir-Rakkomandazzjoni tagħha Nru 22.

B.5. **Il-karatteristiċi tal-metodu tat-twettiq tax-xogħol (il-preċiżjoni)**

B.5.1. Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju

L-informazzjoni li ġejja ġiet miksuba minn studju dwar it-twettiq tax-xogħol ta' metodu internazzjonali imwettaq skond il-proċeduri ġ1ħ ġ2 ħmiftiehma internazzjonalment.

Is-sena tat-test interlaboratorju	1 997
In-Numri tal-laboratorji	16
In-Numru tal-kampjuni	6

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E	F
In-Numru tal-laboratorjiMiżmuma wara l-elimin-Azzjoni ta' dawk li qegħdin'il barra	11	13	15	16	14	13
In-Numru ta' dawk li kienu'l barra (laboratorji)	2	3	1	-	1	2
In-Numru tar-riżultatiaċċettati	22	26	30	32	28	26
Il-Valur medju($\bar{x}$)% vol	23,81	40,12	440,35	39,27	42,39	56,99
	26,52(*)			43,10(*)	45,91(*)	63,31(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċita tat-tennija (r)% vol	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċita tat-tennija (g) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0.39	0,24
Il-Limitu tal-kapaċita tat-tennija () % vol	0,12	0,13	0,08	0,22	0.48	0,40
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbilta (p) % vol	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0 205
Id-Devjazzjoni standardrelattiva tar-riproduċibbilta(g) (%)	0,21	0.17	0,21	0,34	0,45	0,34
Il-Limitu tar-riproduċibbilta() % vol	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0.58

It-Tiġi tal-kampjuni
A. Il-Likur tal-Frott: livell maqsum (*)
B. Il-*Brandy*: duplikati għomja
Ċ. Il-*Whisky*: duplikati għomja
D. Il-Grappa: livell maqsum (*)
E. L-*Aquavit*: livell maqsum (*)
F. Ir-Rum: livell maqsum (*)

IL-METODU Ċ: KIF TIĠI STABBILITA L-QAWWA ALKOLIKA REALI SKOND IL-VOLUM TAX-XORB SPIRITUÆ - IL-KEJL BID-DENSIMETRU LI JUÆA L-MIÆIEN IDROSTATIKU

Ċ.1 **Il-prinċipju**

Il-qawwa alkolika ta' l-ispirti tista' titkejjel bid-densimetrija bl-użu ta' miżien idrostatiku msejjes fuq il-prinċipju ta' Arkimede fejn meta oġġetti jitgħaddas f'likwidu jirċievi tefgħa 'l fuq mill-likwidu egwali għall-piż tal-likwidu li jkun intħad postu.

Ċ.2. **Ir-Reaġenti u l-Materjali**

Matul l-analiżi, sakemm għajr fejn iddikjarat xorta oħra, uża biss ir-reaġenti ta' grad analitiku kkonoxxut u l-ilma ta' mill-inqas il-grad ta' 3 kif iddefinit fl-ISO 3696:1987.

Ċ.2.1. Is-soluzzjoni tat-tindif tal-galleġġjan (l-idrossidu tas-sodju, 30 % w/v)

Sabiex tħejji 100 ml, iżen 30 g ta' l-idrossidu tas-sodju u żid sal-volum bl-użu ta' 96 % ta' l-etanol skond il-volum.

Ċ.3. **L-apparat u t-tagħmir**

Apparat tas-soltu tal-laboratorju u b'mod partikolari dan li ġej:

▼B

Ċ.3.1. Il-miżien idrostatiku ta' keffa waħda b'sensività ta' 1 mg.

Ċ.3.2. Galleġġjant b'volum ta' mill-inqas 20 ml, addattat b'mod speċjali għall-miżien, sospiż b'ħajta ta' dijametru li ma jaqbiżx iż-0,1 mm.

Ċ.3.3. Cilindru tal-kejl li jkollu marka tal-livell. Il-galleġġjant irid ikun kapaċi li jiġi kontenut kollu kemm hu fil-volum taċ-ċilindru lokat 'l isfel mill-marka; il-wiċċ tal-likwidu jista' jiġi minfud biss bil-ħajta tas-sostenn. Iċ-ċilindru tal-kejl irid ikollu dijametru intern ta' mill-inqas 6 mm akbar minn dak tal-galleġġjant.

Ċ.3.4. Termometru (jew sonda li tkejjel it-temperatura) ggradati fi gradi u għexur ta' grad minn 10 sa 40°Ċ, ikkalibrati għal sa 0,05°Ċ.

Ċ.3.5. Piżijiet, ikkalibrati minn korp ikkonoxxut taċ-ċertifikazzjoni.

Nota 1: L-użu ta' miżien b'żewġ keffef huwa possibbli wkoll; il-prinċipju huwa deskritt fil-Kapitolu 1 "Id-Densit u l-gravità speċifika" ta' l-Anness mar-Regolament (KEE) Nru 2676/90 (p. 7).

Ċ.4. **Il-Proċedura**

Il-galleġġjant u ċ-ċilindru tal-kejl iridu jiġu mnaddfa bejn kull kejl bl-ilma distillat, imnixxef b'karta ratba tal-laboratorju li ma xxerridx fibri u mlaħalħa bis-soluzzjoni li d-densità tagħha trid tiġi stabbilita. Il-kejlijiet iridu jsiru malli l-apparat ikun laħaq l-istabbiltà sabiex jiġi ristrett it-telf tal-alkol bl-evaportazzjoni.

Ċ.4.1. Il-kalibrazzjoni tal-miżien

Għalkemm l-imwieżen is-soltu jkolljom sistema ta' kalibrazzjoni interna, il-miżien idrostatiku jrid ikun kapaċi li jikkalibra b'piżijiet iċċekkjati minn korp uffiċjali taċ-ċertifikazzjoni.

Ċ.4.2. Il-kalibrazzjoni tal-galleġġjant

Ċ.4.2.1. Imla ċ-ċilindru tal-kejl sal-marka bl-ilma ddistillat doppjament (jew b'ilma ta' safa ekwivalenti, p.e. ilma mmikroffiltrat b'konduttività ta' 18,2 MÙ/ċm) f'temperatura ta' bejn il-15 u l-25 °Ċ iżda preferibilment f'temperatura ta' 20 °Ċ.

Ċ.4.2.2. Għaddas il-galleġġjant u t-termometru, ħawwad, aqra d-densità tal-likwidu mill-apparat u, jekk meħtieġ, ikkorreġi l-qari sabiex ikun egwali għal dak ta' l-ilma fit-temperatura tal-kejl.

Ċ.4.3. Il-kontroll bl-użu ta' taħlita ta' ilma u alkol

Ċ.4.3.1. Imla ċ-ċilindru tal-kejl sal-marka b'taħlita ta' ilma u alkol ta' qawwa magħrufa f'temperatura ta' bejn il-15 u l-25°Ċ iżda preferibilment f'temperatura ta' 20°Ċ.

Ċ.4.3.2. Għaddas il-galleġġjant u t-termometru, ħawwad, aqra d-densità tal-likwidu (jew il-qawwa alkolika jekk dan ikun possibbli) mill-apparat. Il-qawwa alkolika hekk stabbilita għandha tkun egwali għall-qawwa alkoholika stabbilita qabel.

Nota 2: Din is-soluzzjoni ta' qawwa alkolika magħrufa tista' tintuża wkoll sabiex jiġi kkalibrat il-galleġġjant minflok l-ilma distillat doppjament.

Ċ.4.4. Il-kejl tad-densità ta' distillat (jew tal-qawwa alkolika tiegħu jekk l-apparat jippermetti)

Ċ.4.4.1. Ferragħ il-kampjun tat-test fiċ-ċilindru tal-kejl sal-marka tal-gradazzjoni.

Ċ.4.4.2. Għaddas il-alleġġjant u t-termometru, ħawwad, aqra d-densità tal-likwidu (jew il-qawwa alkolika jekk dan ikun possibbli) mill-apparat. Innota d-densità jekk it-temperatura tiġi mkejla f'temperatura ta' $_{t}$ °Ċ ($\tilde{n}_t$).

Ċ.4.4.3. Ikkoreġi l-$\tilde{n}_t$ sa l-20 bl-użu tat-tabella tad-densitajiet ñT għat-taħlitiet ta' l-ilma u l-alkol (it-Tabella II ta' l-Anness II fil-Manwal tal-metodi ta' l-analiżi ta' l-OIV (1994), pp. 17-29).

Ċ.4.5. It-tindif tal-galleġġjant u ċ-ċilindru tal-kejl

Ċ.4.5.1. Għaddas il-galleġġjant fis-soluzzjoni tat-tindif tal-galleġġjant fiċ-ċilindru tal-kejl.

▼B

Ċ.4.5.2. Hallih jixxarrab għal siegħa waqt li ddawwar il-galleġġjant kultant.

Ċ.4.5.3. Laħlaħ b'ammonti abbundanti ta' l-ilma tal-vit segwit bl-ilma ddistillat.

Ċ.4.5.4. Nixxef b'karta tal-laborarorju ratba li ma xxerridx fibri.

Wettaq din il-proċedura meta l-galleġġjant l-ewwel jintuża u wara jintuża regolarment kif meħtieġ.

Ċ.4.6. Ir-riżultat

Bl-użu tad-densità ñ20 ikkalkola l-qawwa alkolika reali bl-użu tat-tabelli tal-qawwa alkolika indentifikati hawn taħt.

It-tabella li tagħti l-valur tal-qawwa alkolika skond il-volum (% vol) f'temperatura ta' 20°Ċ bħala funzjoni tad-densità f'temperatura ta' 20° Ċ tat-taħlitiet ta' l-ilma u l-alkol hija t-tabella internazzjonali addottata mill-Organizżzazzjoni Internazzjonali tal-Metrologija Legali fir-Rakkomandazzjoni tagħha Nru 22.

Ċ.5. **Il-karatteristiċi tat-twettiq tax-xogħol tal-metodu (il-preċiżjoni)**

Ċ.5.1. Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju

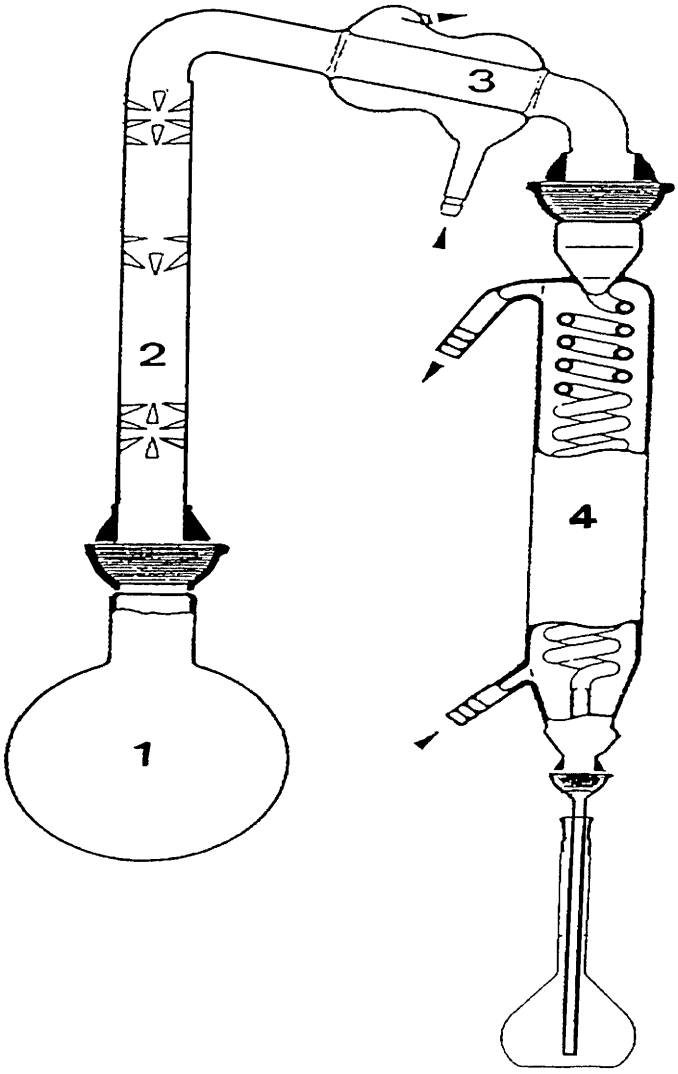
L-informazzjoni li ġejja inkisbet minn studju dwar it-twettiq tax-xogħol ta' metodu internazzjonali imwettaq skond il-proċeduri ġ1ħ ġ2ħ miftiehma internazzjonalment.

tat-test interlaboratorju	1 997
In-numru tal-laboratorji	12
In-numru tal-kampjuni	6

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E	F
In-Numru tal-laboratorjimiżmuma wara l-eliminazzjonita' dawk li qegħfin 'il barra	12	10	11	12	11	9
In-Numru ta' dawn li kienu'il barra (laboratorji)	-	2	1	-	1	2
In-Numru ta' riżultati aċċettati	24	20	22	24	22	18
Il-valur medju($\bar{x}$)% vol	23,00	40,09	40,29	39,26	42,38	57.16
	26,31(*)			43.09(*)	45,89(*)	63,44(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-Tennija(Sr) % vol	0,048	0,065	0,042	0 099	0,094	0,016
Id-Devjazzjoni standardrelattitiva tal-kapaċità(r) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Il-Limitu ta' l-abbiltàtat-tennija () g/l	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g) % vol	0,060	0,070,	073	0,118	0,103	0,125
Id-Devjazzjoni relattiva tar-riproduċibbiltà (g) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà () % vol	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

It-Tipi tal-kampjuni
A. Il-Likur tal-frott: livell maqsum (*).
B. Il-*Brandy*: duplikati għomja.
Ċ. Il-*Whiskey*: duplikati għomja.
D. Il-Grappa: livell maqsum (*).
E. L-*Aquavit*: livell maqsum (*).
F. Ir-Rum: livell maqsum (*).

▼B



Is-sena

1. Il-fjaskett ta' litru 1 bil-qiegħ ittundjat b'ġonta ta' ħġieġ immattjat standardizzat,

2. Il-kolonna ta' rettifikazzjoni Vigreux ta' 20 ċm.

3. Il-kondensatur West bix-xifer dritt ta' 10-ċm.

4. Il-kojlatura tat-tkessiħ ta' 40 ċm tul,

▼B

II. **KIF JIĠI STABBILIT L-ESTRATT TOTALI NIEXEF TAX-XORB SPIRITUŻ BIL-GRAVIMETRIJA**

1. **L-iskop**

Ir-Regolament (KEE) Nru 1576/89 jipprovdi dan il-metodi biss għall-aquavit li l-estratt niexef tiegħu huwa limitat għal 15-il g/l.

2. **Ir-Referenzi Normattivi**

L-*ISO 3696*:1987: L-ilma għall-użu fil-laboratorju analitiku - L-ispeċifikazzjonijiet u l-metodi tat-testijiet.

3. **Id-definizzjoni**

L-estratt totali niexef jew il-materjal totali niexef jinkludu l-materjal kollu li mhux volatili taħt kondizzjonijiet fiżiċi speċifikati.

4. **Il-prinċipju**

L-użin tal-fdal imħolli mill-evaporazzjoni ta' l-ispritu fuq banju ta' l-ilma jagħli u mnixxef f'forn tat-tnixxif.

5. **L-Apparat u t-Tagħmir**

5.1. Dixx ċilindriku ta' l-evaporazzjoni bil-qiegħ ċatt ta' 55 mm fid-dijametru.

5.2. Banju ta' l-ilma jagħli.

5.3. Pipetta ta' 25 ml, tal-klassi A.

5.4. Forn tat-tnixxif.

5.5. Desikkatur.

5.6 Miżien analitiku preċiż sa 0,1 mg.

6. **It-teħid tal-kampjuni u l-kampjuni**

Il-kampjuni jinħażnu f'temperatura tal-kamra qabel l-analiżi.

7. **Il-proċedura**

7.1. Pipetta ta' 25 ml ta' l-ispirtu li jkun fiha inqas minn 15-il g/l ta' materjal niexef f'dixx ċilindriku ta' l-evaporazzjoni bil-qiegħ ċatt ta' dijametru ta' 55 mm li jkun intiżen minn qabel. Matul l-ewwel siegħa ta' l-evaporazzjoni d-dixx ta' l-evaporazzjoni jitqiegħed fuq il-għatu ta' banju ta' l-ilma jagħli biex il-likwidu ma jagħlix, billi dan jista' jwassal għat-telf bit-titjir. Halli għal siegħa oħra f'kuntatt dirett mal-fwar tal-banju ta' l-ilma jagħli.

7.2. Ikkompleta t-tnixxif billi tqiegħed id-dixx ta' l-evaporazzjoni f'forn tat-tnixxif f'temperatura ta' 105°Ċ +/- 3°Ċ għal sagħtejn. Halli d-dixx ta' l-evaporazzjoni jiksaħ f'desikkatur u iżen id-dixx ta' l-evaporazzjoni bil-kontenut tiegħu.

8. **Il-kalkolu**

Il-massa tal-fdal immoltoplikata b'40 hija egwali għall-estratt niexef li jkun jinsab fl-ispirtu u jrid jiġi espress f'g/l sa post wieħed deċimali.

▼B

9. **Il-karatteristiċi tat-twettiq tax-xogħol tal-metodu (il-preċiżjoni)**

9.1. Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju

L-informazzjoni li ġejja ġiet miksuba minn studju ta'metodu internazzjonali tat-twettiq tax-xogħol imwettaq skond il-proċeduri miftiehma internazzjonalment ġ1ħ ġ2ħ.Is-Sena tat-test

interlaboratorju	1 997
In-Numru tal-laboatorji	10
In-Numru tal-kampjuni	4

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D
In-Numru tal-laboratorjimiżmuma wara l-elimin azzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	9	9	9	9
In-Numru ta' dawk li jkunu'il barra	1	1	2	-
In-Numru tar-riżultatiaċċettati	18	18	16	18
Il-valur medju($\bar{x}$)g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija(r) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija(r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija () g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (p)	0,148	0,451	0,039	0,200
Id-Devjazzjoni relattiva tar-riproduċibbiltà (g) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà () g/l	0,4	1,3	0,2	0,6

It-tipi tal-kampjuni:
A. Il-: duplikati għomja
B. Ir-Rum: livelli maqsuma
C. Il-Grappa: livelli maqsuma
D. L-: livelli maqsuma

▼B

III. KIF JIĠU STABBILITI S-SUSTANZI VOLATILI U L-METANOL FIX-XORB SPIRITUŻ

III.1. KUMMENTI ĠENERALI

1. **Id-definizzjoni**

It-tifsirietIr-Regolament (KEE) Nru 1576/89 jiffissa l-limiti minimi tal-komposti volatili għajr għall-etanol u l-metanol għal serje ta'xorb spirituż (ir-rum, l-ispirti ta' oriġini vitikulturali, l-ispirti tal-frott, eċċ.). Għal din is-serje ta' xorb biss, dawn il-livelli huma kkunsidrati b'mod konvenzjonali li huma ekwivalenti għas-somma tal-konċentrati ta':

1. l-aċidi volatili espressi f'aċidu aċetiku;
2. l-aldeidi espressi bħala etanal bis-somma ta' l-etanal (l-aċetaldeid) u l-frazzjoni ta' l-etanal li tkun fil-1,1-dietossietan (l-aċetal);
3. il-propan-1-ol, il-butan-1-ol, il-butan-2-ol, it-2-metilpropan-1-ol, assaġġjatt minn alkol individwali u t-2-metilbutan-1-ol, u t-3-metil-butan-1-ol assaġġjati bħala alkol individwali jew is-somma tat-tnejn;
4. l-etil aċetat.

Dawn li ġejjin huma miżuri konvenzjonali għall-kejl tal-komposti volatili:

— l-aċidi volatili permezz ta' l-aċidità volatili,

— l-aldeidi (l-etanal u l-aċetal), l-etil aċetat u l-alkol permezz tal-kromatografija bil-gass (*GPC*).

2. **L-analiżi tal-kromatografija bil-gass tal-komposti volatili**

L-assaġġi kromatografiċi bil-gass tal-komposti volatili għajr għal dawk iddikjarati hawn fuq jistgħu jkunu partikolarment interessanti bħala mezz sabiex jiġu stabbiliti kemm l-oriġini tal-materja prima wżata fid-distillazzjoni u l-kondizzjonijiet attwali tad-distillazzjoni.

Uħud mill-ispirti jkun fihom komponenti volatili oħra, bħalma huma l-komposti aromatiċi, li huma karatteristiċi tal-materja prima wzata għalbiex jinkisbu l-alkol, l-aroma tax-xorb spirituż u l-fatturi speċjali għat-tħejjija ta' l-ispirtu. Dawn il-komposti huma importanti għall-valutazzjoni tal-ħtiġiet iddikjarati fir-Regolament (KEE) Nru 1576/89.

III.2. KIF JIĠU STABBILITI L-KONĠENERI VOLATILI BIL-KROMATOGRAFIJA BIL-GASS: L-ALDEIDI, L-ALKOLI OG}LA, L-ETIL AĊETAT U L-METANOL

1. **L-iskop**

Dan il-metodu huwa addattat għall-użu sabiex jiġi stabbiliti l-1,1-dietossietan (aċetal), it-2-metilbutan-1-ol (l-alkol amil attiv), it-3-metil-butan-1-ol (l-alkol isoamil), il-metanol (il-metil alkol), l-etil etanoate(l-etil aċetat), il-butan-1-ol (l-n-butanol), il-butan-2-ol (is-sek-butanol), it-2-metilpropan-1-ol (l-alkol isobutil), il-propan-1-ol (l-n-propanol) u l-etanal (l-aċetaldeid) fix-xorb spirituż li juża l-kromatografija bil-gass. Il-metodu juża standard intern, per eżempju l-pentan-3-ol. Il-konċen-trazzjonijiet ta' l-analiti huma espressi fi grammi għal kull 100 litru ta' alkol assolut; il-qawwa alkolika tal-prodott trid tiġi stabbilita qabel l-analiżi. Ix-xorb spirituż li jista' jiġi analizzat bl-użu ta' dan il-metodu jinkludi l-whisky, il-brandy, ir-rum, l-ispirtu ta' l-inbid, l-ispirtu tal-frott jew l-ispirtu tal-għeneb marc.

2. **Ir-Referenzi Normattivi**

L-ISO 3696:1987: L-ilma għall-użu analitiku fil-laboratorju - L-ispe-ċifikazzjonijiet u l-metodi tat-testijiet.

3. **Id-definizzjoni**

Il-konġeneri huma sustanzi volatili ffurmati flimkien ma' l-etanol waqt il-fermentazzjoni, id-distillazzjoni u l-maturazzjoni tax-xorb spirituż.

4. **Il-prinċipju**

Il-konġeneri fix-xorb spirituż jiġu stabbiliti bl-injezzjoni diretta tax-xorb spirituż, jew tax-xorb spirituż dilwit kif approprjat, f'sistema ta' kromatografija bil-gass (*GC*). Il-konġeneri jiġu mifruda bil-program-

▼B

mazzjoni tat-temperatura fuq kolonna addattata u jinkixfu bl-użu ta' apparat tal-kxif bil-fjamma għall-jonizzazzjoni (*FID*). Il-konċentrazzjoni ta' kull konġeneru tiġi stabbilita rigward l-i*standard* intern mill-fatturi tar-rispons, li jiġu miksuba matul il-kalibrazzjoni taħt l-istess kondizzjonijiet kromatografiċi bħal dawk ta' l-analiżi tax-xorb spirituż.

5. **Ir-Reaġenti u l-Materjali**

Għajr jekk iddikjarat xorta oħra, uża biss reaġenti ta' safa aktar minn 97 %, mixtrija minn għand provveditur akkreditat ta' l-ISO b'ċertifikat tas-safa, ħielsa minn konġeneri oħra fid-dilwit tat-test (dan jista' jiġi kkonfermat bl-injezzjoni ta' standards individwali tal-konġeneri fid-dilwita tat-test bl-użu tal- kondizzjonijiet tal-GC bħal fis-6.4) u l-ilma biss ta' mill-inqas il-grad ta' 3 kif iddefinit fl-ISO 3696. L-aċetal u l-aċetaldeid għandhom jinħażnu fid-dlam f'temperatura ta' < 5°Ċ, ir-reaġenti l-oħra jistgħu jinħażnu f'temperatura tal-kamra.

5.1. L-etanol assolut (SAK 64-17-5).

5.2. Il-metanol (SAK 67-56-1).

5.3. Il-propan-1-ol (SAK 71-23-8).

5.4. It-2-methylpropan-1-ol (SAK 78-33-1).

5.5. L-istandards interni aċċettabbli: il-pentan-3-ol (SAK 584-02-1), il-pentan-1-ol (SAK 71-41-0), il-4-metilpentan-1-ol (SAK 626-89-1) jew il-metil nonanoat (SAK 1731-84-6).

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

5.7. It-3-metilbutan-1-ol (SAK 123-51-3).

5.8. L-etil aċetat (SAK 141-78-6).

5.9. Il-butan-1-ol (SAK 71-36-3).

5.10. Il-butan-2-ol (SAK 78-92-2).

5.11. L-aċetaldeid (SAK 75-07-0).

5.12. L-aċetal (SAK 105-57-7).

5.13. L-40 % v/v soluzzjoni ta' l-etanol

Sabiex tħejji 400 ml/l soluzzjoni ta' l-etanol ferragħ 400 ml etanol (5.1) fi fjaskett volumetriku ta' litru 1, żid sal-volum bl-ilma ddistillat u ħallat.

5.14. It-tħejjija u l-ħażna tas-soluzzjonijiet standard (il-proċedura wżata għall-metodu validat).

Is-soluzzjonijiet standard kollha għandhom jinħażnu f'temperatura ta' < 5°Ċ u għandhom jitħejjew friski fuq bażi ta' kull xahar. Il-mases u l-komponenti tas-soluzzjonijiet għandhom jiġu rreġistrati sa l-eqreb 0,1 mg.

5.14.1. Is-Soluzzjoni standard - A

Ippipettja r-reaġenti li ġejjin fi fjaskett volumetriku ta' 100 -ml, li jkun fih madwar 60-ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) sabiex tiġi minimizzata l-evaporazzjoni tal-komponenti, żid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u ħallat sewwa. Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull komponent miżjud u l-piż totali finali tal-kontenut.

Il-Komponent	Il-Volum (ml)
Il-Metanol (5.2)	3,0
Il-Propal-1-ol (5.3)	3,0
It-2-metilpropan (5.4)	3,0
It-2-metilbutan-1-ol (5,6)	3,0
It-3-metilbutan-1-ol (5,7)	3,0
L-Etil aċetat (5.8)	3,0
Il-Butan-1-ol (5.9)	3,0
Il-Butan-2-ol (5.10)	3,0

▼B

L-Aċetaldeid (5.11)	3,0
L-Aċetal (5.12)	3,0

Nota 1: Huwa preferibbli li l-aċetal u l-aċetaldeid jiġu miżjuda fl-aħħar sabiex jiġi mminimizzat it-telf permezz ta' l-evaporazzjoni.

5.14.2. Is-Soluzzjoni standard - B

Ippipettja 3 ml ta' pentan-3-ol, jew standard intern ieħor addattat, (5.5) fi fjaskett volumetriku ta' 100 ml, li jkun fih madwar 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13), żid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, il-piż tal-pentan-3-ol jew standard ieħor intern miżjud u l-piż totali finali tal-kontenut.

5.14.3. Is-Soluzzjoni standard - Ċ

Ippipettja 1 ml tas-Soluzzjoni A (5.14.1) u 1 ml tas-Soluzzjoni B (5.14.2) fi fjaskett volumetriku ta' 100-ml, li jkun fih madwar 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13), żid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull komponent miżjud u l-piż totali finali tal-kontenut.

5.14.4. Is-Soluzzjoni standard - D

Għalbiex tinżamm kontinwità analitika, ħejji standard tat-kwalità tal-kontroll billi tuża l-istandard A imħejji qabel (5.14.1). Ippipettja 1 ml tas-Soluzzjoni A (5.14.1) fi fjaskett volumetriku ta' 100-ml, li jkun fih madwar 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13), żid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull komponent miżjud u l-piż totali finali tal-kontenut.

5.14.5. Is-Soluzzjoni standard - E

Ippipettja 10 ml tas-Soluzzjoni B (5.14.2) fi fjaskett volumetriku ta' 100-ml, li jkun fih madwar 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13), żid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull komponent miżjud u l-piż totali finali tal-kontenut.

5.14.6. Is-soluzzjonijiet standard għalbiex tiġi verifikata l-linearità tar-rispons tal-*FID*

Fi fjasketti volumetriċi separati ta' 100-ml, li jkun fihom madwar 80 ml tas-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13), ippipettja 0,0,1,0,5,1,0,2,0 ml tas-Soluzzjoni A (5.14.1) u 1 ml tas-Soluzzjoni B (5.14.2), żid sal-volum bis-soluzzjoni ta' l-etanol (5.13) u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull wieħed mill-komponenti miżjuda u l-piż totali finali tal-kontenut.

5.14.7. Is-Soluzzjoni standard QC

Ippipettja 9 ml tas-Soluzzjoni standard D (5.14.4) u 1 ml tas-Soluzzjoni standard E (5.14.5) f'reċipjent miżien u ħallat sewwa.

Irreġistra l-piż tal-fjaskett, kull wieħed mill-komponenti miżjuda u l-piż totali finali tal-kontenut.

6. **L-apparat u t-tagħmir**

6.1. L-apparat kapaċi li jkejjel id-densità u l-qawwa alkolika.

6.2. Miżien analitiku, kapaċi li jkejjel sa erba' postijiet deċimali.

6.3. Kromatografu bil-gass ipprogrammat skond it-temperatura, iffittjat b'apparat tal-kxif bil-fjamma tal-jonizzazzjoni u integratur jew sistema oħra li timmaniġġja l-informazzjoni li kapaċi tkejjel l-ogħla żoni jew l-ogħla għoli.

▼B

6.4. Il-kolonna/i kromatografika/ċi bil-gass, kapaċi li tissepara/jisseparaw l-analiti hekk illi r-reżoluzzjoni minima tal-komponenti individwali (għajr għat-2-metilbutan-1-ol u t-3-metilbutan-1-ol) tkun/ikunu mill-anqas 1.3.

Nota 2: Il-kolonni u kondizzjonijiet tal-GC li ġejjin huma eżempji adattati:

1) Spazju tar-ritenzjoni ta' 1 m x 0,32 mm i.d. ikkonnettjat ma' kolonna tas-CP-WAX 57 CB ta' 50 m x 0,32 mm i.d. 0,2 $ì_m$ ħxuna tal-lega (*polietilene glikol* stabillizzat) segwit b'kolonna Carbowax 400 ta' 50 m x 0,32 mm i.d. 0,2 $ì_m$ ħxuna tal-lega(Il-kolonni huma konnessi bl-użu ta' konnetturi li jiffittjaw bil-pressa.)

Il-gass trasportatur u l-pressa:	L-Elju (135 *kPa*)
Il-kolonna tat-temperatura:	35^0C għal 17-il minuta, minn 35 sa 70^0Ċ fi 12^0C/min, żomm f'temperatura ta' 70^0C għal 25 min.
It-temperatura ta' l-injettur:	150^0C
It-temperatura ta' l-apparattal-kxif:	250^0C
Il-volum ta' l-injezzjoni:	1 *ul.* maqsum f'minn 20 sa 100: 1

2) Spazju tar-ritenzjoni ta' 1 m x 0,32 mm i.d. konness ma' kolonna tas-CP-WAX 57 CB 50 m x 0,32 mm i.d. 0,2 $ì_m$ ħxuna tal-lega (*polietilene glikol* stabbilizzat). (L-ispazju tar-ritenzjoni huwa konness bl-użu ta' konnettur li jiffittja bil-pressa.)

Il-gass trasportatur u l-pressa:	L-Elju (65 *kPa*)
It-temperatura tal-kolonna:	35ºC għal 10 min., minn 35 sa 110ºC fi 5ºC/min., minn 110 sa 190ºC fi 30ºC/min/., żomm f'temperatura ta 190ºC għal 2 min.
It-temperatura ta' l-injettur:	260ºC
It-tempertura ta' l-apparat tal-kxif	300ºC
Il-volum ta' l-injezzjoni:	1 *ųl*, maqsum f'55: 1

3) Kolonna ppakkjata(5 % *CW*20M, *Carbopak*2 m x 2 mm i. d

Kolonna ppakkjata	(5 %), 2 m x 2 mm. It-temperatura tal-kolonna: 65C għal 4 min., minn 65 sa 140C f'10C/min., żomm f'temperatura ta' 140C għal 5 min., minn140 sa 150C fi 30C/min, żomm f'150C għal 3 min.
It-temperatura ta' l-injettur:	65^0C
It-temperatura ta' l-apparat tal-kxif:	200^0C
Il-volum ta' l-injezzjoni:	1 *ųl*

7. **It-teħid tal-kampjuni u l-kampjuni**

7.1. Il-kampjun tal-laboratorju

Malli jiġi rċevut, titkejjel il-qawwa alkolika ta' kull wieħed mill-kampjuni (6.1).

8. **Il-proċedura (użata għall-metodu tal-validazzjoni)**

8.1. Il-porzjon tat-test

▼B

8.1.1. Iżen reċipjent approprjat issiġillat u li jiżen u rreġistra l-piż.

8.1.2. Ippipettja 9 ml mill-kampjun tal-laboratorju għal gor-reċipjent u rreġistra l-piż (l-M_{SAMPLE}).

8.1.3. Żid 1 ml tas-Soluzzjoni standard E (5.14.5) u rreġistra l-piż (M_{IS}).

8.1.4. Xengel sewwa l-materjal tat-test minn naħa għall-oħra (b'mill-inqas 20 inverzjoni). Il-kampjuni jridu jinħażnu f'anqas minn 5 °Ċ qabel l-analiżi sabiex jiġi mminimizzat it-telf volatili.

8.2. It-test in bjank

8.2.1. Bl-użu ta' miżien ta' erba' postijiet deċimali (6.2), iżen reċipjent approprjat issiġillat u li jiżen u rreġistra l-piż.

8.2.2. Ippipettja 9 mis-soluzjponi ta' 400 ml/l ta' l-etanol (5.13) għal ġor-reċipjent u rreġistra l-piż.

8.2.3. Żid 1 ml tas-Soluzzjoni standard E (5.14.5) u rreġistra l-piż.

8.2.4. Xengel sewwa l-materjal tat-test minn naħa għall-oħra (b'mill-inqas 20 inverzjoni). Il-kampjuni jridu jinħażnu f'inqas minn 5°Ċ qabel l-analiżi sabiex jiġi mminimizzat it-telf volatili.

8.3. It-test preliminari

Injetta s-Soluzzjoni standard Ċ (5.14.3) sabiex tiżgura illi l-analiti kollha jiġu mifruda b'riżoluzzjoni minima ta' 1.3 (għajr għat-2-metil-butan-1-ol u t-3-metilbutan-1-ol).

8.4. Il-kalibrazzjoni

Il-kalibrazzjoni għandha tiġi ċċekkjata bl-użu tal-proċedura li ġejja. Iżgura illi r-reazzjoni tkun lineari billi tanalizza suċċessivament għal tliet darbiet kull waħda mis-soluzzjonijiet standard lineari (5.14.6) li jkun fihom standard intern (IS). Miż-żoni l-aktar għolja jew il-qċaċet l-aktar għolja ta' l-integratur ikkalkola għal kull injezzjoni l-proporzjon R għal kull konġeneru u pinġi l-grafika R kontra l-proporzjon tal-konċentrazzjoni tal-konġeneru għall-istandard intern (IS), Ċ. Għandha tinkiseb tpinġija linerai, b'koeffiċjent ta' korrelazzjoni ta' mill-inqas 0,99.Iż-żona l-aktar għolja jew il-għoli tal kongeneru

$$R = \frac{\text{Iz-zona l-aktar gholja jew il-gholi tal kongeneru}}{\text{Iz-zona l-iktar gholja jew il-gholi ta' l-IS}}$$

$$C = \frac{\text{Il-koncentrazzjoni tal-kongeneru (ug / g)}}{\text{Il-koncentrazzjoni ta' l-IS (ug / g)}}$$

8.5. Kif tiġi stabbilita

Injetta s-Soluzzjoni standard Ċ (5.14.3) u ż-żewġ soluzzjonijiet standard tal-QC (5.14.7). Segwi b'kampjuni mhux magħrufa (imħejjija skond it-8.1 u t-8.2) billi ddaħħal standard standard wieħed tal-QC f'kull 10 kampjuni sabiex tiżgura stabbiltà analitika. Injetta Soluzzjoni standard Ċ waħda (5.14.3) wara kull 5 kampjuni.

9. **Il-kalkolu**

Tista' tintuża sistema awtomata tal-maniġġjar ta' l-informazzjoni, sakemm l-informazzjoni tista' tiġi ċċekkjata permezz tal-prinċipji deskritti fil-metodu ta' hawn taħt.

Kejjel jew iż-żoni l-iktar għolja jew l-għoljiet quċċata għall-konġeneru u l-għoljiet quċċata ta' standard intern.

▼B

9.1. Il-kalkolu tal-fattur tar-rispons

Mill-kromatogramma ta' l-injezzjoni tas-Soluzzjoni standard Ċ (5.14.3), ikkalkola l-fattur tar-rispons għal kull wieħed mill-konġeneri bl-użu ta' l-ekwazzjoni (1).Iż-żona l-iktar għoljaIl-konċ. tal-konġeneru

$$\text{Il - Fattur tar - rispons} = \frac{\text{Iz-zona l-iktar gholja jew il-gholi ta' l-IS}}{\text{Iz-zona l-aktar gholja jew il-gholi kongeneru}} \times \frac{\text{il - kongeneru tal - gholi (ug / g)}}{\text{Il - konc. ta' l - IS (ug / g)}}$$

jew il-għoli

IS = standard Intern

Il-Konċ. tal-konġeneru = il-konċentrazzjoni tal-konġeneru fis-Soluzzjoni Ċ (5.14.3)

Il-Konċ. IS = il-konċentrazzjoni ta' l-istandard intern fis-Soluzzjoni Ċ (5.14.3).

9.1.2. L-analiżi tal-kampjun

Bl-użu ta' l-ekwazzjoni (2) ta' hawn taħt, ikkalkola l-konċentrazzjoni ta' kull wieħed mill-konġeneri fil-kampjuni.Iż-żona l-iktar għolja jew*M*g (*g*)

Iż-żona l-iktar għolja

$$\frac{\text{Iz-zona l-aktar gholja jew il-gholi kongeneru}}{\text{Iz - zona l - iktar gholja jew il - gholi ta' l - IS}} \times \frac{M_{IS}\,(g)}{M_{KAMPJUN}\,(g)} \times \text{Konc. ta' l - IS (ug / g)} \times \text{RF}$$

jew

$M_{kampjun}$ = il-piż tal-kampjun (8.1.2);

il-M_{IS} = il-piż ta' l-istandard intern (8.1.3);

il-Konċ. IS = il-konċentrazzjoni ta' l-istandard intern fis-Soluzzjoni Ċ (5.14.3).

il-RF = il-fattur tar-rispons ikkalkolat bl-użu tal-ekwazzjoni 1.

9.1.3. L-analiżi tal-kontroll tal-kwalità tas-soluzzjoni standard

Bl-użu ta' l-ekwazzjoni (3) ta' hawn taħt, ikkalkola l-perċentwal ta' l-irkupru tal-valur fil-mira għal kull wieħed mill-konġeneri fl-istandards tal-kontroll tal-kwalità (5.14.7):

$$\text{(3) Il-\% a' l-irkupru tal-kampjun tal-QC} = \frac{\text{Il - koncentrazzjoni ta' l - analit fl - istandard tal - QC}}{\text{Il - koncentrazzjoni ta' l - analit Fis - Soluzzjoni D}} \times 100$$

Il-konċentrazzjoni ta' l-analit fl-istandard tal-*QC* tiġi kkalkolata bl-użu ta' l-ekwazzjonijiet (1) u (2) ta' hawn fuq.

9.2. Il-preżentazzjoni finali tar-riżultati

Ir-riżultati jiġu kkonvertit mill- ì/g

sa g għal kull 100 litru alkol assolut għall-kampjuni li jużaw l-ekwazzjoni (4):

Il-Konċ. (ug/g) x p x 10(il-qawwa (% vol) x 1 000)PIC FILE=

fejn = id-densità f' kg/m^3.

Ir-riżultati jiġu kwotati sa tliet ċifri sinifikanti u massimu ta' post wieħed deċimali eż. 11,4 g għal kull 100 l alkol assolut.

10. **Il-garanzija u l-kontroll tal-kwalità (użati għall-metodu tal-validazzjoni)**

Bl-użu ta' l-ekwazzjoni (2) ta' hawn fuq, ikkalkola l-konċentrazzjoni ta' kull wieħed mill-konġeneri fis-soluzzjonijiet *standard* tal-kontroll tal-kwalità mħejjija billi tiġi segwita l-proċedura bħal minn fit-8.1.1 sat-8.1.4. Bl-użu ta' l-ekwazzjoni (3), ikkalkola l-perċentwal ta' l-irkupru għall-valur fil-mira. Jekk ir-riżultati analizzati jkunu fil-limitu ta' +/- 10 % tal-valuri teoretiċi tagħhom għal kull konġenitur, l-analiżi tista' tipproċedi. Jekk le, għandha ssir investigazzjoni sabiex tinstab il-kawża ta' l-ineżattezza u tittieħed l-azzjoni ta' rimedju kif xieraq.

▼B

11. **Il-karatteristiċi tal-metodu tat-twettiq tax-xogħol (il-preċiżjoni)**

Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorjuit-tabelli li ġejjin jagħtu l-valuri għall-komposti li ġejjin: l-etanal, l-etil aċetat, l-aċetal, l-etanal totali, il-metanol, il-butan-2-ol, il-propan-1-ol, il-butan-1-ol, il-2-metil-propan-1-ol, it-2 metul-butan-1-ol, it-3 metil-butan-1-ol.

L-informazzjoni li ġejja kienet miksuba minn studju internazzjonali tat-twetiq tax-xogħol tal-metodu mwettaq skond proċeduri miftiehma internazzjonalment.

Is-Sena tat test interlaboratorju	1 997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	– Eta nol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji miżmuma-wara l-eliminazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	28	26	27	27	28
In-Numru ta' dawk li kienu'il barra (laboratorji)	2	4	3	3	2
In-Numru tar-riżultati aċċettati	56	52	54	54	56
Il-valur medju($\bar{x}$)() (*pg/g*)	63,4	71,67	130,4	38, 2 13,8(*)	28,6 52,2(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċi-tàtat-tennija (r	5,2	2,6	5,2	15,	8,9
Il-Limitu tal-kapaċitàtat-tennija ()	9,3	5.3	19,1	11,6	10,1
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	12	14	22	6.8	8,9
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċib-biltà () (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (*R*) *ug/g*	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

It-Tipi tal-kampjuni
A. Il-*Brandy*: duplikati għomja
B. Il-*Kirsch*: duplikati għomja
C. Il-Grappa: duplikati għomja
D. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)
E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

POŻIZZJONI TAT-TABELLA	Is- Sen a t at- tes t t al- lab ora tor ju 997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	–Et il aċe tat

Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorjimiżmuma wara l-eliminazzjoni ta' dawkli qegħdin 'il barra	24	24	25	24	24
In-Numru ta' dawk likienu 'l barra (laboratorji)	2	2	1	2	2
In-Numru tar-riżultatiaċċettati	48	48	50	48	48
Il-Valur medju($\bar{x}$)() *pg/g*	96,8 1	046	120,3	112,5 91,8(*)	99,1 117,0(*)
Id-Devjazzjoni standardtal-kapaċità tat-tennija(r)	2,2	15	2,6	2,1	2,6

▼B

Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċitàtat-tennija (r) (*)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Il-limitu tal-kapaċitàtat-tennija ()	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Id-Devjazzjoni relattiva tar-riproduċibbiltà(g) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Il-limitu tar-riproduċibbiltà ()	17.9	221,9	22,9	17,5	20,0

It-Tipi tal-kampjuni
A. Il-: duplikati għomja
B. Il-: duplikati għomja
Ċ. Il-Grappa: duplikati għomja
D. Il-: livelli maqsuma
E. Ir-Rum: livelli maqsuma

Is-Sena tat-test interlaboratorju	1 997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	– Aċe tal

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorjiMiżmuma wara l-eliminazzjonita' dawk li qegħdin 'il barra	20	20	22	17	21
In-Numru ta' dawk li jkunu'l barra (laboratorji)	4	3	2	4	3
In-Numru tar-riżultatiaċċettati	40	42	44	34	42
Il-Valur medju($\bar{x}$)()	35,04	36,46	68,5	20.36 6.60(*)	15,1 28,3(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija_(r)	0,58	0.84	1,6	0,82	1,9
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċitàa tat-tennija (r) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija ()	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Id-Devjazzjoni relattiva tar-riproduċibbiltà(g) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà()	11,8	12,2	25.0	4.0	8,7

It-Tipi tal-Kampjuni
A. Il-*Brandy*: duplikati għomja
B. Il-*Kirsch*: duplikati għomja
Ċ Il-Grappa: duplikati għomja
D. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)
E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test tal-laboratorju	1 997
In-Numru tal-laboraorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	–e tan al tot ali

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji miżmuma-wara l-eliminazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	23	19	22	21	22

▼B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru ta' dawk li kienu 'ilbarra (laboratorji)	1	5	2	3	2
In-Numru tar-riżultati aċċettati	46	38	44	42	44
Il-Valur medju(ñ)()	76,5	85,3	156.5	45,4 15,8(*)	32,7 61,8(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	3,5	1,3	6.5	4,4	3,6
Id-Devjazzjoni standard relattivatal-kapċità tat-tennija (g) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Il-limitu tal-kapaċità tat-tennija()	9,8	3,5	18,3	12,2	7,6
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	13	15	24,1	7,3	9,0
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g) (%)	16,4	17,5	15,4	23,3	19,1
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà()	35,2	41,8	67.4	20,3	25,2

It-Tipi tal-kampjuni:
A. Il-*Brandy*: duplikati għomja
B. Il-*Kirsch*: duplikati għomja
Ċ. Il-Grappa: duplikati għomja
D. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)
E Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test tal-laboratorju	1 997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	I l-M eta nol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji miżmumawara l-elimininazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	26	27	27	28	25
In-Numru ta' dawk li kienu 'ilbarra (laboratorji)	4	3	3	1	4
In-Numru tar-riżultati aċċettati	52	54	54	56	50
Il-Valur medju($\bar{x}$)()	319,8	2 245	1 326	83,0 61,5(*)	18,6 28,9(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	4,4	27	22	1,5	1,3
Id-Devjazzjoni relattivatal-kapaċità tat-tennija (g)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija()	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	13	99	60	4,5	2,8
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (R) *ug/g*	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

It-tipi tal-kampjuni
A. Il-*Brandy*: duplikati għomja
B. Il-*Kirsch*: duplikati għomja
Ċ. Il-Grappa: duplikati għomja
D. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)
E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test tal-laboratorju	1 997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	4

▼B

L-Analit I l-B uta n-2 -ol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	E
In-Numru tal-laboratorji miżmumawara l-eliminazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	21	27	29	22
In-Numru ta' dawk li kienu 'lbarra (laboratorji)	4	3	1	1
In-Numru tar-riżultati aċċettati	42	54	58	44
Il-Valur medju($\bar{x}$)()	5,88	250,2	27,57	5,83 14,12(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	0,40	2.2	0.87	0.64
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċità tat-tennija (g) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija()	1,1	6,1	2,5	1,8
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g)	0,89	13	3,2	0,87
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (*R*) *ug/g*	2,5	35,5	8,9	2,4

It-Tipi tal-kampjuni
A.Il-*Brandy*:
duplikati għomja
B. Il-*Kirsch*:
duplikati għomja
Ċ. Il-Grappa:
duplikati għomja
D. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)
E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test interlaboratorju 1 997

In-Numru tal-laboratorji 32

In-Numru tal-kampjuni 5

L-Analit I l-P rop ano l-1 -ol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-kampjuni miżmumawara l-eliminazzjoni ta' dawkqegħdin 'il barra	29	27	27	29	29
In-Numru ta dawk li kienu 'ilbarra (laboratorji)	2	4	3	2	2
In-Numru tar-riżultati aċċettati	58	54	54	58	58
Il-Valur medju ()($\bar{x}$)*ug/g*	86,4 3	541	159,1	272,1 293,3(*)	177,3 222,1(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċitàtat-tennija (r)	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Id-Devjazzjponi relattivatal-kapaċità tat-tennija (g) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija()	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	5,3	150	6,3	9,0	8,1
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Il-Limiti tar-riproduċibbiltà (*R*) *ug/g*	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

▼B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E

It-Tipi tal-kampjuni
A. Il-*Brandy*: duplikati għomja
B. Il-*Kirsch*: duplikati għomja
Ċ. Il-Grappa: duplikati għomja
D. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)
E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test interlaboratorju	1 997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	I l-p rop ano l-1 -ol

Il-kampjuni	A	B	Ċ
In-Numru tal-laboratorji miżmuma-wara l-eliminazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	20	22	22
In-Numru ta' dawk li jkunu 'lbarra (laboratorji)	4	4	6
In-Numru tar-riżultati aċċettati	40	44	44
Il-Valur medju(×)()	3,79	5,57	7,54
Id-Devjazzoni tal-kapaċitàtat-tennija (r)	0,43	0,20	0,43
Id-Devjazzjoni standard relattiva tal-kapaċità tat-tennija (g) (%)	11,2	3,6	5.6
Il-limitu tal-kapaċità tat-tennija()	1,1	0,6	1,2
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	0,59	0,35	0,82
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċib-biltà () (%)	15,7	9,8	10,8
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (*R*) *ug/g*	1,7	1,5	2,3

It-Tipi tal-kampjuni
A. Il-*Brandy*: duplikati għomja
B. Il-*Kirsch*: duplikati għomja
Ċ. Il-Grappa: duplikati għomja (*)

Is-sena tat-test interlaboratorju	1 997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	it- 2-m eti lpr opa n-1 -ol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji wara l-elimi-nazzjoni ta' dawk li qegħdin'il barra	28	31	30	26	25
In-Numru ta' dawk li huma 'ilbarra (laboratorji)	3	0	1	5	4
In-Numru tar-riżultati aċċettati	56	62	60	52	50
Il-Valur medju ()(×)*ug/g*	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8(*)	133,78(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċità tat-tennija (r)	2,3	1,6	2,5	1,8	0,6
Id-Devjazzjoni relattivatal-kapaċità tat-tennija (g)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija(r)	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (r) (%)	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2

▼B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
Id-Devjazzjoni standard relattiva tar-riproduċibbiltà (g) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (*R*) *ug/g*	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

It-Tipi tal-kampjuni
A. Il-*Brandy*: duplikati għomja
B. Il-*Kirsch*: duplikati għomja
Ċ. Il-Grappa: duplikati għomja
D. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)
E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test interlaboratorju	1 997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	it- 2-m eti l-b uta n-1 -ol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji miżmuma-wara l-eleiminazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	25	26	25	27	25
In-Numru ta' dawk li huma 'il barra (laboratorji)	3	2	3	1	2
In-Numru tar-riżultati aċċettati	50	52	50	54	50
Il-Valur medju($\bar{x}$)(x)	113,0	48,3	91,6	72,1 45,2(*)	39,5 61,5(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċitàtat-tennija (r)	2,1	1,3	1,8	2,3	2,3
Id-Devjazzjoni relattiva tal-Kapaċità tat-tennija (g) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,3
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija()	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Id-Devjazzjoni tar-riproduċibbiltà (g)	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċib-biltà (g) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Il-Limitu tar-riproduċibbilta (*R*) *ug/g*	20,8	10.7	18,4	13.3	12,5

It-tipi tal-kampjuni
A. Il-*Brandy*: duplikati għomja
B. Il-*Kirsch*: duplikati għomja
Ċ. Il-Grappa: duplikati għomja
D. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)
E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

Is-Sena tat-test interlaboratorju	1 997
In-Numru tal-laboratorji	32
In-Numru tal-kampjuni	5
L-Analit	it- 3-m eti l-b uta n-1 -ol

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
In-Numru tal-laboratorji miżmuma-wara l-eliminazzjoni ta' dawk liqegħdin 'il barra	23	23	24	27	21
In-Numru ta' dawk li kienu 'il barra	5	5	4	1	6
In-Numru tar-riżultati aċċettati	46	46	48	54	42

▼B

Il-Kampjuni	A	B	Ċ	D	E
Il-Valur medju($\bar{x}$)(r)	459,4	242,7	288,4	142,2 120,4(*)	212,3 245.6(*)
Id-Devjazzjoni tal-kapaċitàtat-tennija (r)	5,0	2,4	3.4	2,4	3,2
Id-Devjazzjoni relattiva tal-kapaċita tat-tennija (r) (%)	1.1	1.0	1,2	1,8	1,4
Il-Limitu tal-kapaċità tat-tennija()	13,9	6.6	9,6	6,6	9,1
Id-Devjazzoni tar-riproduċibbiltà (r)	29,8	13	21	8,5	6,7
Id-Devjazzjoni relattivatar-riproduċibbiltà (g)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Il-Limitu tar-riproduċibbiltà (*R*) *ug/g*	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

It-Tipi tal-kampjuni
A. Il-*Brandy*: duplikati għomja
B. Il-*Kirsch*: duplikati għomja
Ċ. Il-Grappa: duplikati għomja
D. Il-*Whisky*: livelli maqsuma (*)
E. Ir-Rum: livelli maqsuma (*)

▼M1

V. DETERMINAZZJONI KROMATOGRAFIKA B'*ANETHOLE GAS* TA' *TRANS-ANETHOLE* F'XORB ALKOĦOLIKU

1. **Għan**

Dan il-metodu huwa addattat għad-determinazzjoni ta' *trans-anethole* f'xorb alkoħoliku b'togħma taż-żerriegħa ta' l-anisi bl-użu tal-kromatografija b'gass kapillari.

2. **Referenzi normattivi**

ISO 3696: 1987 Ilma għall-użu ta' l-analiżi fil-laboratorji – Speċifikazzjonijiet u metodi ta' l-ittestjar.

3. **Prinċipju**

Il-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* fl-ispirtu hija ddeterminata bil-kromatografija tal-gass (GC). L-istess kwantità ta' *internal standard*, per eżempju *4-allylanisole (estragole)* meta l-*estragole* m'huwiex preżenti b'mod naturali fil-kampjun, hija miżjuda mal-kampjun tat-test u ma' soluzzjoni ta' *trans-anethole* ta' konċentrazzjoni magħrufa wżata bħala referenza. It-tnejn li huma huma mbagħad dilwiti ma' soluzzjoni ta' 45 % *ethanol* u injettati direttament fis-sistema GC. Hemm bżonn li ssir estrazzjoni qabel il-preparazzjoni u l-analiżi ta' kampjun għal-likuri li fihom kwantitajiet kbar ta' zokkor.

4. **Reaġenti u materjali**

Waqt l-analiżi, uża biss reaġenti ta' purità ta' mill-inqas 98 %. Għandu jintuża ilma ta' mill-inqas grad 3 kif definit mill-ISO 3696.

Kimiċi ta' referenza għandhom jinħażnu kesħin (f'temperatura ta' 4 ° C), fid-dlam, f'kontenituri ta' l-aluminju jew fi fliexken tar-reaġenti magħmula mill-ħġieġ kulurit (ambra). It-tappijiet għandhom ikunu preferibbilment imdaħħla fil-post b'siġill ta' l-aluminju. It-*trans-anethole* ikollu bżonn jitniżżel mill-istat kristallin tiegħu qabel jintuża, imma f'dan il-każ it-temperatura tiegħu m'għandha qatt taqbeż il-35 °C.

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

4.2. 1-methoxy-4-(1-propenyl) benzene; (trans-anethole) (CAS 4180-23-8)

4.3. 4-allylanisole, (estragole) (CAS 140-67-0), internal standard suġġerit (IS)

4.4. Ethanol 45 % vol.

Żid 560 g ta' ilma distillat ma' 378 g ta' *ethanol 96 % vol.*

4.5. Preparazzjoni ta' soluzzjonijiet *standard*

Is-soluzzjonijiet *standard* kollha għandhom jinħażnu f'temperatura ambjentali (15 sa 35!!! error character !!! B!!! error character !!! ÍC) fid-dlam f'kontenituri ta' l-aluminju jew fi fliexken tar-reaġenti magħmula mill-ħġieġ kulurit (ambra). It-tapp għandu jkun preferibbilment imdaħħal fil-post b'siġill ta' l-aluminju.

It-*trans-anethole* u l-*4-allylanisole* huma prattikament insolubbli fl-ilma, u għalhekk hemm bżonn li t-*trans-anethole* u l-*4-allylanisole* jiddewbu fi ftit *96 % ethanol* (4.1) qabel iż-żieda ta' *45 % ethanol* (4.4).

Is-soluzzjonijiet għall-użu għandhom ikunu preparati kull ġimgħa.

4.5.1. Soluzzjoni *Standard* A

Soluzzjoni għall-użu ta' *trans-anethole* (konċentrazzjoni: 2 g/l)

Iżen 40 mg ta' *trans-anethole* (4.2) f'*volumetric flask* ta' 20 ml (jew 400 mg f'200 ml, eċċ.). Żid ftit *96 % ethanol* (4.1) u kompli l-volum b'*45 % vol. ethanol* (4.4), ħallat sew.

4.5.2 Soluzzjoni *internal standard* B

Soluzzjoni għall-użu ta' *internal standard*, per eżempju *estragole* (konċentrazzjoni: 2 g/l)

Iżen 40 mg ta' *estragole* (4.3) f'*volumetric flask* ta' 20 ml (400 mg f'200 ml, eċċ.). Żid ftit *96 % vol. ethanol* (4.1) u kompli l-volum b'*45 % vol. ethanol* (4.4), ħallat sew.

▼M1

4.5.3 Soluzzjonijiet użati biex tiċċekkja l-*linearity response* tal-*flame ionisation detector* (FID)

Il-*linearity response* tal-FID trid tkun iċċekkjata għall-analiżi waqt li tqis firxa ta' konċentrazzjonijiet ta' *trans-anethole* fi spirti minn 0 g/l sa 2.5 g/l. Fil-proċedura ta' l-analiżi, il-kampjuni mhux magħrufa li se jkunu analizzati huma dilwiti 10 darbiet (8.3). Għall-kondizzjonijiet ta' l-analiżi deskritti fil-metodu, soluzzjonijiet għall-użu li jikkorrispondu għal konċentrazzjonijiet ta' 0, 0,05, 0,1, 0,15, 0,2, u 0,25 g/l ta' *trans-anethole* fil-kampjun li se jkun analizzat huma preparati kif ġej: ħu 0,5, 1, 1,5, 2, u 2,5 ml ta' soluzzjoni għall-użu A (4.5.1) u ttrasferixxi bil-pipetta f'*volumetric flasks* separati ta' l-20 ml; ittrasferixxi bil-pipetta f'kull *flask* 2 ml ta' soluzzjoni *internal standard* B (4.5.2) u kompli l-volum b'*45 % vol. ethanol* (4.4), ħallat sew.

Il-*blank solutions* (8.4) hija wżata bħala soluzzjoni ta' 0 g/l.

4.5.4 Soluzzjoni *standard* C

Ħu 2 ml ta' soluzzjoni *standard* A (4.5.1) u ttrasferixxi bil-pipetta f'*volumetric flask* ta' l-20 ml, imbagħad żid 2 ml ta' soluzzjoni *internal standard* B (4.5.2) u kompli l-volum b'*45 % vol. ethanol* (4.4), ħallat sew.

5. **Apparat**

5.1. Kromatografu b'gass kapillari li fih *flame ionisation detector* (FID) u *integrator* jew xi sistema oħra ta' *data handling* li kapaċi tkejjel il-*peak heights* jew *areas*, u b'*automatic sampler* jew l-apparat meħtieġ għall-injezzjoni manwali tal-kampjun.

5.2. Split/splitless injector

5.3. Kolonna kapillari, per eżempju:

Tul: 50 m

Diametru ta' ġewwa: 0,32 mm

Ħxuna tal-film: 0,2 μm

Faži stazzjonarja: FFAP – modified TPA polyethylene glycol cross-linked porous polymer.

5.4. Apparat komuni tal-laboratorji: *A grade volumetric glassware*, *analytical balance* (preċiżjoni: ±0,1 mg).

6. **Kondizzjonijiet tal-kromatografija**

It-tip ta' kolonna u d-dimensjonijiet, u l-kondizzjonijiet tal-GC, għandhom ikunu dawk li l-*anethole* u l-*internal standard* ikunu separati minn xulxin u minn kull sustanza oħra li tista' tinterferixxi. Kondizzjonijiet tipiċi għall-kolonna mogħtija bħala eżempju f'5.3 huma:

6.1. Carrier gas: analytical helium

6.2. Rata tal-fluss: 2 ml/min

6.3. Injector temperature: 250 °C

6.4. Detector temperature:: 250 °C

6.5. Kondizzjonijiet tat-temperatura tal-forn: *isothermal*, 180°C, *run time* 10 minuti

6.6. Injection volume: 1 μl, split 1:40.

7. **Kampjuni**

Il-kampjuni għandhom jinħażnu f'temperatura ambjentali, f'post mudlam u mhux kiesaħ.

8. **Proċedura**

8.1 *Screening* tal-kampjun għall-*estragole*

Biex tassigura li m'hemm l-ebda *estragole* preżenti b'mod naturali fil-kampjun, għandha ssir analiżi *blank* mingħajr iż-żieda ta' ebda *internal standard*. Jekk l-*estragole* huwa preżenti b'mod naturali jrid jintgħażel *internal standard* ieħor (per eżempju *menthol*).

▼M1

Ittrasferixxi bil-pipetta 2 ml tal-kampjun f'*volumetric flask* ta' l-20 ml u kompli l-volum b'*45 % vol. ethanol* (4.4), ħallat sew.

8.2 Preparazzjoni ta' kampjuni mhux magħrufa

Ittrasferixxi bil-pipetta kampjun ta' 2 ml f'*volumetric flask* ta' l-20 ml imbagħad żid 2 ml ta' soluzzjoni *internal standard* B (4.5.2) u kompli l-volum b'*45 % vol. ethanol* (4.4), ħallat sew.

8.3 Blank

Ittrasferixxi bil-pipetta 2 ml ta' soluzzjoni *internal standard* B (4.5.2) f'*volumetric flask* ta' l-20 ml u kompli l-volum b'*45 % vol. ethanol* (4.4), ħallat sew.

8.4 Test ta' linearità

Qabel tinbeda l-analiżi, il-linearità tar-*response* tal-FID għandha tkun iċċekkjata billi jiġu analizzati b'mod suċċessiv tliet kopji preċiżi ta' kull waħda mil-*linearity standard solutions* (4.5.3).

Miż-żoni *peak* jew il-*peak heights* ta' l-*integrator* għal kull injezzjoni ipplottja *graph* tal-konċentrazzjoni tal-*mother solution* tagħhom fi g/l *versus* ir-*ratio R* għal kull wieħed.

R = il-*peak height* jew żona tat-*trans-anethole* diviża bil-*peak height* jew żona ta' l-*estragole*.

Għandu jingħata *linear plot*.

8.5 Determinazzjoni

Injetta l-*blank solution* (8.3), segwita mis-soluzzjoni *standard* C (4.5.4), segwita minn wieħed mil-*linearity standards* (4.5.3) li se jaħdem bħala kampjun tal-kontroll tal-kwalità (dan jista' jintgħażel b'referenza għall-konċentrazzjoni probabbli ta' *trans-anethole* f'dak li mhux magħruf) segwit minn ħamsa mhux magħrufa (8.2); daħħal kampjun ta' linearità (għall-kontroll tal-kwalità) wara kull ħames kampjuni mhux magħrufa, biex tassigura stabbilità analitika.

9. **Kalkolu tar-*response factor***

Kejjel iż-żoni peak (billi tuża integrator jew xi data system oħra) jew il-peak heights (manual integration) għat-trans-anethole u l-peaks ta' l-internal standard.

9.1 Kalkolu tar-*response factor* (RF_i)

Ir-*response factor* huwa kkalkulat kif ġej:

$Rf_i = (C_i/\text{area or height}_i)*(\text{area or height}_{is}/C_{is})$

Fejn:

C_i hija l-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* fis-soluzzjoni *standard* A (4.5.1)

C_{is} hija l-konċentrazzjoni ta' *internal standard* fis-soluzzjoni *standard* B (4.5.2)

$area_i$ hija ż-żona (jew il-*height*) tal-*peak* tat-*trans-anethole*

$area_{is}$ hija ż-żona (jew il-*height*) tal-*peak* ta' l-*internal standard*

RF_i huwa kkalkulat mill-ħames kampjuni ta' soluzzjoni C (4.5.4).

9.2 Analiżi tas-soluzzjonijiet tal-*linearity response test.*

Injetta s-soluzzjonijiet tal-*linearity response test*. (4.5.3).

9.3 Analiżi tal-kampjun

Injetta s-soluzzjoni mhux magħrufa tal-kampjun (8.2).

10. **Kalkolu tar-riżultati**

Il-formola għall-kalkolu tal-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* hi din li ġejja:

$c_i = C_{is}$ * (żona jew $height_i$/żona jew $height_{is}$)*RF_i

Fejn:

▼M1

c_i	hija l-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* mhux magħrufa
C_{is}	hija l-konċentrazzjoni ta' *internal standard* fis-soluzzjoni mhux magħrufa (4.5.2)
Area jew $height_i$	hija ż-żona jew il-height tal-peak tat-*trans-anethole*
Area jew $height_{is}$	hija ż-żona jew il-height tal-peak ta' l-internal standard
RF_i	huwa r-*response coefficient* (ikkalkulat bħal dak f'9.1)

Il-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* hija espressa fi grammi f'kull litru, sa punt deċimali wieħed.

11. **Assigurazzjoni u kontroll tal-kwalità**

Il-*chromatograms* iridu jkunu dawk li l-*anethole* u l-*internal standard* ikunu separati minn xulxin u minn kull sustanza oħra li tista' tinterferixxi. Il-valur tar-RF_i huwa kkalkulat mir-riżultati għall-ħames injezzjonijiet ta' soluzzjoni C (4.5.4). Jekk il-*coefficient of variation* (CV % = (*standard deviation/mean*)*100) huwa sa *plus* jew *minus* 1 %, il-valur medju tar-RF_i huwa aċċettabbli.

Il-kalkolu ta' hawn fuq għandu jintuża biex tkun kalkulata l-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* fil-kampjun magħżul għall-kontroll tal-kwalità mis-soluzzjonijiet tal-*linearity control* (4.5.3).

Jekk ir-riżultati medji kkalkulati mill-analiżi tal-*linearity solution* magħżula bħala kampjun għall-*internal quality control* (IQC) huma sa *plus* jew *minus* 2,5 % tal-valur teoretiku tagħhom, allura r-riżultati għall-kampjuni mhux magħrufa jistgħu jkunu aċċettati.

12. **Trattament tal-kampjun tax-xorb alkoħoliku li fih ammont kbir ta' zokkor u tal-kampjun tal-likuri qabel l-analiżi bil-GC**

Estrazzjoni ta' alkoħol mix-xorb alkoħoliku li fih ammont kbir ta' zokkor, sabiex tkun tista' tiġi ddeterminata l-konċentrazzjoni ta' *trans-anethole* bl-użu tal-kromatografija b'gass kapillari.

12.1. Prinċipju

Parti milll-kampjun tal-likuri tittieħed u ma' din jinżied l-*internal standard*, f'konċentrazzjoni simili għal dik ta' l-*analyte* (*trans-anethole*) fil-likur. Ma' dan jinżiedu *sodium phosphate dodecahydrate* u *anhydrous ammonium sulphate*. It-taħlita li tirriżulta titħawwad sew u titkessaħ, żewġ saffi jiżviluppaw, u s-saff ta' alkoħol fil-wiċċ jitneħħa. Parti minn dan is-saff ta' alkoħol tittieħed u tiġi dilwita ma' soluzzjoni ta' 45 % *ethanol* (4.4) (Nota: l-ebda *internal standard* ma jiżdied f'din il-fażi, għax diġa żdied). Is-soluzzjoni li tirriżulta tiġi analizzata fil-kromatografija tal-gass.

12.2. Reaġenti u materjali

Waqt l-estrazzjoni uża biss reaġenti ta' purità ikbar muinn 99 %.

12.2.1. Ammonium sulphate, anhydrous, (CAS 7783-20-2).

12.2.2. Sodium phosphate, dibasic, dodecahydrate, (CAS 10039-32-4).

12.3. Apparat

Conical flasks, separating flasks, friġġ.

12.4. Proċedura

12.4.1. *Screening* tal-kampju għall-*estragole*

Biex tassigura li m'hemm l-ebda *estragole* preżenti b'mod naturali fil-kampjun, għandhom isiru *blank extraction* (12.6.2) u analiżi mingħajr iż-żieda ta' ebda *internal standard*. Jekk l-*estragole* huwa preżenti b'mod naturali jrid jintgħażel *internal standard* ieħor.

12.4.2. Estrazzjoni

Ittrasferixxi bil-pipetta 5 ml ta' 96 % *ethanol* (4.1) f'*conical flask*, iżen f'dan il-*flask* 50 mg ta' *internal standard* (4.3), u żid 50 ml tal-kampjun. Żid 12 g ta' *ammonium sulphate, anhydrous* (12.2.1),

▼M1

8.6 g ta' *dibasic sodium phosphate, dodecahydrate* (12.2.2). Agħlaq il-*conical flask* b'tapp.

Ħawwad il-*flask* għal mill-inqas 30 minuta. Jista' jintuża apparat mekkaniku għat-taħwid, imma mhux *Teflon coated magnetic stirring bar*, minħabba li t-*Teflon* jassorbi ftit mill-*analyte*. Ara li l-imluħa miżjuda ma jdubux kompletament.

Poġġi l-*flask* magħluq bit-tapp fi friġġ (T < 5 C) għal mill-inqas sagħtejn.

Wara dan il-ħin, suppost li jkun hemm żewġ saffi distinti ta' likwidi u residwu solidu. Is-saff ta' alkoħol għandu jkun ċar, jekk le, erġa' poġġi fil-friġġ sakemm ikun hemm separazzjoni ċara.

Meta s-saff ta' l-akoħol ikun ċar, ħu bil-galbu parti minnu (per eżempju 10 ml), mingħajr ma ċċaqlaq is-saff ta' l-ilma, poġġi f'tubu tal-ħġieġ kulur ambra u għalaq sew.

12.4.3. Preparazzjoni tal-kampjun estratt li se jkun analizzat

Ħalli l-estratt (12.4.2) jilħaq temperatura ambjentali.

Ħu 2 ml tas-saff ta' l-akoħol tal-kampjun estratt u ttrasferixxi bil-pipetta f'*volumetric flask* ta' l-20 ml, kompli l-volum b'45 % *ethanol* (4.4), ħallat sew.

12.5. Determinazzjoni

Segwi l-proċedura kif indikat f'8.5.

12.6. Kalkolu tar-riżultati

Uża l-formola li ġejja biex tikkalkula r-riżultati:

$C_i = (m_{is}/V)^* (area_i/area_{is})^*RF_i$

fejn:

m_{is} hija l-piż ta' *internal standard* (4.3) meħud (12.4.2) (f'milligrammi)

V hija l-volum ta' kampjun mhux magħruf (50 ml)

RF_i hija r-*response factor* (9.1)

$area_i$ hija ż-żona tal-*peak* tat-*trans-anethole*

areais hija ż-żona tal-*peak* ta' *internal standard*

Ir-riżultati huma espressi fi grammi f'kull litru, sa punt deċimali wieħed.

12.7 Kontroll u assigurazzjoni tal-kwalità

Segwi l-proċedura kif indikat fi 11 hawn fuq.

13. **Karatteristiċi ta' *method performance* (preċiżjoni)**

Riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju:

It-tabelli li ġejjin jagħtu l-valuri għall-*anethole.*

L-informazzjoni li ġejja ttieħdet minn studju internazzjonali ta' *method performance* magħmul skond proċeduri miftehma internazzjonalment.

Sena ta' test interlaboratorju	1 998
Numru ta' laboratorji	16
Numru ta' kampjuni	10
Analyte	an eth ole

Pastis:

Kampjuni	A	B	C	D	E	F
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	15	15	15	13	16	16

▼**M1**

Kampjuni	A	B	C	D	E	F
Numru ta' dawk li varjaw ħafna (laboratorji)	1	1	1	3	—	—
Numru ta' riżultati aċċettati	30	30	30	26	16	16
Valur medju g/l	1,477	1,955	1,940	1,833	1,741	1,754
Repeatability standard deviation (Sr) g/l	0,022	0,033	0,034	0,017	—	—
Repeatability relative standard deviaton (RSDr) (%)	1,5	1,7	1,8	0,9	—	—
Repeatability limit (r) g/l	0,062	0,093	0,096	0,047	—	—
Reproducibility standard deviation (SR) g/l	0,034	0,045	0,063	0,037	0,058	0,042
Reproducibility relative standard deviation (RSDR) (%)	2,3	2,3	3,2	2,0	3,3	2,4
Reproducibility limit (R) g/l	0,094	0,125	0,176	0,103	0,163	0,119

Tipi ta' kampjuni:

A pastis, blind duplicates

B pastis, blind duplicates

C pastis, blind duplicates

D pastis, blind duplicates

E pastis, single duplicates

F pastis, single duplicates

Xorb alkoħoliku ieħor b'togħma taż-żerriegħa ta' l-anisi:

Kampjuni	G	H	I	J
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	16	14	14	14
Numru ta' dawk li varjaw ħafna (laboratorji)	-	2	1	1
Numru ta' riżultati aċċettati	32	28	28	28
Valur medju g/l	0,7780,530 (*)	1,742	0,351	0,599
Repeatability standard deviation (Sr) g/l	0,020	0,012	0,013	0,014
Repeatability relative standard deviaton (RSDr) (%)	3,1	0,7	3,8	2,3
Repeatability limit (r) g/l	0,056	0,033	0,038	0,038
Reproducibility standard deviation (SR) g/l	0,031	0,029	0,021	0,030
Reproducibility relative standard deviation (RSDR) (%)	4,8	1,6	5,9	5,0
Reproducibility limit (R) g/l	0,088	0,080	0,058	0,084

Tipi ta' kampjuni:

G ouzo, split levels (*)

H anisi, blind duplicates

I likur b'togħma taż-żerriegħa ta' l-anisi, *duplicates*

J likur b'togħma taż-żerriegħa ta' l-anisi, *duplicates.*

▼M1

VI. *GLYCYRRHIZIC ACID*. DETERMINAZZJONI TA' *GLYCYRRHIZIC ACID* BL-UŻU TAL-KROMATOGRAFIJA *HIGH-PERFORMANCE* TAL-LIKWIDU

1. **Għan**

Dan il-metodu huwa addattat għad-determinazzjoni ta' *glycyrrhizic acid* f'xorb alkoħoliku b'togħma taż-żerriegħa ta' l-anisi bl-użu tal-kromatografija tal-likwidu *high performance* (HPLC). Ir-Regolament (KEE) Nru. 1576/89 jispeċifika li kull xorb alkoħoliku b'togħma taż-żerriegħa ta' l-anisi msejjaħ "*pastis*" irid ikun fih bejn 0,05 u 0,5 g ta' *glycyrrhizic acid* f'kull litru.

2. **Referenzi normattivi**

ISO 3696: 1987 Ilma għall-użu ta' l-analiżi fil-laboratorji – Speċifikazzjonijiet u metodi ta' l-ittestjar.

3. **Prinċipju**

Il-konċentrazzjoni ta' *glycyrrhizic acid* hija ddeterminata bl-użu tal-kromatografija tal-likwidu *high performance* (HPLC) bil-*UV detection*. Soluzzjoni standard u l-kampjun tat-test huma ffiltrati u huma injettati separatament direttament fis-sistema HPLC.

4. **Reaġenti u materjali**

Waqt l-analiżi, uża biss reaġenti ta' grad HPLC, *absolute ethanol* u ilma ta' grad 3 kif definit mill-ISO 3696.

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

4.2. Ammonium glycyrrhizinate, C42H62O16NH3 (Glycyrrhizic acid ammonium salt)

(Mol. Wt.: 839,98) (CAS 53956-04-0): purità mill-anqas 90 %

(Mol. Wt.: glycyrrhizic acid 822,94).

4.3. Glacial acetic acid, CH3COOH, (CAS 64-19-7).

4.4. *Methanol*, CH3OH (CAS 67-56-1).

4.5 Ethanol 50 % vol.

Għal 1 000 ml f'temperatura ta' 20°C:

— 96 % *vol. ethanol* (4.1): 521 ml

— Ilma (2.0): 511 ml.

4.6 Preparazzjoni ta' l-HPLC *elution solutions*

4.6.1. Elution solvent A (eżempju)

80 parti (skond il-volum) ta' ilma (2.0)

20 parti (skond il-volum) ta' *acetic acid* (4.3).

Neħħi l-gass mill-*elution solvent* għal ħames minuti.

Nota: Jekk l-ilma wżat ma ġiex mikrofiltrat, aħjar tiffiltra l-*elution solvent* preparat fuq filter għall-*organic solvents* b'*pore size* inqas minn jew fid-daqs ta' 0,45µm.

4.6.2. Elution solvent B

Methanol (4.4).

4.7 Preparazzjonijiet ta' soluzzjonijiet standard

Is-soluzzjonijiet standard kollha jridu jkunu preparati mill-ġdid wara xahrejn.

4.7.1. Soluzzjoni ta' referenza C

Iżen għall-eqreb 0,1 mg, 25 mg ta' *ammonium* glycyrrhizinate (4.2) f'*volumetric flask* tal-100 ml. Żid ftit 50 % vol. *ethanol* (4.5) u dewweb l-*ammonium glycyrrhizinate*. Meta jkun dab kompli sal-marka b'50 % *vol. ethanol* (4.5).

Iffiltra minn filter għall-*organic solvent.*

▼M1

4.7.2. Soluzzjonijiet standard użati biex tiċċekkja l-linearità tar-*response* ta' l-istrumentazzjoni

Soluzzjoni għall-użu ta' 1,0 g/l hija preparata billi tiżen, bl-iktar mod preċiż possibbli 0,1 mg, 100 mg ta' *ammonium glycyrrhizinate*f'*volumetric flask* tal-100 ml. Żid ftit 50 % *vol. ethanol* (4.5) u dewweb l-*ammonium glycyrrhizinate*. Meta jkun dab kompli sal-marka b'50 % *vol. ethanol* (4.5).

Mill-inqas erba' soluzzjonijiet oħra li jikkorrispondu għal 0,05, 0,1, 0,25 u 0,5 g/l ta' *ammonium glycyrrhizinate* huma preparati billi jiġu trasferiti bil-pipetta rispettivament 5 ml, 10 ml, 25 ml u 50 ml tas-soluzzjoni għall-użu ta' 1,0 g/l f'*volumetric flasks* separati tal-100 ml. Imbagħad kompli sal-marka b'50 % *vol. ethanol* (4.5) u ħallat sew.

Iffiltra s-soluzzjonijiet kollha minn filter għall-*organic solvents*

5. **Apparat**

5.1. Sistema ta' separazzjoni

5.1.1 Kromatografu *high-performance* tal-likwidu.

5.1.2. Sistema ta' ppumpjar li tippermettilek li tilħaq u żżomm rata ta' fluss kostanti jew ipprogrammata bi preċiżjoni kbira.

5.1.3. *UV spectrophotometric detection system*: għandu jkun issettjat fuq 254 nm.

5.1.4. Solvent degassing system.

5.2. *Computational integrator* jew *recorder*, li l-*performance* tiegħu hija kompatibbli mal-bqija tas-sistema.

5.3. Kolonna (eżempju):

Materjal: *stainless steel* jew ħġieġ

Diametru ta' ġewwa: 4 sa 5 mm

Tul: 100 sa 250 mm

Faži stazzjonarja: *cross-linked silica* ma' *octadecyl functional group* (C18) (preferibbilment sferiku), *particle size* massimu: 5 μm.

5.4. Apparat tal-laboratorju

5.4.1. *Analytical balance* bi preċiżjoni ta' 0,1 mg

5.4.2. A-grade volumetric glassware

5.4.3. Micromembrane filtration arrangement għal volumi żgħar.

6. **Kondizzjonijiet tal-kromatografija**

6.1. Karatteristiċi ta' l-*elution*: (eżempju)

— rata tal-fluss: 1 ml/minuta,

— *solvent* A = 30 %,

— *solvent* B = 70 %.

6.2. Detection:

— UV = 254 nm

7. **Proċedura**

7.1. Preparazzjoni tal-kampjun tax-xorb alkoħoliku

Iffiltra, jekk ikun hemm bżonn, minn filter għall-*organic solvents* (*pore diameter*: 0,45 μm).

7.2. Determinazzjoni

Meta l-kondizzjonijiet tal-kromatografija jkunu stabbilew ruħhom,

— injetta 20 μl tas-soluzzjoni ta' referenza C (4.7.1),

— injetta 20 μl tas-soluzzjoni tal-kampjun,

— qabbel iż-żewġ *chromatograms*. Identifika l-*peaks* ta' *glycyrrhizic acid* mir-*retention times* tagħhom. Kejjel iż-żoni (jew il-*heights*)

▼M1

tagħhom u kkalkula l-konċentrazzjoni fi g/l sa żewġ numri deċimali billi tuża l-ekwazzjoni li ġejja:

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

fejn:

c hija l-konċentrazzjoni fi grammi f'kull litru ta' *glycyrrhizic acid* fix-xorb alkoħoliku li jkun qed jiġi analizzat

C hija l-konċentrazzjoni fi grammi f'kull litru ta' *ammonium glycyrrhizinate* fis-soluzzjoni ta' referenza

h hija ż-żona (jew il-*height*) tal-*peak* ta' *glycyrrhizic acid* tax-xorb alkoħoliku li jkun qed jiġi analizzat

H hija ż-żona (jew il-*height*) tal-*peak* ta' *glycyrrhizic acid* tas-soluzzjoni ta' referenza

P hija l-purità tar-referenza *ammonium glycyrrhizinate* (f' %)

823 hija l-massa ta' *mole* wieħed ta' *glycyrrhizic acid*

840 hija l-massa ta' *mole* wieħed ta' *ammonium glycyrrhizinate.*

8. **Karatteristiċi ta' *method performance* (preċiżjoni)**

Riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju:

It-tabella li ġejja tagħti l-valuri għall-*glycyrrhizic acid*.

L-informazzjoni li ġejja ttieħdet minn studju internazzjonali ta' *method performance* magħmul skond proċeduri miftiehma internazzjonalment.

Sena ta' test interlaboratorju	1 998
Numru ta' laboratorji	16
Numru ta' kampjuni	5
Analyte	gl ycy rrh izi c a cid

Kampjuni	A	B	C	D	E
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	13	14	15	16	16
Numru ta' dawk li varjaw ħafna (laboratorji)	3	2	1	-	-
Numru ta' riżultati aċċettati	26	28	30	32	32
Valur medju g/l	0,046	0,092 (*) 0,099	0,089	0,249	0,493
Repeatability standard deviation (Sr) g/l	0,001	0,001	0,001	0,002	0,003
Repeatability relative standard deviaton (RSDr) (%)	1,5	1,3	0,7	1,0	0,6
Repeatability limit (r) g/l	0,002	0,004	0,002	0,007	0,009
Reproducibility standard deviation (SR) g/l	0,004	0,007	0,004	0,006	0,013
Reproducibility relative standard deviation (RSDR) (%)	8,6	7,2	4,0	2,5	2,7
Reproducibility limit (R) g/l	0,011	0,019	0,010	0,018	0,037

Tipi ta' kampjuni:

A pastis, blind duplicates

B pastis, split levels (*)

C pastis, blind duplicates

D pastis, blind duplicates

E pastis, blind duplicates

▼M1

VII. ***CHALCONES*, METODU TAL-KROMATOGRAFIJA TAL-LIKWIDU *HIGH-PERFORMANCE* BIEX TIVVERIFIKA L-PREŻENZA TA' *CHALCONES* FIL-*PASTIS***

1. **Għan**

Dan il-metodu huwa addattat biex tiddetermina jekk iċ-*chalcones* humiex preżenti fix-xorb alkoħoliku b'togħma ta' l-anisi jew le. *Chalcones* huma koloranti naturali tal-familja *flavanoid* li huma preżenti fl-għeruq tal-likurizja *(Glycyrrhiza glabra)*.

Biex xorb alkoħoliku b'togħma taż-żerriegħa ta' l-anisi jissejjaħ "*pastis*", irid ikun fih iċ-*chalcones* (Regolament (KEE) Nru. 1576/89).

2. **Referenzi normattivi**

ISO 3696: 1987 Ilma għall-użu ta' l-analiżi fil-laboratorji – Speċifikazzjonijiet u metodi ta' l-ittestjar.

3. **Prinċipju**

Soluzzjoni ta' referenza ta' estratt tal-likurizja hija preparata. Il-preżenza jew l-assenza ta' *chalcones* hija ddeterminata bl-użu tal-kromatografija *high-performance* tal-likwidu (HPLC) bil-*UV detection*.

4. **Reaġenti u materjali**

Waqt l-analiżi, uża biss reaġenti ta' grad HPLC. L-*ethanol* għandu jkun 96 % *vol.* Għandu jintuża ilma ta' grad 3 biss kif definit mill-ISO 3696.

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

4.2. *Acetonitrile, CH3CN*, (CAS 75-05-8)

4.3. Sustanza ta' referenza: *Glycyrrhiza glabra*: likurizja, "*sweet root*"

Għeruq tal-likurizja mitħunin mhux fini (*Glycyrrhiza glabra*). Dimensjonijiet medji tal-biċċiet tawwalin: tul: 10 sa 15 mm, ħxuna: 1 sa 3 mm.

4.4. Sodium acetate, CH_3COONa, (CAS 127-09-3)

4.5. Glacial acetic acid, CH_3COOH, (CAS 64-19-7)

4.6. Preparazzjoni tas-soluzzjonijiet

4.6.1. Ethanol 50 % volume

Għal 1 000 ml f'temperatura ta' 20 °C:

— 96 % vol. ethanol (4.1): 521 ml,

— Ilma (2.0): 511 ml.

4.6.2. Solvent A: acetonitrile

Acetonitrile (4.2) ta' purità għall-analiżi HPLC.

Neħħi l-gass

4.6.3. Solvent B: 0,1 M sodium acetate buffer solution, pH 4,66.

Iżen 8,203 g ta' *sodium acetate* (4.4), żid 6,005 g ta' *glacial acetic acid* (4.5) u kompli għal 1 000 ml bl-ilma (2) f'*volumetric flask*.

5. **Preparazzjoni ta' l-estratt ta' referenza mill-*Glycyrrhiza glabra* (4.3)**

5.1. Iżen 10 g ta' għeruq tal-likurizja (*Glycyrrhiza glabra*) (4.3) u poġġiha f'*distillation flask* bil-qiegħ tond.

— żid 100 ml ta' *50 % vol. ethanol* (4.6.1),

— għalli taħt *reflux* għal siegħa,

— iffiltra,

— poġġi l-likwidu filtrat għalih biex tużah iktar tard

5.2. Ħu l-estratt tal-likurizja mill-filter

— poġġih f'*distillation flask* bil-qiegħ tond,

▼M1

— żid 100 ml ta' *50 % vol. ethanol* (4.6.1),

— għalli taħt *reflux* għal siegħa,

— iffiltra. Poġġi l-likwidu filtrat għalih biex tużah iktar tard.

5.3. L-estrazzjoni tal-likurizja trid issir tliet darbiet wara xulxin.

5.4. Ħallat it-tliet likwidi filtrati.

5.5. Evapora s-solvent phase (ta' 5.4.) fuq rotary evaporator.

5.6. Ħu l-estratt residwu (ta' 5.5) ma' 100 ml *50 % vol. ethanol* (4.6.1).

6. **Apparat**

6.1. Sistema ta' separazzjoni.

6.1.1. Kromatografija tal-likwidu *high-performance*.

6.1.2. Sistema ta' ppumpjar li kapaċi tilħaq u żżomm rata ta' fluss kostanti jew programmata bi pressjoni għolja.

6.1.3. *UV/visible spectrophotometric detection system* li tista' tkun issettjata fuq 254 u 370 nm.

6.1.4. Solvent degassing system:

6.1.5. *Column oven* li jista' jkun issettjat għal temperatura ta' 40 ± 0,1 °C.

6.2. *Computational integrator* jew *recorder*, li l-*performance* tiegħu hija kompatibbli mal-bqija tas-sistema ta' separazzjoni.

6.3. Kolonna

Materjal: *stainless steel* jew ħġieġ

Diametru ta' ġewwa: 4 sa 5 mm

Faži stazzjonarja: cross-linked silica ma' octadecyl derived functional group (C18), particle size: 5 μm l-iktar (faži *cross-linked*).

6.4. Apparat komuni tal-laboratorju, inkluż:

6.4.1. *analytical balance* (preċiżjoni: ± 0,1 mg);

6.4.2. Apparat tad-distillar b'*reflux condenser*, li jinkludi, per eżempju:

— flask bil-qiegħ tond tal-250 ml bi standardised ground-glass joint,

— reflux condenser twil 30 ċm, u

— sors ta' sħana (kull reazzjoni piroġenika li tinvolvi l-materja estrattiva trid tkun evitata billi tuża arranġament addattat).

6.4.3. Apparat tar-*rotary evaporation*.

6.4.4. Apparat għall-filtrazzjoni (i.e. *Buchner funnel*).

6.5. Kondizzjonijiet tal-kromatografija (eżempju).

6.5.1. Karatteristiċi ta' *elution* ta' *solvents A* (4.6.2) u B (4.6.3):

— bidla minn 20/80 (v/v) għal 50/50 (v/v) *gradient* fi 15-il minuta,

— bidla minn 50/50 (v/v) għal 75/25 (v/v) *gradient* f'ħames minuti,

— saħħa ugwali ta' 75/25 (v/v) għal ħames minuti,

— stabbilizzazzjoni tal-kolonna bejn l-injezzjonijiet,

— saħħa ugwali ta' 20/80 (v/v) għal ħames minuti.

6.5.2. Rata tal-fluss: 1 ml/minuta.

6.5.3. Issettjar tal-*UV detector:*

id-*detector* irid ikun issettjat fuq 370 nm biex tinstab il-preżenza ta' *chalcones* u mbagħad fuq 254 nm biex jinstab il-*glycyrrhizic acid*.

▼M1

Nota: il-bidla ta' *wavelength* (minn 370 nm għal 254 nm) trid issir 30 sekonda qabel il-bidu tal-*peak* ta' elution tal-glycyrrhizic acid.

7. **Proċedura**

7.1. Preparazzjoni tal-kampjun tax-xorb alkoħoliku

Iffiltra minn filter għall-*organic solvents* (*pore diameter:* 0,45 μm).

7.2. Preparazzjoni ta' l-estratt ta' likurizja residwu (5.6)

Għamel *dilution* wieħed f'għaxra b'*50 % vol. ethanol* (4.6.1) qabel l-analiżi.

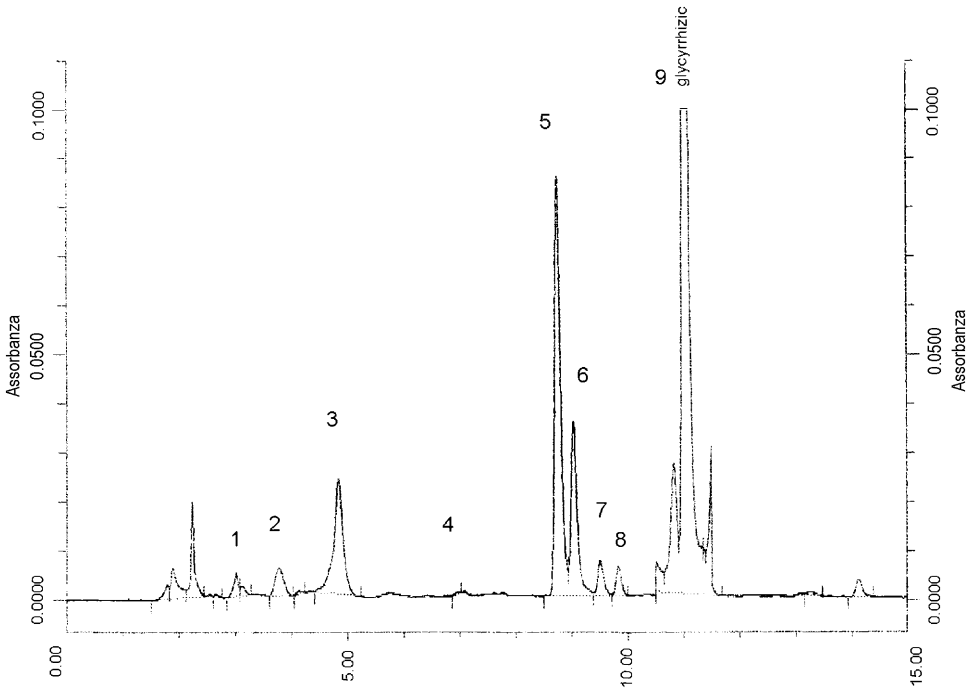
7.3. Determinazzjoni

7.3.1. Injetta 20 μl ta' l-estratt ta' likurizja preparat (7.2). Għamel l-analiżi billi tuża l-kondizzjonijiet tal-kromatografija deskritti hawn fuq (6.5).

7.3.2. Injetta 20 μl tal-kampjun (7.1) (kampjun tax-xorb alkoħoliku b'togħma taż-żerriegħa ta' l-aniżi). Għamel l-analiżi billi tuża l-kondizzjonijiet tal-kromatografija deskritti hawn fuq (6.5).

7.3.3. Qabbel iż-żewġ *chromatograms*. Għandu jkun hemm xebh kbir bejn iż-żewġ *chromatograms* fil-*chalcone exit zone* (waqt id-*detection* ta' 370 nm taħt il-kondizzjonijiet ta' l-analiżi deskritti hawn fuq) (ara Tabella 1).

8. ***Chromatogram*** **karatteristiku għal** ***pastis***



▼M1

9. **Karatteristiċi ta' *method performance* (preċiżjoni)**

Riżultati tat-test interlaboratorju:

It-tabella li ġejja tagħti l-*performance* għal rikonoxximent ta' preżenza jew assenza ta' *chalcones* fil-*pastis* u f'xorb alkoħoliku bit-togħma taż-żerriegħa ta' l-anisi.

L-informazzjoni li ġejja ttieħdet minn studju internazzjonali ta' *method performance* magħmul skond proċeduri miftiehma internazzjonalment.

Sena ta' test interlaboratorju	1 998
Numru ta' laboratorji	14
Numru ta' kampjuni	11
Analyte	cha lco nes

Kampjuni	A	B	C	D	E	F
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	14	14	14	14	14	13
Numru ta' dawk li varjaw ħafna minn oħrajn (laboratorji)	—	—	—	—	—	1 (*)
Numru ta' riżultati aċċettati	28	14	14	28	28	26
Numru ta' riżultati għall-preżenza ta' *chalcones*	28	14	14	0	28	0
Numru ta' riżultati għall-assenza ta' *chalcones*	0	0	0	28	0	26
Persentaġġ ta' riżultati tajbin *(%)*	100	100	100	100	100	100

(*) Riżultati inkonsistenti bejn iż-żewġ *duplicates* attribwiti għal żball ta' *sampling*

Kampjuni	G	H	I	J	K
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	14	14	14	14	14
Numru ta' dawk li varjaw ħafna (laboratorji)	—	—	—	—	—
Numru ta' riżultati aċċettati	28	14	14	28	28
Numru ta' riżultati għall-preżenza ta' *chalcones*	0	0	0	0	0
Numru ta' riżultati għall-assenza ta' *chalcones*	28	14	14	28	28
Persentaġġ ta' riżultati tajbin *(%)*	100	100	100	100	100

Tipi ta' kampjuni:

A pastis, blind duplicates

B pastis, single sample

C pastis, single sample

D "pastis" (li ma fihx chalcones), blind duplicates

E pastis (li ma fihx chalcones), blind duplicates

F likur b'togħma taż-żerriegħa ta' l-anisi (li ma fihx *chalcones*), *blind duplicates*

G likur b'togħma taż-żerriegħa ta' l-anisi (li ma fihx *chalcones*), *blind duplicates*

H ouzo (li ma fihx chalcones), single sample

I ouzo (li ma fihx chalcones), single sample

J anisi (li ma fihx chalcones), blind duplicates

▼**M1**

K “pastis” (li ma fihx chalcones), blind duplicates.

▼M1

IX. **ISFAR TAL-BAJD. DETERMINAZZJONI TAL-KONĊENTRAZZJONI TA' ISFAR TAL-BAJD FIX-XORB ALKOĦOLIKU – METODU FOTOMETRIKU**

1. **Għan**

Dan il-metodu huwa addattat għad-determinazzjoni tal-konċentrazzjoni ta' isfar tal-bajd minn 40 sa 250 g/l fil-likuri tal-bajd u l-likuri bil-bajd.

2. **Referenzi normattivi**

ISO 3696: 1897 Ilma għall-użu ta' l-analiżi fil-laboratorji – Speċifikazzjonijiet u metodi ta' l-ittestjar.

3. **Prinċipju**

L-*ethanol-soluble phosphorus compounds* li jinsabu fl-isfar tal-bajd huma estratti u l-konċentrazzjoni tagħhom hija determinata bil-fotometrija bħala *phosphorus molybdate complex*.

4. **Reaġenti u materjali**

4.1. Ilma double-distilled

4.2. Diatomaceous earth

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

4.4. Soluzzjoni *15 % magnesium acetate* (CAS 16674-78-5)

4.5. *10 % sulphuric acid* (CAS 7664-93-9)

4.6. 1 N sulphuric acid.

4.7. 0,16 g/l potasssium dihydrogen phosphate (CAS 778-77-0), soluzzjoni KH2PO4

4.8. Reaġent għad-determinazzjoni tal-fosfat:

dewweb 20 g ta' *ammonium molybdate* (CAS 12054-85-2), $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ f'400 ml ilma f'temperatura ta' 50°C;

dewweb, f'kontenitur ieħor, gramma ta' *ammonium vanadate* (CAS 7803-55-6), NH_4VO_3, f'300 ml ilma jaħraq, ħallih jibred, imbagħad żid 140 ml ta' *nitric acid* konċentrat (CAS 7697-37-2). Ħallat is-soluzzjonijiet imberrda f'*volumetric flask* ta' l-1 000 ml u kompli sal-marka ta' l-1 000 ml.

5. **Apparat**

5.1. *Conical flask* tal-100 ml

5.2. Ultrasonic bath (jew magnetic stirrer)

5.3. Volumetric flask tal-100 ml

5.4. Banju bl-ilma f'temperatura ta' 20 °C

5.5. Filter (Whatman Nº 4 jew ekwivalenti)

5.6. *Crucible* tal-porċellana (jew tal-platinum)

5.7. Banju bl-ilma jagħli

5.8. Hot plate

5.9. Muffle furnace

5.10. Volumetric flask tal-50 ml

5.11. *Volumetric flask* ta' l-20 ml

5.12. *Spectrophotometer* issettjat fuq 420 nm

5.13. *Cuvette* ta' ċentimetru.

6. **Kampjuni**

Il-kampjuni huma maħżuna f'temperatura ambjentali qabel l-analiżi.

7. **Proċedura**

7.1. Preparazzjoni tal-kampjun

7.1.1. Iżen 10 g tal-kampjun f'*conical flask* tal-100 ml (5.1).

▼M1

7.1.2. Żid gradwalment 70 ml ta' *ethanol* (4.3) f'porzjonijiet żgħar, ħawwad ma' kull żieda, u poġġi f'banju ultrasoniku (5.2) għal 15-il minuta (jew ħawwad it-taħlita b'*magnetic stirrer* (5.2) għal 10 minuti f'temperatura ambjentali).

7.1.3. Ittrasferixxi l-kontenut tal-*flask* f'*volumetric flask* tal-100 ml (5.3) b'*washings* ta' *ethanol* (4.3). Aġġusta sal-*calibration mark* b'*ethanol* (4.3) u poġġi l-*flasks* f'*water bath* f'temperatura ta' 20 °C (5.4). Aġġusta sal-*calibration mark* f'temperatura ta' 20 °C.

7.1.4. Żid ammont żgħir ta' *diatomaceous earth* (4.2) u ffiltra (5.5), u armi l-ewwel 20ml.

7.1.5. Ittrasferixxi 25 ml tal-likwidu filtrat f'*crucible* tal-porċellana (jew tal-platinum) (5.6). Il-likwidu filtrat irid imbagħad jiġi konċentrat b'*gentle evaporation* f'*boiling water bath* (5.7), biż-żieda ta' 5ml ta' soluzzjoni 15 % *magnesium acetate* (4.4).

7.1.6. Poġġi l-*crucibles* fuq *hot plate* (5.8) u saħħan sakemm jixxuttaw.

7.1.7. Ġib ir-residwu rmied billi ssaħħan sa l-inkandexxenza f'temperatura ta' 600 °C f'*muffle furnace*(5.9) sakemm l-irmied isir abjad, minimu ta' siegħa u nofs imma jista' jitħalla matul il-lejl.

7.1.8. Ħu l-irmied ma' 10 ml ta' 10 % *sulphuric acid* (4.5) u ttrasferieh b'*washings* ta' ilma distillat (4.1) f'*volumetric flask* ta' 50 ml (5.10), u imla sal-marka f'temperatura ambjentali b'ilma distillat (4.1).Parti ta' 5 ml ta' din is-soluzzjoni ta' rmied għandha tintuża biex tkun ippreparatas-soluzzjoni tal-kampjun tad-determinazzjoni tal-konċentrazzjoni tal-fosfat bil-fotometrija.

7.2. Determinazzjoni tal-konċentrazzjoni tal-fosfat bil-fotometrija

7.2.1. Soluzzjoni komparattiva

7.2.1.1. Poġġi 10 ml ta' 10 % *sulphuric acid* (4.5) f'*volumetric flask* tal-50 ml (5.10) u imla sal-marka b'ilma distillat (4.1).

7.2.1.2. Żid ma' parti ta' 5 ml ta' din is-soluzzjoni (7.2.1.1.), li qiegħda f'*volumetric flask* ta' l-20 ml (5.11), millilitru ta' 1 N *sulphuric acid* (4.6) u 2 ml tar-reaġent tal-fosfat (4.8) u kompli sa 20 ml b'ilma distillat (4.1).

7.2.1.3. Għalaq b'tapp mhux issikat, ħawwad u saħħan f'banju bl-ilma jagħli (5.7) għal 10 minuti, imbagħad berred f'banju bl-ilma f'temperatura ta' 20 °C (5.4) għal 20 minuta.

7.2.1.4. Imla *cuvette* ta' ċentimetru (5.13) b'din is-soluzzjoni komparattiva.

7.2.2. Soluzzjoni tal-kampjun

7.2.2.1. Żid ma' parti ta' 5 ml tas-soluzzjoni ta' l-irmied (7.1.8), li qiegħda f'*volumetric flask* ta' l-20 ml (5.11), millilitru ta' 1 N *sulphuric acid* (4.6) u 2 ml tar-reaġent tal-fosfat (4.8) u kompli sa 20 ml b'ilma distillat (4.1).

7.2.2.2. Għalaq b'tapp mhux issikat, ħawwad u saħħan f'banju bl-ilma jagħli (5.7) għal 10 minuti, imbagħad berred f'banju bl-ilma f'temperatura ta' 20 °C (5.4) għal 20 minuta.

7.2.2.3. Is-soluzzjoni safra li tiżviluppa hija analizzata mmedjatament bl-i*spectrophotometry* (5.12) f'*cuvette* ta' ċentimetru (5.13) b'420 nm kontra s-soluzzjoni komparattiva (7.2.1.4.).

7.2.3. Calibration curve

7.2.3.1. Biex tibni l-*calibration curve*, żid partijiet ta' 2 ml tar-reaġent tal-fosfat (4.8) f'*volumetric flasks* ta' l-20 ml (5.11) u li kull wieħed fih 1 N *sulphuric acid* (4.6) u 0, 2, 4, 6, 8 u 10 ml tas-soluzzjonita' *potassium dihydrogen phosphate* (4.7) rispettivament, u kompli sal-marka ta' 20 ml b'ilma distillat (4.1).

7.2.3.2. Għalaq b'tapp mhux issikat, ħawwad u saħħan f'banju bl-ilma jagħli (5.7) għal 10 minuti, imbagħad berred f'banju bl-ilma f'temperatura ta' 20 °C (5.4) għal 20 minuta u analizza bl-i*spectrophotometry* (5.12) f'*cuvette* ta' ċentimetru(5.13) b'420 nm kontra s-soluzzjoni komparattiva (7.2.1.4).

▼M1

7.2.3.3. Binja tal-*calibration curve*:

soluzzjoni ta' *dihydrogen phosphate* (ml)	0	2	4	6	8	10
P2O5 (mg)	0	0,167	0,334	0,501	0,668	0,835

8. **Espressjoni tar-riżultati**

Il-kontenut ta' isfar tal-bajd fi g/l huwa kkalkulat mill-formola li ġejja:

$$\text{G/l ta'isfar tal} - \text{bajd} \;=\; \text{mg } P_2O_5 \times \frac{110 \times \text{density}}{\text{E}/40}$$

Fejn:

110	*conversion factor* għal total P_2O_5 fi g f'100 g ta' isfar tal-bajd
mg P_2O_5	valur stabbilit mill-*calibration curve*
density	massa *per unit volume* (g/ml) tal-likur ibbażat fuq il-bajd f'temperatura ta' 20 °C
E	piż tal-likur ibbażat fuq il-bajd fi g
40	*dilution factor* għal parti ta' 5 ml ta' soluzzjoni ta' rmied.

9. **Karatteristiċi ta' (preċiżjoni)**

Riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju:

It-tabella li ġejja tagħti l-valuri għall-isfar tal-bajd.

L-informazzjoni li ġejja ttieħdet minn studju internazzjonali ta' *method performance* magħmul skond proċeduri miftiehma internazzjonalment.

Sena ta' test interlaboratorju	1 998
Numru ta' laboratorji	24
Numru ta' kampjuni	5
Analyte	is far ta l-b ajd

Kampjuni	A	B	C	D	E
Numru ta' laboratorji miżmuma wara li ġew eliminati dawk li varjaw ħafna	19	20	22	20	22
Numru ta' dawk li varjaw ħafna minn oħrajn (laboratorji)	3	4	2	4	2
Numru ta' riżultati aċċettati	38	40	44	40	44
Valur medju g/l	147,3	241,1	227,4	51,9 (*) 72,8 (*)	191,1
Repeatability standard deviation (Sr) g/l	2,44	4,24	3,93	1,83	3,25
Repeatability relative standard deviaton (RSDr) (%)	1,7	1,8	1,8	2,9	1,7
Repeatability limit (r) g/l	6,8	1,9	11,0	5,1	9,1
Reproducibility standard deviation (SR) g/l	5,01	6,06	6,66	3,42	6,87
Reproducibility relative standard deviation (RSDR) (%)	3,4	2,5	2,9	5,5	3,6
Reproducibility limit (R) g/l	14,0	17,0	18,7	9,6	19,2

Tipi ta' kampjuni

A Advocaat, blind duplicates

B Advocaat, blind duplicates

▼**M1**

C Advocaat, blind duplicates

D Advocaat (diluted), split levels (*)

E Advocaat, blind duplicates