

Na osnovu čl. 16. i 17. stav 2. i člana 72. Zakona o hrani ("Službeni glasnik BiH", broj 50/04), i člana 17. Zakona o Vijeću ministara Bosne i Hercegovine ("Službeni glasnik BiH", br. 30/03, 42/03, 81/06, 76/07, 81/07, 94/07 i 24/08), Vijeće ministara Bosne i Hercegovine, na prijedlog Agencije za sigurnost hrane Bosne i Hercegovine u saradnji s nadležnim organima entiteta i Brčko Distrikta Bosne i Hercegovine, na 144. sjednici održanoj 24. februara 2011. godine, donijelo je

PRAVILNIK O ANALITIČKIM METODAMA ZA JAKA ALKOHOLNA I ALKOHOLNA PIĆA

I. OPĆE ODREDBE

Član 1. (Predmet)

Pravilnikom o analitičkim metodama za jaka alkoholna i alkoholna pića (u daljnjem tekstu: Pravilnik) propisuju se metode uzimanja uzoraka i fizikalno-hemijske metode analize jakih alkoholnih i alkoholnih pića (u daljnjem tekstu: alkoholna pića).

Član 2. (Pojmovi)

Pojmovi korišteni u ovim pravilnikom imaju sljedeće značenje:

- a) *granica ponovljivosti* je vrijednost manja ili jednaka apsolutnoj razlici između dva rezultata ispitivanja dobivena pod uslovima ponovljivosti (isti analitičar, isti uređaji, isti laboratorij i kratak vremenski interval) uz vjerovatnost 95 % (BAS ISO 3534-1);
- b) *granica obnovljivosti* je vrijednost manja ili jednaka apsolutnoj razlici između dva rezultata ispitivanja dobivena pod uslovima obnovljivosti (različiti analitičari, različiti uređaji i različiti laboratoriji) uz vjerovatnost 95 % (BAS ISO 3534-1);
- c) *tačnost* je bliskost rezultata mjerenja i prihvaćene referentne vrijednosti (BAS ISO 3534-1);
- d) *proizvodna serija alkoholnih pića* podrazumijeva odgovarajuću količinu proizvoda iste vrste i odgovarajućeg volumena.
- e) *ambalažne jedinice alkoholnih pića* su utvrđene količine proizvoda iste vrste pakovane u pojedinačna ambalažna pakovanja odgovarajućeg volumena, s obaveznom oznakom za identifikaciju.

II. METODE UZIMANJA UZORKA

Član 3. (Vrste uzorka)

Uzorak alkoholnih pića uzima se:

- a) u proizvodnji - iz proizvodnih serija,
- b) u prometu - iz ambalažnih jedinica pošiljke.

Član 4. (Prosječan uzorak)

Uzorak alkoholnih pića za ispitivanje mora predstavljati prosječni sastav cjelokupne količine proizvoda od kojeg se uzorak uzima, u količini koja je potrebna za fizikalno-hemijsku analizu.

Član 5. (Broj primjeraka uzorka)

- (1) Uzorak alkoholnih pića mora sadržavati najmanje dva primjerka uzetih pojedinačno i to za analizu i superanalizu, s tim što oni moraju biti identični po sastavu i jednaki po masi.
- (2) Fizičko ili pravno lice od kojeg se uzorak uzima ima pravo tražiti još jedan uzorak koji ostaje kod njega.

Član 6. (Pakovanje uzorka)

Ispitni uzorci alkoholnih pića koji nisu u originalnom pakovanju pakuju se u posude koje osiguravaju očuvanje kvaliteta do trenutka analize.

Član 7. (Broj uzoraka)

Broj uzoraka zavisi od veličine proizvodne serije, a utvrđuje se na osnovu Tabele 1.

Tabela 1.

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

Uzorak mora biti dovoljan za provođenje analize.

Član 8. (Primjerak uzorka)

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

Član 9. (Zapisnik uzorkovanja)

- (1) Zapisnik o uzimanju uzoraka alkoholnih pića obavezno sastavlja lice koje uzima uzorak za ispitivanje i u njega unosi podatke: mjesto, datum i vrijeme uzimanja uzorka, svrha uzimanja uzorka, vrsta i količina alkoholnih pića od kojih se uzima uzorak, broj pojedinačno uzetih uzoraka i količina ukupno uzetog uzorka, oznake za identifikaciju uzoraka i količina uzorka koji se dostavlja na ispitivanje.
- (2) Zapisnik potpisuje lice koje uzima uzorak i lice od kojeg se uzorak uzima.

III. REFERENTNE FIZIKALNO-HEMIJSKE METODE ANALIZE

Član 10. (Vrste metoda)

- (1) Za utvrđivanje usklađenosti alkoholnih pića s propisanim općim zahtjevima kvaliteta u svrhu službene kontrole koriste se sljedeće metode:
 - a) određivanje stvarne alkoholne jakosti izražene volumenom (u daljnjem tekstu: alkoholna jakost) u alkoholnim pićima piknometrijom, elektronskom denzimetrijom i denzimetrijom uz upotrebu hidrostatske vage;
 - b) određivanje ukupnog suhog ekstrakta gravimetrijskom metodom;
 - c) određivanje hlapivih komponenata i metanola metodom plinske hromatografije;
 - d) određivanje trans-anetola metodom plinske kromatografije;
 - e) određivanje glicerizinske kiseline metodom tekućinske hromatografije visoke djelotvornosti;
 - f) određivanje kalkona metodom tekućinske hromatografije visoke djelotvornosti;
 - g) određivanje koncentracije žumanca fotometrijskom metodom;
 - h) određivanje hlapive kislosti;
 - i) određivanje cijanovodonične kiseline;
 - j) određivanje ukupnih šećera.
- (2) Dozvoljene su i druge analitičke metode pod uslovom da su tačnost i preciznost (ponovljivost i obnovljivost) metoda ekvivalentni onima dobivenim primjenom referentnih analitičkih metoda koje su date u Aneksu I.

(3) Aneksi I., II., III., IV. i V sastavni dio su ovog pravilnika.

Član 11.

(Druge analitičke metode)

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

- a) analitičke metode koje su potvrđene prema međunarodno priznatim postupcima;
- b) analitičke metode usklađene s preporučenim standardima Međunarodne organizacije za standardizaciju (ISO);
- c) analitičke metode koje je priznala Generalna skupština Međunarodnog ureda za vinogradarstvo i vinarstvo (OIV) i koje je taj ured objavio;
- d) ako određena metoda nije obuhvaćena tač. 1., 2. ili 3., a u svrhu tačnosti, ponovljivosti i obnovljivosti metode, može se koristiti bilo koja druga prikladna analitička metoda.

IV. PRIJELAZNE I ZAVRŠNE ODREDBE

Član 12.

(Izuzeci od primjene)

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

Član 13.

(Službena kontrola i inspekcijski nadzor)

Službene kontrole i inspekcijski nadzor nad primjenom ovog pravilnika provodi se u skladu s važećim zakonskim propisima.

Član 14.

(Prestanak važenja propisa)

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

Član 15.

(Prijelazne i završne odredbe)

Jako alkoholno i alkoholno piće uzorkovano i analizirano u skladu s odredbama Pravilnika iz člana 14. ovog pravilnika može se stavljati na tržište 12 mjeseci od dana stupanja na snagu ovog pravilnika.

Član 16.

(Stupanje na snagu)

Ovaj pravilnik stupa na snagu osmog dana od dana objavljivanja u "Službenom glasniku BiH".

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

Predsjedavajući
Vijeća ministara BiH
Dr. Nikola Špirić, s. r.

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

Referentna metoda uključuje dva dodatka:

Dodatak I: Priprema destilata

Dodatak II: Mjerenje gustoće destilata

1. Oblast primjene

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

2. Referentni standardi

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

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

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

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

3.2. Gustoća:

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

3.3. Relativna gustoća:

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

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

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

gdje je 998,203 gustoća vode na 20°C.

3.4. Stvarna alkoholna jakost:

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

Opća jednačina koja se odnosi na alkoholnu jakost i gustoću mješavine voda-alkohol na datoj temperaturi data je u Aneksu III.

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

Jednačina za pretvorbu:

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

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

4. Princip

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

DODATAK I: PRIPREMA DESTILATA

1. Oblast primjene

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

2. Princip

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

3. Reagensi

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

4. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

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

4.3. Aparatura za destilaciju:

4.3.1. Opći zahtjevi

Aparatura za destilaciju mora zadovoljavati sljedeće zahtjeve:

- broj spojeva ne smije biti veći od strogo određenog minimuma koji je potreban da se osigura nepropusnost sistema,
 - uključenje uređaja namijenjenog za sprečavanje bumog vrenja (gubitak vrele tekućine isparavanjem) i radi reguliranja brzine destilacije para bogatih alkoholom,
 - brza i potpuna kondenzacija alkoholnih para,
 - skupljanje prvih frakcija destilacije u vodenom mediju.
- Izvor toplote mora se koristiti uz odgovarajući difuzor toplote da se spriječe sve pirogene reakcije u ekstraktu.

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

- tikvica s okruglim dnom od 1 l i spojevima od brušenog stakla,

- rektifikacijska kolona visine najmanje 20 cm (npr. Vigreux kolona),
- koljenasti konektor s približno 10 cm dugim hladilom s ravnim rubom (hladilo tipa West) koji je postavljen okomito,
- spiralna cijev za hlađenje duga 40 cm,
- ispusna cijev kojom se destilat dovodi do dna prihvatne graduirane tikvice u kojoj se nalazi mala količina vode.

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

5. Skladištenje uzoraka za testiranje

Uzorci se skladište na sobnoj temperaturi prije analize.

6. Postupak

Uvodna napomena:

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

6.1. Provjera aparature za destilaciju.

Aparatura koja se koristi mora imati sljedeća svojstva:

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

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

Odmjeri se 200 ml alkoholnog pića u odmjernu tikvicu.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Odmjemna tikvica ispere se nekoliko puta destiliranom vodom i taj sadržaj dodaje se sadržaju destilacijske tikvice s okruglim dnom. Mora se koristiti dovoljno vode da sadržaj tikvice dosegne približno 230 ml.

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

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

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

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

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

DODATAK II.

MJERENJE GUSTOĆE DESTILATA

METODA A: ODREĐIVANJE STVARNE ALKOHOЛNE JAKOSTI U ALKOHOЛNIM PIĆIMA – MJERENJE PIKNOMETROM

1. Princip

Alkoholna jakost dobije se iz gustoće destilata izmjerene piknometrijom.

2. Reagensi

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

2.1. Rastvor natrijevog hlorida (2 % m/V)

Za pripremu 1 litre odvaže se 20 g natrijevog hlorida i otopi do 1 litre vodom.

3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

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

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

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

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

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

3.5. Termički izolirana posuda koja tačno pristaje uz tijelo piknometra.

Napomena 1. Metoda za određivanje gustoće alkoholnih pića u vakuumu zahtijeva upotrebu vage s dvije plitice, piknometra i tara posude istog vanjskog volumena kako bi se poništio uticaj pritiska zraka u bilo kojem trenutku. Ova jednostavna tehnika može se primijeniti upotrebom vage s jednom pliticom, pod uslovom da se tara posuda izvaže ponovo kako bi se pratile promjene pritiska zraka tokom vremena.

4. Postupak

Uvodne napomene:

Sljedeći postupak opisan je za upotrebu piknometra za određivanje alkoholne jakosti; daje najveću tačnost. Međutim, također je moguće koristiti manji piknometar, naprimjer od 50 ml.

4.1. Umjeravanje piknometra

Piknometar se umjerava određivanjem sljedećih parametara:

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

4.1.1. Umjeravanje upotrebom vage s jednom pliticom:

Odredi se:

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

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

4.1.1.2. Piknometar se pažljivo napuni destiliranom vodom na sobnoj temperaturi i namjesti se termometar. Piknometar se pažljivo obriše i stavi u termički izoliranu posudu. Miješa se okretanjem posude dok očitavanje temperature na termometru ne bude konstantno.

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

Izvaži se piknometar napunjen vodom (P1).

4.1.1.3. Izvaži se tara posuda (T0).

4.1.1.4. Izračunavanje

- Tara praznog piknometra = P – m

gdje je m masa zraka u piknometru.

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

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

- Volumen piknometra na 20°C:

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

Gdje je Faktor za temperaturu t°C iz Aneksa IV.

0°C se mora odrediti s tačnošću 0,001 ml.

- Masa vode u piknometru na 20°C:

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

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

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

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

4.1.2.2. Piknometar se pažljivo napuni s destiliranom vodom na sobnoj temperaturi i namjesti termometar; piknometar se pažljivo obriše i stavi u termički izoliranu posudu; miješa se okretanjem posude dok očitavanje temperature na termometru ne bude konstantno. Poravna se nivo vode na vrhu bočne cjevčice. Očisti se bočna cijev, namjesti prihvatni čep; pažljivo se očita temperatura t°C i ako je potrebno korigira se s obzirom na tačnost skale termometra. Izvaži se piknometar napunjen vodom, s p' težinom u gramima koja uspostavlja ravnotežu.

4.1.2.3. Izračunavanje

- Tara praznog piknometra = p + m

gdje je m masa zraka u piknometru.

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

– Volumen piknometra na 20°C:

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

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

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

– Masa vode u piknometru na 20°C:

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

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

4.2. Određivanje alkoholne jakosti test uzorka

4.2.1. Upotreba vage s jednom pliticom

4.2.1.1. Izvaži se tara posuda, težina T_1 .

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

4.2.1.3. Izračunavanje

$$dT = T_1 - T_0$$

– Masa praznog piknometra u trenutku mjerenja

$$= P - m + dT$$

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

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

– Gustoća na $t^\circ\text{C}$ u g/ml

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

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

– ρ_t se korigira na 20°C korištenjem tabele gustoća ρ_t za mješavinu voda-alkohol koja je data u Aneksu V.

U vodoravnoj koloni te tabele koja odgovara temperaturi T u cijelim stepenima neposredno ispod $t^\circ\text{C}$ pronade se najmanja gustoća koja je veća od ρ_t . Tabelarnu razliku ispod ove gustoće upotrijebimo za izračunavanje gustoće ρ_t alkoholnih pića pri temperaturi T u cijelim stepenima.

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

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

4.2.1.4. Rezultat

Korištenjem gustoće ρ_{20} izračuna se stvama alkoholna jakost upotrebom tabela s alkoholnim jakostima koje su niže navedene:

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

4.2.2. Metoda uz upotrebu vage s jednom pliticom

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

4.2.2.2. Izračunavanje

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

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

– Gustoća na $t^\circ\text{C}$ u g/ml

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

– Gustoća na $t^\circ\text{C}$ se izrazi u kilogramima po m^3 i provodi se korekcija temperature s ciljem izračunavanja alkoholne jakosti na 20°C, kao što je

B = brandy; dvostruke slijepe probe.

C = whisky; dvostruke slijepe probe.

D = grapa; nivo razdiobe (*).

E = akvavit; nivo razdiobe (*).

F = rum; nivo razdiobe (*).

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

1. Princip

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

2. Reagensi

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

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

3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

- 3.1. Digitalni denzimetar
Elektronski denzimetar za provođenje takvih mjerenja mora moći izraziti gustoću u g/ml na 5 decimalnih mjesta.
Napomena 1: Denzimetar mora biti smješten na savršeno stabilnom stalku koji je izoliran od svih vibracija.
- 3.2. Regulacija temperature
Rad denzimetra je valjan samo ako je mjerni modul spojen s ugrađenim regulatorom temperature koji može postići stabilnost temperature od $\pm 0,02^{\circ}\text{C}$ ili bolju.
Napomena 2: Precizno podešavanje i praćenje temperature u mjernom modulu vrlo su važni jer greška od $0,1^{\circ}\text{C}$ može dovesti do varijacije u gustoći od otprilike $0,1 \text{ kg/m}^3$.
- 3.3. Šprica za injektiranje uzorka ili automatski uzorkivač.

4. Postupak

- 4.1. Kalibriranje denzimetra
Uređaj mora biti kalibriran u skladu s uputstvima proizvođača prilikom prve upotrebe. Nakon

toga mora se redovno kalibrirati i provjeravati u odnosu na referentni standard ili interni laboratorijski referentni rastvor pripremljen od certificiranog referentnog standarda.

4.2. Određivanje gustoće uzorka

- 4.2.1. Ako je potrebno, prije mjerenja modul se očisti acetonom ili apsolutnim alkoholom i osuši suhim zrakom. Ispere se uzorkom.
- 4.2.2. Uzorak se injektira u modul (korištenjem šprice ili automatskog uzorkivača) tako da je modul potpuno napunjen. Tokom postupka punjenja mora se paziti da se potpuno uklone mjehurići zraka. Uzorak mora biti homogen i ne smije sadržavati čvrste čestice. Sve suspendirane čestice treba da budu uklonjene filtracijom prije analize.
- 4.2.3. Kada se vrijednost očitavanja stabilizira, zabilježi se gustoća 20 ili alkoholna jakost prikazana na denzimetru.
- 4.3. Kada se koristi gustoća 20, izračuna se stvarna alkoholna jakost upotrebom tabela s alkoholnim jakostima koje su niže navedene:
Tabela koja navodi vrijednosti alkoholne jakosti (% vol) na 20°C kao funkciju gustoće na 20°C mješavine voda-alkohol data je u Aneksu II.

5. Karakteristike primjene metode (preciznost)

5.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja

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

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997.

Broj laboratorija 16

Broj uzoraka 6

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

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

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

1. Princip

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

2. Reagensi

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

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

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

3. Aparatura

Uobičajena laboratorijska oprema, a posebno:

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

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

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

3.4. Termometar (ili sonda za mjerenje temperature) označen u stepenima i desetinkama

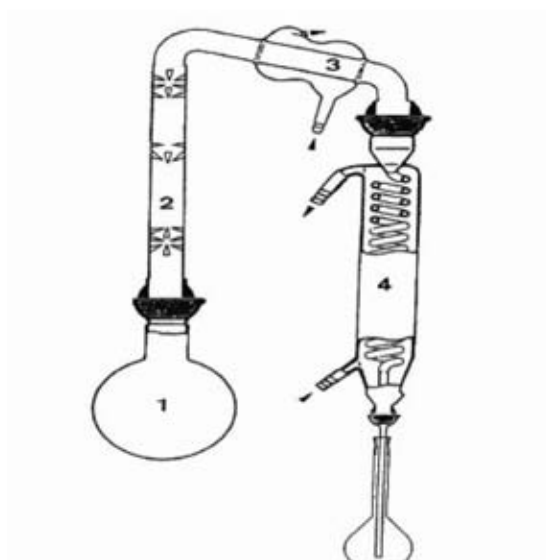
- stepeni od 10 do 40°C, kalibriran na 0,05°C.
- 3.5. Utezi, koje je kalibriralo priznato certificirano tijelo.
Napomena 1: Korištenje vage s dvije plitice je također moguće u skladu s međunarodno važećim metodama.
4. *Postupak*
Plovak i mjerni cilindar moraju se čistiti između svakog mjerenja destiliranom vodom, osušiti mekanim laboratorijskim papirom koji ne ostavlja vlakna i isprati rastvorom čija gustoća se određuje. Mjerenje se mora izvršiti čim se postigne stabilnost uređaja kako bi se ograničio gubitak alkohola isparavanjem.
- 4.1. Kalibriranje vage
Iako vage obično imaju unutrašnji sistem kalibriranja, hidrostatska vaga mora imati sposobnost kalibriranja s utezima koje je umjerilo službeno certificirano tijelo.
- 4.2. Kalibriranje plovka
- 4.2.1. Mjerni cilindar napuni se do oznake redestiliranom vodom (ili vodom ekvivalentne čistoće, npr. mikrofiltriranom vodom čija provodljivost iznosi 18,2 M/cm) na temperaturi između 15 i 25°C, ali najbolje na 20°C.
- 4.2.2. Uroni se plovak i termometar, promiješa, očita gustoća tekućine s uređaja te, ako je potrebno, ispravi očitana vrijednost tako da bude jednaka vrijednosti vode pri mjerenju temperature.
- 4.3. Provjera korištenjem rastvora voda-alkohol
- 4.3.1. Mjerni cilindar nadopuni se do oznake mješavinom voda-alkohol poznate alkoholne jakosti na temperaturi između 15 i 25°C, ali najbolje na 20°C.
- 4.3.2. Uroni se plovak i termometar, promiješa, očita gustoća tekućine (ili alkoholna jakost ako je to moguće) s uređaja. Alkoholna jakost, utvrđena na taj način, bit će jednaka prethodno utvrđenoj alkoholnoj jakosti.
Napomena 2: Taj rastvor poznate alkoholne jakosti također se može koristiti za kalibriranje plovka umjesto redestilirane vode.
- 4.4. Mjerenje gustoće destilata (ili njegove alkoholne jakosti, ako to uređaj omogućava).
- 4.4.1. Uzorak za testiranje ulije se u mjerni cilindar do građirane oznake.
- 4.4.2. Uroni se plovak i termometar, promiješa, očita gustoća tekućine (ili alkoholna jakost ako je to moguće) s uređaja. Zabilježi se temperatura ako je gustoća mjerena na t°C (P_t).
- 4.4.3. Ispravi se P_t na 20 korištenjem tabele s vrijednostima gustoće T za smjese vode i alkohola koja je data u Tabeli Aneksa V.
- 4.5. Čišćenje plovka i mjernog cilindra.
- 4.5.1. Plovak se uroni u rastvor za čišćenje plovka u mjernom cilindru.
- 4.5.2. Plovak se ostavi da se namače sat vremena uz periodično okretanje.
- 4.5.3. Ispere se velikom količinom pitke vode, a nakon toga destiliranom vodom.
- 4.5.4. Osuši se mekanim laboratorijskim papirom koji ne ostavlja vlakna.
Ovaj postupak provodi se prilikom prve upotrebe plovka, a zatim redovno po potrebi.
- 4.6. Rezultat
Kada se koristi gustoća 20, izračuna se stvarna alkoholna jakost upotrebom tabela s alkoholnim jakostima koje su niže navedene:
Tabela koja navodi vrijednosti alkoholne jakosti (% vol) na 20°C kao funkciju gustoće na 20°C mješavine voda-alkohol data je u Aneksu II.
5. *Karakteristike primjene metode (preciznost)*
- 5.1. Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja
Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem primjene metode koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.
Godina međulaboratorijskog testiranja 1997.

C = whisky; dvostruke slijepe probe.

D = grapa; nivo razdiobe (*).

E = akvavit; nivo razdiobe (*).

F = rum; nivo razdiobe (*).



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

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

II. ODREĐIVANJE UKUPNOG SUHOG EKSTRAKTA U ALKOHOLNIM PIĆIMA GRAVIMETRIJOM

1. Oblast primjene

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

2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za upotrebu u analitičkom laboratoriju – Zahtjevi i test metode

3. Definicija

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

fizikalnim uslovima.

4. Princip

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

5. Aparature i pribor

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

6. Uzorkovanje i uzorci

Uzorci se čuvaju na sobnoj temperaturi prije analize.

7. Postupak

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

Broj laboratorija	10
Broj uzoraka	4

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

Standardna devijacija ponovljivosti (S _r) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Granica ponovljivosti (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Standardna devijacija obnovljivosti (S _R) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Granica obnovljivosti (R) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6
Vrste uzoraka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = rum; nivo razdiobe. C = grapa; nivo razdiobe. D = akvavit; nivo razdiobe.				

III. ODREĐIVANJE HLAPIVIH KOMPONENATA I METANOLA U ALKOHOLNIM PIĆIMA

III.1. OPĆE NAPOMENE

1. Definicije

Pravilnik o jakim alkoholnim i alkoholnim pićima („Službeni glasnik BiH“, broj 87/08) određuje minimalne nivoe hlapivih spojeva osim etanola i metanola za niz alkoholnih pića. Samo za ovu grupu pića, ti nivoi se konvencionalno smatraju jednakim zbiru koncentracija:

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

Sljedeće metode su konvencionalne metode za mjerenje hlapivih spojeva:

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

2. Analiza hlapivih spojeva plinskom hromatografijom

Analiza hlapivih spojeva plinskom hromatografijom, osim spojeva navedenih u prethodnom tekstu, može se pokazati posebno zanimljivom kao sredstvo za određivanje kako porijekla sirovine koja se koristi u destilaciji, tako i stvarnih uslova destilacije.

Neka alkoholna pića sadrže druge hlapive komponente, kao što su aromatski spojevi, koji su karakteristični za sirovine koje se koriste za dobivanje alkohola, aromu alkoholnih pića i specifičnosti pripreme alkoholnog pića.

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

1. Oblast primjene

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

2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za upotrebu u analitičkom laboratoriju – Zahtjevi i test metode

3. Definicija

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

4. Princip

Srodni spojevi u alkoholnim pićima određuju se direktnim injektiranjem alkoholnog pića, ili prikladno razrijeđenog alkoholnog pića, u sistem za plinsku hromatografiju (GC). Prikladni interni standard treba se dodati alkoholnom piću prije injektiranja. Srodni spojevi odvajaju se temperaturnim programiranjem na odgovarajućoj koloni i detektiraju se primjenom plamenojonizacijskog detektora (FID). Koncentracija svakog srodnog spoja određuje se u odnosu na interni standard iz faktora odziva detektora, koji se dobiju tokom kalibriranja pod istim hromatografskim uslovima kakvi se primjenjuju i u analizi alkoholnih pića.

5. Reagensi

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

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

- 5.2. Metanol (CAS 67-56-1).
- 5.3. Propan-1-ol (CAS 71-23-8).
- 5.4. 2-metilpropan-1-ol (CAS 78-33-1).
- 5.5. Prihvatljivi interni standardi: pentan-3-ol (CAS 584-02-1), pentan-1-ol (CAS 71-41-0), 4-metilpentan-1-ol (CAS 626-89-1) ili metil nonanoat (CAS 1731-84-6).
- 5.6. 2-metilbutan-1-ol (CAS 137-32-6).
- 5.7. 3-metilbutan-1-ol (CAS 123-51-3).
- 5.8. Etil acetat (CAS 141-78-6).
- 5.9. Butan-1-ol (CAS 71-36-3).
- 5.10. Butan-2-ol (CAS 78-92-2).
- 5.11. Acetaldehid (CAS 75-07-0).
- 5.12. Acetal (CAS 105-57-7).
- 5.13. 40 % V/V rastvor etanola
Za pripremu 400 ml/l rastvora etanola, ulije se 400 ml etanola (5.1.) u odmjernu tikvicu od 1 litre, dopuni do oznake destiliranom vodom i promiješa.
- 5.14. Priprema i skladištenje standardnih rastvora (postupak koji se koristi za validiranu metodu).
Svi standardni rastvori moraju se skladištiti na $< 5^{\circ}\text{C}$ i pripremati se svježe jednom mjesečno.
Mase komponenti i rastvora moraju se zaokružiti na 0,1 mg.
- 5.14.1. Standardni rastvor – A
Otpipetiraju se sljedeći reagensi u odmjernu tikvicu od 100 ml, koja sadrži približno 60 ml rastvora etanola (5.13.) kako bi se smanjilo isparavanje komponenti, dopuni se do oznake rastvorom etanola i dobro promiješa. Zabilježi se težina tikvice, svake dodate komponente i ukupna konačna težina sadržaja.

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

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

5.14.2. Standardni rastvor – B

Otpipetira se 3 ml pentan-3-ola ili drugog odgovarajućeg internog standarda (5.5.) u odmjernu tikvicu od 100 ml, koja sadrži približno 80 ml rastvora etanola (5.13.), dopuni se do oznake

rastvorom etanola i dobro promiješa.

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

5.14.3. Standardni rastvor – C

Otpipetira se 1 ml rastvora A (5.14.1.) i 1 ml rastvora B (5.14.2.) u odmjernu tikvicu od 100 ml

koja sadrži približno 80 ml rastvora etanola (5.13.), nadopuni se do oznake rastvorom etanola i dobro promiješa.

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

5.14.4. Standardni rastvor – D

S ciljem zadržavanja analitičkog kontinuiteta, pripremi se standard za provjeru rada sistema upotrebom prethodno pripremljenog standarda A (5.14.1.). Otpipetira se 1 ml rastvora A u odmjernu tikvicu od 100 ml koja sadrži približno 80 ml rastvora etanola (5.13.), dopuni se do oznake rastvorom etanola i dobro promiješa.

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

5.14.5. Standardni rastvor – E

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

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

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

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

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

5.14.7. Rastvor standarda za provjeru rada sistema (QC)

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

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

6. Aparatura

6.1. Uredaj za mjerenje gustoće i alkoholne jakosti.

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

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

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

Napomena 2: Sljedeće kolone i uslovi plinske hromatografije su prikladni primjeri:

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

Plin nosač i pritisak: helij (135 kPa)

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

Temperatura injektora: 150°C

Temperatura detektora: 250°C

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

2. Pretkolona (1 m × 0,32 mm), spojena na kolonu CP-WAX 57 CB (50 m × 0,32 mm) i debljinom filma od 0,2 µm (stabilizirani polietilen glikol). (Pretkolona je spojena korištenjem press-fit konektora.)
Plin nosač i pritisak: helij (65 kPa)
Temperatura kolone: 35°C tokom 10 min., 35-110 po 5°C/min., 110-190°C po 30°C/min., zadržavanje na 190°C tokom 2 min.
Temperatura injektora: 260°C
Temperatura detektora: 300°C
Volumen injektiranja: 1 µl, split 55:1
3. Napunjena kolona (5 % CW 20M, Carbopak B) 2 m × 2 mm.
Temperatura kolone: 65°C tijekom 4 min., 65-140°C po 10°C/min., zadržavanje na 140°C tokom 5 min., 140-150°C po 5°C/min., zadržavanje na 150°C tokom 3 min.
Temperatura injektora: 65°C
Temperatura detektora: 200°C
Volumen injektiranja: 1 µl

7. Uzorkovanje i uzorci

- 7.1. Laboratorijski uzorak
Po prijemu, alkoholna jakost svakog uzorka se mjeri. (6.1.).

8. Postupak (koji se koristi za validiranu metodu)

- 8.1. Dio testa
 - 8.1.1. Izvaže se zatvorena posuda za vaganje i zabilježi težina.
 - 8.1.2. Otpipetira se 9 ml laboratorijskog uzorka u posudu i zabilježi težina (m_{uzorka}).
 - 8.1.3. Doda se 1 ml standardnog rastvora E (5.14.5.) i zabilježi težina (m_{IS}).
 - 8.1.4. Test materijal se dobro promućka (najmanje 20 puta). Uzorci moraju biti skladišteni na manje od 5°C prije analize s ciljem smanjivanja gubitka hlapljenjem.
- 8.2. Slijepa proba
 - 8.2.1. Upotrebom vage s mogućnošću očitavanja do četiri decimalna mjesta (6.2.), izvaže se zatvorena posuda za vaganje i zabilježi težina.
 - 8.2.2. Otpipetira se 9 ml 400 ml/l rastvora etanola (5.13.) u posudu i zabilježi težina.
 - 8.2.3. Doda se 1 ml standardnog rastvora E (5.14.5.) i zabilježi težina.
 - 8.2.4. Test materijal se dobro promućka (najmanje 20 puta). Uzorci moraju biti skladišteni na manje od 5°C prije analize s ciljem smanjivanja gubitka hlapljenjem.
- 8.3. Uvodni test
Injektira se standardni rastvor C (5.14.3.) kako bi se osiguralo odvajanje svih analita uz minimalnu rezoluciju od 1,3 (osim 2-metilbutan-1-ola i 3-metilbutan-1-ola).
- 8.4. Kalibriranje
Kalibriranje se mora provjeriti upotrebom sljedećeg postupka. Provjerava se linearnost odziva detektora sukcesivnom analizom svakog rastvora standarda za provjeru linearnosti (5.14.6.) koja sadrži interni standard (IS) u triplicatu. Iz površina pika integratora ili visina pika za svako injektiranje izračuna se omjer R za svaki srodni spoj i napravi grafički prikaz R u odnosu na omjer koncentracije srodnog spoja i internog standarda (IS), C. Treba se dobiti linearna krivulja, s koeficijentom korelacije od najmanje 0,99.

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

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

8.5. Određivanje

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

9. Izračunavanje

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

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

9.1. Računanje faktora odziva detektora.

Iz hromatograma s injektiranom standardnim rastvorom C (5.14.3.) izračuna se faktor odziva detektora za svaki srodni spoj primjenom jednačine (1).

(1) Faktor odziva detektora =

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

Gdje je:

IS = interni standard;

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

Konc. IS = Koncentracija internog standarda u rastvoru C.

9.1.2. Analiza uzorka

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

$$\begin{aligned} (2) \text{ Koncentracije srodnih spojeva (eg/g)} &= \frac{\text{Površina ili visina pika srodnog spoja}}{\text{Površina ili visina pika IS}} \times \\ &= \frac{m_{\text{IS}}(\text{g})}{m_{\text{uzorka}}(\text{g})} \times \text{Konc. IS } (\mu\text{g/g}) \times \text{RF} \end{aligned}$$

Gdje je:

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

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

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

RF = Faktor odziva detektora izračunat korištenjem jednačine 1.

9.1.3. Analiza rastvora standarda za provjeru rada sistema

Primjenom donje jednačine (3) izračuna se postotak iskorištenja ciljane vrijednosti za svaki srodni spoj u rastvorima standarda za provjeru rada sistema (5.14.7.).

(3) % iskorištenja uzorka za provjeru rada sistema =

Koncentracija analita u standardu za provjeru rada sistema

Koncentracija analita u rastvoru $D \times 100$

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

9.2. Konačni prikaz rezultata

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

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

Konc. (µg/g) $\times \rho \times 10$ / [jakost (% vol) 1000]

Gdje je:

ρ = gustoća u kg/m³.

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

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

Primjenom navedene jednačine (2), izračuna se koncentracija svakog srodnog spoja u rastvorima standarda za provjeru rada sistema koji su pripremljeni kako je opisano od 8.1.1. do 8.1.4. Primjenom jednačine (3), izračuna se postotak iskorištenja ciljane vrijednosti. Ako su analitički rezultati unutar ± 10 % njihovih teoretskih vrijednosti za svaki srodni spoj, analiza se može nastaviti. Ako nisu, mora se istražiti uzrok odstupanja te preduzeti potrebne korektivne mjere.

11. Karakteristike primjene metode (preciznost)

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

Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem primjene metode koje je provedeno u skladu s međunarodnodogovorenim postupcima.

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit etanal

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	28	26	27	27	28
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti	2	4	3	3	2

(laboratorija)					
Broj prihvaćenih rezultata	56	52	54	54	56
Srednja vrijednost ($\bar{x}$) $\mu\text{g/g}$	63,4	71,67	130,4	38,4 13,8(*)	28,6 52,2(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) $\mu\text{g/g}$	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) $\mu\text{g/g}$	12	14	22	6,8	8,9
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1
Vrste uzoraka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = viski; nivoi razdiobe (*). E = rum; nivoi razdiobe (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit etil acetat

Uzorci	A	B	C	D
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	24	24	25	24
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	2	2	1	2

Broj prihvaćenih rezultata	48	48	50	48
Srednja vrijednost ($\bar{x}$) $\mu\text{g/g}$	96,8	1 046	120,3	112,5 91,8(*))
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) $\mu\text{g/g}$	2,2	15	2,6	2,1
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	6,2	40,7	7,2	5,8
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) $\mu\text{g/g}$	6,4	79	8,2	6,2
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	17,9	221,9	22,9	17,5
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = viski; nivoi razdiobe (*). E = rum; nivoi razdiobe (*).				

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit acetal

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	20	21	22	17	21
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	4	3	2	4	3

Broj prihvaćenih rezultata	40	42	44	34	42
Srednja vrijednost ($\bar{x}$) $\mu\text{g/g}$	35,04	36,46	68,5	20,36 6,60(*)	15,1 28,3(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD_r) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD_R) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = viski; nivoi razdiobe (*). E = rum; nivoi razdiobe (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit ukupni etanal

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	23	19	22	21	22
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	1	5	2	3	2

Broj prihvaćenih rezultata	46	38	44	42	44
Srednja vrijednost ($\bar{x}$) $\mu\text{g/g}$	76,5	85,3	156,5	45,4 15,8(*)	32,7 61,8(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD_r) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	15	24,1	7,3	9,0
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD_R) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = viski; nivoi razdiobe (*). E = rum; nivoi razdiobe (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit metanol

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	26	27	27	28	25
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	4	3	3	1	4

Broj prihvaćenih rezultata	52	54	54	56	50
Srednja vrijednost ($\bar{x}$) $\mu\text{g/g}$	319,8	2 245	1 326	83,0 61,5(*)	18,6 28,9(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) $\mu\text{g/g}$	4,4	27	22	1,5	1,3
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = viski; nivoi razdiobe (*). E = rum; nivoi razdiobe (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 4

Analit butan-2-ol

Uzorci	A	B	C	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	21	27	29	22
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	4	3	1	3
Broj prihvaćenih rezultata	42	54	58	44
Srednja vrijednost ($\bar{x}$) $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83

				14,12(*)
Standardna devijacija ponovljivosti (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,40	2,20,87	0,64	
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD_r) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Granica ponovljivosti (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
Standardna devijacija obnovljivosti (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD_R) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. E = rum; nivoi razdiobe (*).				

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit propan-1-ol

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

Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Granica ponovljivosti (r) µg/g	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) µg/g	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Granica obnovljivosti (R) µg/g	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = viski; nivoi razdiobe (*). E = rum; nivoi razdiobe (*).					

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 3

Analit butan-1-ol

Uzorci	A	B	C
Broj laboratorija preoja preonakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	20	22	22
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	4	4	6
Broj prihvaćenih rezultata	40	44	44
Srednja vrijednost (x̄) µg/g	3,79	5,57	7,54
Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) µg/g	0,43	0,20	0,43
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSD _r) (%)	11,2	3,6	5,6
Granica ponovljivosti (r) µg/g	1,1	0,6	1,2

Standardna devijacija obnovljivosti (SR) $\mu\text{g/g}$	0,59	0,55	0,82
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSDR) (%)	15,7	9,8	10,8
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3
Vrsta uzorka A = brandi; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe (*).			

Godina međulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit 2-metilpropan-1-ol

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

devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)					
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4
Vrsta uzorka A = brandi; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = viski; nivoi razdiobe (*). E = rum; nivoi razdiobe (*).					

Godina medulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit 2-metil-butan-1-ol

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

devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)					
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = viski; nivoi razdiobe (*). E = rum; nivoi razdiobe (*).					

Godina medulaboratorijskog testiranja 1997

Broj laboratorija 32

Broj uzoraka 5

Analit 3-metil-butan-1-ol

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

obnovljivosti (S_R) $\mu\text{g/g}$					
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD_R) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Granica obnovljivosti (R) $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7
Vrsta uzorka A = brandy; dvostruke slijepe probe. B = kirsch; dvostruke slijepe probe. C = grapa; dvostruke slijepe probe. D = viski; nivoi razdiobe (*). E = rum; nivoi razdiobe (*).					

ANETOL: ODREĐIVANJE TRANSANETOLA PLINSKOM HROMATOGRAFIJOM U ALKOHOLNIM PIĆIMA

1. Oblast primjene

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

2. Referentni standardi

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

3. Princip

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

4. Reagensi

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

Referentne hemikalije treba čuvati na hladnom mjestu (na 4°C), bez prisustva svjetlosti, u aluminijskim posudama ili u bočicama za reagense od obojenog (jantarnog) stakla. Zatvarači treba da imaju aluminijski zaptivač. Transanetol je neophodno rastopiti prije upotrebe, ali u ovom slučaju njegova temperatura ne smije nikad preći 35°C.

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

- Doda se 560 g destilirane vode u 378 g etanola 96 % vol.
- 4.5. Priprema standardnih rastvora
Svi standardni rastvori treba da se čuvaju na sobnoj temperaturi (15 do 35°C), udaljeni od svjetlosti u aluminijskim posudama ili u bocicama za reagense od obojenog (jantarnog) stakla. Poželjno je da zatvarači imaju aluminijski zaptivač.
Trans-anetol i 4-alilanzol su praktički netopivi u vodi, pa je stoga potrebno otopiti trans-anetol i 4-alilanzol u 96 %-tnom etanolu (4.1.) prije dodatka 45 %-tnog etanola (4.4.).
Matični rastvori moraju se pripremati svježe svake sedmice.
- 4.5.1. Standardni rastvor A
Matični rastvor trans-anetola (koncentracije: 2 g/l)
Izvaže se 40 mg trans-anetola (4.2.) u odmjernu tikvicu od 20 ml (ili 400 mg u 200 ml, itd.). Doda se nešto 96 %-tnog etanola (4.1.) i nadopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.
- 4.5.2. Interni standardni rastvor B
Matični rastvor internog standarda, npr. estragola (koncentracije: 2 g/l)
Izvaže se 40 mg estragola (4.3.) u odmjernu tikvicu od 20 ml (400 mg u 200 ml, itd.). Doda se nešto 96 % vol etanola (4.1.), nadopuni do oznake 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.
- 4.5.3. Rastvori koji se koriste za provjeru linearnosti odziva plamenojonizacijskog detektora (FID)
Linearnost odziva plamenojonizacijskog detektora mora se provjeriti za analizu uzimajući u obzir raspon koncentracija trans-anetola u alkoholnim pićima od 0 g/l do 2,5 g/l. U postupku analize, nepoznati uzorci alkoholnih pića koji se moraju analizirati razrijede se 10 puta (8.3.). Za uslove analize opisane u metodi, matični rastvori koji odgovaraju koncentracijama 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 i 0,25 g/l trans-anetola u uzorcima koji se analiziraju su pripremljeni na sljedeći način: uzme se 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 i 2,5 ml matičnog rastvora A (4.5.1.) i otpipetira u odvojene odmerne tikvice od 20 ml; u svaku tikvicu se otpipetira po 2 ml interne standardnog rastvora B (4.5.2.), nadopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.
Slijepe probe (8.4.) koriste se kao rastvori s 0 g/l.
- 4.5.4. Standardni rastvor C
Uzme se 2 ml standardnog rastvora A (4.5.1.) i otpipetira u odmjernu tikvicu od 20 ml, tada se doda 2 ml interne standardnog rastvora B (4.5.2.) i nadopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

5. Aparatura

- 5.1. Plinski hromatograf opremljen s kapilarnom kolonom i plamenojonizacijskim detektorom (FID) i integratorom ili drugim sistemom za obradu podataka koji može mjeriti visinu ili površinu pikova te automatskim uzorkivačem ili potrebnom opremom za ručno injektiranje uzorka.
- 5.2. Split/splitless injektor
- 5.3. Kapilarna kolona, naprimjer:
Dužina: 50 m
Unutrašnji promjer: 0,32 mm
Debljina filma: 0,2 µm
Stacionarna faza: FFAP – modificirani TPA polietilen glikol umreženi porozni polimer.
- 5.4. Uobičajena laboratorijska oprema: baždareno laboratorijsko posude, analitička vaga (preciznost: ± 0,1 mg).

6. Hromatografski uslovi

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

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

7. Uzorci

Uzorke treba čuvati na sobnoj temperaturi, udaljene od svjetlosti i hladnoće.

8. Postupak

8.1. Pretraživanje uzorka na estragol

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

Otpipetira se 2 ml uzorka u odmjernu tikvicu od 20 ml i nadopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

8.2. Priprema nepoznatih uzoraka

Otpipetira se 2 ml uzorka u odmjernu tikvicu od 20 ml, zatim se doda 2 ml interne standardnog rastvora B (4.5.2.) i nadopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

8.3. Slijepa proba

Otpipetira se 2 ml interne standardnog rastvora B (4.5.2.) u odmjernu tikvicu od 20 ml i nadopuni do oznake s 45 % vol etanolom (4.4.) te dobro promiješa.

8.4. Test linearnosti

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

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

$R = \text{visina ili površina pika trans-anetola} / \text{podijeljena s visinom ili površinom pika estragola}$. Mora se dobiti linearna krivulja.

8.5. Određivanje

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

9. Izračunavanje faktora odziva detektora

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

9.1. Izračunavanje faktora odziva detektora (RF)

Faktor odziva detektora izračunava se na sljedeći način:

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

Gdje je:

C_i = koncentracija transanetola u standardnom rastvoru A (4.5.1.)

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

Površina_i = površina (ili visina) pika transanetola

Površina_{IS} = površina (ili visina) pika internog standarda

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

9.2. Analiza linearnosti odziva detektora test rastvorom

Injectiraju se test rastvoru za provjeru linearnosti odziva detektora (4.5.3.).

9.3. Analiza uzorka

Injectira se nepoznati rastvor uzorka (8.2.).

10. Izračunavanje rezultata

Formula za izračunavanje koncentracije transanetola je sljedeća:

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

Gdje je:

c_i = nepoznata koncentracija trans-anetola

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

$\text{Površina ili visina}_i$ = površina ili visina pika transanetola

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

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

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

11. Osiguranje kvaliteta i kontrola

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

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

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

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

Ekstrakcija alkohola iz alkoholnih pića koja sadrže velike količine šećera, da bi se mogla odrediti koncentracija transanetola primjenom plinske hromatografije.

12.1. Princip

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

- dodat.). Dobiveni rastvor se analizira plinskom kromatografijom.
- 12.2. Reagensi
Tokom ekstrakcije koriste se reagensi čija je čistoća veća od 99 %.
- 12.2.1. Amonijev sulfat, bezvodni, (CAS 7783-20-2).
- 12.2.2. Natrijev fosfat dibazični dodekahidrat, ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \times 12 \text{ H}_2\text{O}$), (CAS 10039-32-4).
- 12.3. Aparatura
Konusne tikvice, tikvice za odjeljivanje, hladnjak.
- 12.4. Postupak
- 12.4.1. Pretraživanje uzoraka na estragol
Da bi se osiguralo da estragol nije prirodno prisutan u uzorku, treba se provesti ekstrakcija (12.6.2.) i analiza slijepe probe bez dodatka bilo kojeg internog standarda. Ako je estragol prirodno prisutan u uzorku, tada se mora odabrati drugi interni standard.
- 12.4.2. Ekstrakcija
Otpipetira se 5 ml 96 %-tnog etanola (4.1.) u konusnu tikvicu, odvaže se 50 mg internog standarda (4.3.) u istu tikvicu, i doda 50 ml uzorka. Zatim se doda 12 g amonijevog sulfata, bezvodnog (12.2.1.), i 8,6 g dibazičnog natrijevog fosfata, dodekahidrata (12.2.2.). Konusna tikvica se začepi.
Tikvica se mučka najmanje 30 minuta. Može se koristiti mehanički uređaj za mućkanje, ali ne i magnetska poluga za miješanje obložena teflonom jer teflon apsorbira neke analite. Treba uočiti da se dodate soli neće potpuno otopiti.
Začepljena tikvica stavi se u hladnjak ($T < 5^\circ\text{C}$) najmanje dva sata.
Nakon tog vremena, treba da postoje dva odvojena tekuća sloja i čvrsti ostatak. Alkoholni sloj treba biti bistar; ako nije, stavi se ponovo u hladnjak dok se ne postigne jasno odvajanje slojeva.
Kada je alkoholni sloj bistar, pažljivo se uzme alikvot (npr. 10 ml), bez diranja vodenog sloja, stavi se u bočicu s jantanim staklom i zatvori sigurnosnim zatvaračem.
- 12.4.3. Priprema ekstrahiranog uzorka za analizu
Pusti se da ekstrakt (12.4.2.) postigne sobnu temperaturu.
Uzme se 2 ml alkoholnog sloja temperiranog ekstrahiranog uzorka i otpipetira u odmjernu tikvicu od 20 ml, nadopuni se do oznake s 45 %-tnim etanolom (4.4.) te dobro promiješa.
- 12.5. Određivanje
Slijedi se postupak opisan pod 8.5.
- 12.6. Izračunavanje rezultata
Za izračunavanje rezultata koristi se sljedeća formula:
$$C_i = (m_{IS}/V) * (\text{površina}_i/\text{površina}_{IS}) * RF_i$$

Gdje je:
 m_{IS} = masa internog standarda (4.3.) uzetog (12.4.2.) (u miligramima)
 V = volumen nepoznatog uzorka (50 ml)
 RF_i = faktor odziva detektora (9.1.)
 Površina_i = površina pika transanetola
 Površina_{IS} = površina pika internog standarda
Rezultati se izražavaju u gramima po litri s jednim decimalnim mjestom.
- 12.7. Kontrola i osiguranje kvaliteta
Slijedi se postupak naveden pod 11.

13. Karakteristike primjene metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja:
sljedeće tabele daju vrijednosti za anetol.

F = pastis; jedno ponavljanje.

Druga pića s okusom anisa:

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

GLICIRIZINSKA KISELINA: ODREĐIVANJE GLICIRIZINSKE KISELINE PRIMJENOM TEKUĆINSKE HROMATOGRAFIJE VISOKE DJELOTVORNOSTI

1. Oblast primjene

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

2. Referentni standardi

ISO 3696:1987: Voda za upotrebu u analitičkom laboratoriju – Zahtjevi i test metode

3. Princip

Koncentracija glicirizinske kiseline određuje se primjenom tekućinske hromatografije visoke djelotvornosti (HPLC) s UV detekcijom. Standardni rastvor i test uzorak filtriraju se i odvojeno injektiraju direktno u sistem HPLC.

4. Reagensi

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

- 4.1. Etanol 96 % vol (CAS 64-17-5).
- 4.2. Amonijev glicirizinat, $C_{42}H_{62}O_{16}.NH_3$ (amonijeva so glicirizinske kiseline) (Molekularna težina: 839,98) (CAS 53956-04-0): čistoće najmanje 90 % (Molekularna težina: glicirizinska kiselina 822,94).
- 4.3. Ledena sirćetna kiselina, CH_3COOH , (CAS 64-19-7).
- 4.4. Metanol, CH_3OH (CAS 67-56-1).
- 4.5. Etanol 50 % vol.
Za 1000 ml na 20°C:
– 96 % vol. Etanol (4.1.): 521 ml
– Voda (2.0.): 511 ml.
- 4.6. Pripr; PriprC rastvor za eluciju
- 4.6.1. Rastvarač za eluciju A (primjer)
80 dijelova (po volumenu) vode (2.0.)
20 dijelova (po volumenu) sirćetne kiseline (4.3.).
Rastvarač za eluciju se otplinjava u trajanju od pet minuta.
Napomena: Ako voda koja se koristi nije mikrofiltrirana, preporučuje se filtrirati pripremljeni rastvarač za eluciju na filteru za organske rastvarače s veličinom pora koja je manja ili jednaka 0,45 μm .
- 4.6.2. Rastvarač za eluciju B
Metanol (4.4.).
- 4.7. Priprema standardnih rastvora
Svi standardni rastvori moraju biti svježe pripremljeni nakon dva mjeseca.
- 4.7.1. Referentni rastvor C
Izvaže se s preciznošću 0,1 mg, 25 mg amonijevog glicirizinata (4.2.) u odmjernu tikvicu od 100 ml. Doda se nešto 50 % vol etanola (4.5.) i otopi amonij glicirizinat. Kada se otopi, dopuni se do oznake s 50 % vol etanolom (4.5.).
Filtrira se kroz filter za organske rastvarače.
- 4.7.2. Standardni rastvori koji se koriste za provjeru linearnosti odziva detektora
1,0 g/l matičnog rastvora se pripremi vaganjem, s preciznošću 0,1 mg, 100 mg amonijevog glicirizinata u odmjernu tikvicu od 100 ml. Doda se nešto 50 % vol etanola (4.5.) i otopi amonijev glicirizinat. Kada se otopi, nadopuni se do oznake 50 % vol etanolom (4.5.).
Pipetiranjem se pripreme najmanje četiri druga rastvora koji sadrže 0,05; 0,10; 0,25 i 0,50 g/l

amonij glicirizinata odnosno 5, 10, 25 i 50 ml 0,1 g/l matičnog rastvora u odvojene odmjeme tikvice od 100 ml. Zatim se nadopuni do oznake s 50 % vol etanolom te dobro promiješa. Svi rastvori se filtriraju kroz filter za organske rastvarače.

5. Aparatura

- 5.1. Sistem za odjeljivanje.
 - 5.1.1. Tekućinski kromatograf visoke djelotvornosti.
 - 5.1.2. Sistem pumpi koji omogućava postizanje i zadržavanje konstantne ili programirane brzine protoka s visokom preciznošću.
 - 5.1.3. UV spektrofotometrijski sistem detekcije: mora biti postavljen na 254 nm.
 - 5.1.4. Sistem za otplinjavanje rastvarača.
- 5.2. Računalni integrator ili uređaj za snimanje čiji rad je kompatibilan sa ostatkom sistema.
- 5.3. Kolona (primjer):

Materijal: nehrđajući čelik ili staklo
Unutrašnji promjer: 4 do 5 mm
Dužina: 100 do 250 mm
Stacionarna faza: umreženi silicij s (poželjno sferičnom) oktadecilnom funkcionalnom grupom (C18), maksimalne veličine čestica: 5 µm.
- 5.4. Laboratorijska oprema
 - 5.4.1. Analitička vaga s preciznošću 0,1 mg
 - 5.4.2. Odmjerno posude stepena A
 - 5.4.3. Mikromembranska filtracija pogodna za male volumene.

6. Kromatografski uvjeti

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

7. Postupak

- 7.1. Priprema uzorka alkoholnog pića
Filtrira se, ako je potrebno, kroz filter za organske rastvore (promjer pora: 0,45 µm).
- 7.2. Određivanje
Kada se hromatografski uslovi stabiliziraju,
 - injektira se 20 µl referentnog rastvora C (4.7.1.),
 - injektira se 20 µl rastvora uzorka,
 - usporede se dva hromatograma. Identificiraju se pikovi glicirizinske kiseline na osnovu njihovih vremena zadržavanja. Izmjere se njihove površine (ili visine) i izračuna se koncentracija u g/l na dva decimalna mjesta primjenom sljedeće jednačine:

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

gdje je:

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

C = koncentracija u gramima po litri amonij glicirizinata u referentnom rastvoru
h = površina (ili visina) pika glicirizinske kiseline u alkoholnom piću koje se analizira
H = površina (ili visina) pika glicirizinske kiseline u referentnom rastvoru
P = čistoća referentnog amonijskog glicirizinata (u %)
823 = masa jednog mola glicirizinske kiseline
840 = masa jednog mola amonijskog glicirizinata.

8. Karakteristike primjene metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja:
sljedeća tabela daje vrijednosti za glicirizinsku kiselinu.
Sljedeći podaci dobiveni su međunarodnim istraživanjem primjene metode koje je provedeno u skladu s međunarodno dogovorenim postupcima.
Godina međulaboratorijskog testiranja 1998
Broj laboratorija 16
Broj uzoraka 5
Analit glicirizinska kiselina

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

Vrsta uzorka

A = pastis; dvostruke slijepe probe.

B = pastis; razine razdiobe (*).

C = pastis; dvostruke slijepe probe.

D = pastis; dvostruke slijepe probe.

E = pastis; dvostruke slijepe probe.

KALKONI: METODA TEKUĆINSKE HROMATOGRAFIJE VISOKE DJELOTVORNOSTI ZA PROVJERU PRISUSTVA KALKONA U PASTISU

1. Oblast primjene

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

2. Referentni standardi

ISO 3696:1987, Voda za upotrebu u analitičkom laboratoriju – Zahtjevi i test metode

3. Princip

Pripremi se referentni rastvor ekstrakta slatkog korijena. Prisustvo ili odsustvo kalkona određuje se primjenom tekućinske hromatografije visoke djelotvornosti (HPLC) s UV detekcijom.

4 Reagensi

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

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

4.2. Acetonitril, CH₃CN, (CAS 75-05-8)

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

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

4.4. Natrijev acetat, CH₃COONa, (CAS 127-09-3)

4.5. Ledena sirćetna kiselina, CH₃COOH, (CAS 64-19-7)

4.6. Priprema rastvora

4.6.1. Etanol 50 % vol

Za 1000 ml na 20°C:

– 96 % vol etanol (4.1.): 521 ml,

– Voda (2.0.): 511 ml.

4.6.2. Rastvarač A: acetonitril

Acetonitril (4.2.) HPLC analitičke čistoće.

Otplinjava se.

- 4.6.3. Rastvarač B: 0,1 M pufer rastvor natrijevog acetata, pH = 4,66.
U odmjernu tikvicu od 1000 ml izvaže se 8,203 g natrijevog acetata (4.4.),
doda se 6,005 g ledene sirćetne kiseline (4.5.) i nadopuni do oznake s vodom (2).

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

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

6. Aparatura

- 6.1. Sistem za odjeljivanje.
- 6.1.1. Tečni hromatograf visoke djelotvornosti.
- 6.1.2. Sistem za pumpanje koji može postići i održati konstantnu ili programiranu brzinu protoka pri visokom pritisku.
- 6.1.3. Sistem detekcije UV/vidljivim spektrofotometrom koji može biti postavljen na 254 i 370 nm.
- 6.1.4. Sistem za otplinjavanje rastvarača:
- 6.1.5. Termostatirani prostor s kolonom temperiran na $40 \pm 0,1^\circ\text{C}$.
- 6.2. Računalni integrator ili uređaj za bilježenje čiji rad je kompatibilan sa ostatkom sistema za odjeljivanje.
- 6.3. Kolona
Materijal: nehrđajući čelik ili staklo
Unutrašnji promjer: 4 do 5 mm
Stacionarna faza: umreženi silicij s oktadecilnom funkcionalnom grupom (C18), Veličine čestica: najviše 5 μm (umrežena faza).
- 6.4. Uobičajena laboratorijska oprema, uključujući:
- 6.4.1. Analitička vaga, (preciznost: $\pm 0,1 \text{ mg}$);
- 6.4.2. Aparatura za destilaciju s povratnim hladilom koji se sastoji od, naprimjer:
– tikvice s okruglim dnom od 250 ml sa standardnim spojem od brušenog stakla,
– 30 cm dugog povratnog hladila, i
– izvora toplote (bilo kakva pirogena reakcija koja uključuje ekstrakt mora se izbjeći upotrebom prikladnog sistema).
- 6.4.3. Rotacijski uređaj za isparavanje.
- 6.4.4. Pribor za filtriranje (tj. Buchnerov lijevak).
- 6.5. Hromatografski uslovi (primjer).
- 6.5.1. Karakteristike elucije rastvarača A (4.6.2.) i B (4.6.3.):

- pomak s gradijenta 20/80 (V/V) na 50/50 (V/V) za 15 minuta,
- pomak s gradijenta 50/50 (V/V) na 75/25 (V/V) za pet minuta,
- jednaka jakost na 75/25 (V/V) za pet minuta,
- stabilizacija kolone između injektiranja,
- jednaka jakost na 20/80 (V/V) za pet minuta.

6.5.2. Brzina protoka: 1 ml/minuti.

6.5.3. Podešavanje UV detektora:

Detektor mora biti postavljen na 370 nm za detekciju prisustva kalcijona i zatim na 254 nm za detekciju glicirizinske kiseline.

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

7. Postupak

7.1. Priprema uzorka alkoholnog pića

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

7.2. Priprema rezidualnog ekstrakta slatkog korijena (5.6.)

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

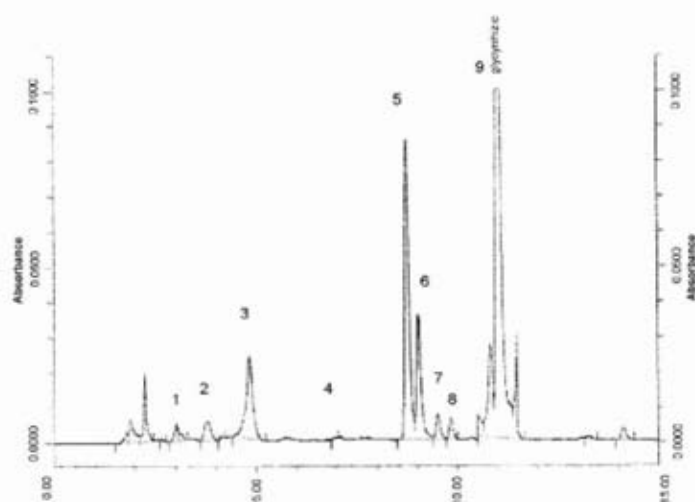
7.3. Određivanje

7.3.1. Injektira se 20 μ l pripremljenog ekstrakta slatkog korijena (7.2.). Analiza se provodi primjenom hromatografskih uslova koji su opisani (6.5.).

7.3.2. Injektira se 20 μ l uzorka (7.1.) (uzorak alkoholnog pića s okusom anisa). Analiza se provodi primjenom hromatografskih uslova koji su opisani (6.5.).

7.3.3. Uporede se dva kromatograma. Mora postojati velika sličnost između dva hromatograma u zoni izlaza kalcijona (tokom detekcije na 370 nm pod uslovima analize koji su opisani) (vidjeti Sliku 2.).

8. Karakteristični hromatogram za pastis



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

9. Karakteristike primjene metode (preciznost)

Rezultati međulaboratorijskog testiranja:

sljedeća tabela daje rezultate za potvrđivanje prisustva ili odsustva kalkona u pastisu i alkoholnim pićima s okusom anisa.

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

Godina međulaboratorijskog testiranja 1998.

Broj laboratorija 14
Broj uzoraka 11
Analit kalkoni

Uzorci	A	B	C	D	E	F
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	14	14	14	14	14	13
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	-	-	-	-	-	1(*)

Broj prihvaćenih rezultata	28	14	14	28	28	26
Broj rezultata za prisustvo kalkona	28	14	14	0	28	0
Broj rezultata za odsustvo kalkona	0	0	0	28	0	26
Postotak tačnih rezultata (%)	100	100	100	100	100	100
(*) Nedosljedni rezultati između dva duplikata koji se pripisuju pogrešci kod uzorkovanja						

Uzorci	G	H	I	J	K
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	14	14	14	14	14
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	-	-	-	-	-
Broj prihvaćenih rezultata	28	14	14	28	28
Broj rezultata za prisustvo kalkona	0	0	0	0	0
Broj rezultata za odsustvo kalkona	28	14	14	28	28
Postotak tačnih rezultata (%)	100	100	100	100	100

Vrsta uzoraka:

A = pastis; dvostruke slijepe probe.

B = pastis; jedan uzorak.

C = pastis; jedan uzorak.

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

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

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

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

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

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

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

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

ŽUMANČE: ODREĐIVANJE KONCENTRACIJE ŽUMANČA U ALKOHOLNIM PIĆIMA – FOTOMETRIJSKA METODA

1. Oblast primjene

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

2. Referentni standardi

ISO 3696:1897 Voda za upotrebu u analitičkom laboratoriju – Zahtjevi i test metode.

3. Princip

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

4. Reagensi

- 4.1. Redestilirana voda
- 4.2. Dijatomejska zemlja
- 4.3. Etanol 96 % vol (CAS 64-17-5)
- 4.4. 15 %-tna otopina magnezij acetata (CAS 16674-78-5)
- 4.5. 10 %-tna sumporna kiselina (CAS 7664-93-9)
- 4.6. 1 N sumporne kiselina
- 4.7. 0,16 g/l kalij dihidrogen fosfata (CAS 778-77-0), otopina KH_2PO_4
- 4.8. Reagens za određivanje fosfata:
Otopi se 20 g amonij molibdata (CAS 12054-85-2), $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4 \text{H}_2\text{O}$ u 400 ml vode na 50°C; Otopi se, u drugoj posudi, 1 g amonij vanadata (CAS 7803-55-6), NH_4VO_3 , u 300 ml vruće vode, ostavi se da se ohladi, i zatim doda 140 ml koncentrirane nitratne kiseline (CAS 7697-37-2). Ohlađeni rastvori spoje se u odmjernu tikvicu od 1000 ml i dopuni do oznake.

5. Aparatura

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

6. Uzorci

Prije analize uzorci se skladište na sobnoj temperaturi.

7. Postupak

- 7.1. Priprema uzorka

- 7.1.1. Odvaja se 10 g uzorka u konusnu tikvicu od 100 ml (5.1.).
- 7.1.2. Postepeno se dodaje 70 ml etanola (4.3.) u malim količinama, promućka se nakon svakog dodavanja, i stavi u ultrazvučno kupatilo (5.2.) na 15 minuta (ili se promiješa s magnetskim mješačem (5.2.) 10 minuta na sobnoj temperaturi).
- 7.1.3. Sadržaj se iz konusne tikvice prebaci u odmjernu tikvicu od 100 ml (5.3.) uz ispiranje etanolom (4.3.). Do kalibracijske oznake se nadopuni etanolom (4.3.) i tikvica se stavi u vodenom kupatilo na 20°C (5.4.). Podesi se do kalibracijske oznake na 20°C.
- 7.1.4. Doda se mala količina dijatomejske zemlje (4.2.) i filtrira (5.5.), uz odbacivanje prvih 20 ml.
- 7.1.5. 25 ml filtrata se prebaci u porculanski (ili platinasti) lončić (5.6.). Filtrat se zatim mora koncentrirati polaganim isparavanjem u kipućem vodenom kupatilu (5.7.), uz dodatak 5 ml 15 %-tnog rastvora magnezijevog acetata (4.4.).
- 7.1.6. Lončići se stave na zagrijanu električnu ploču s regulacijom (5.8.) i zagrijavaju se dok se ne dobije suha tvar.
- 7.1.7. Ostatak se spali do užarenosti na 600°C u mufolnoj peći (5.9.) dok pepeo ne pobijeli, najmanje 1,5 sati, ali se može ostaviti i preko noći.
- 7.1.8. Uzme se pepeo s 10 ml 10 %-tne sumporne kiseline (4.5.) i prebaci se uz ispiranje destiliranom vodom u odmjernu tikvicu od 50 ml (5.10.), dopuni se do oznake destiliranom vodom na sobnoj temperaturi (4.1.). 5 ml alikvota tog rastvora pepela koristi se za pripremu rastvora uzorka za analizu fosfata fotometrijom.
- 7.2. Analiza fosfata fotometrijom
- 7.2.1. Komparativni rastvor
- 7.2.1.1. Stavi se 10 ml 10 %-tne sumporne kiseline (4.5.) u odmjernu tikvicu od 50 ml (5.10.) i dopuni do oznake destiliranom vodom (4.1.).
- 7.2.1.2. U 5 ml alikvota tog rastvora (7.2.1.1.) koja se nalazi u odmjernoj tikvici od 20 ml (5.11.), doda se 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 2 ml reagensa fosfata (4.8.) i dopuni do oznake od 20 ml destiliranom vodom (4.1.).
- 7.2.1.3. Začepi se labavo umetnutim čepom, promućka i zagrijava u kipućem vodenom kupatilu (5.7.) 10 minuta, zatim se hladi u vodenom kupatilu na 20°C (5.4.) 20 minuta.
- 7.2.1.4. Napuni se kiveta od 1 cm (5.13.) s tom komparativnim rastvorom.
- 7.2.2. Rastvor uzorka
- 7.2.2.1. U 5 ml alikvota rastvora pepela (7.1.8.) koji se nalazi u odmjernoj tikvici od 20 ml (5.11.), doda se 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 2 ml reagensa fosfata (4.8.) i dopuni do oznake od 20 ml destiliranom vodom (4.1.).
- 7.2.2.2. Začepi se labavo umetnutim čepom, promućka i zagrijava u kipućem vodenom kupatilu (5.7.) 10 minuta, zatim se hladi u vodenom kupatilu na 20°C (5.4.) 20 minuta.
- 7.2.2.3. Žuti rastvor koji se dobije odmah se analizira spektrofotometrijski (5.12.) u kiveti od 1 cm (5.13.) na 420 nm u odnosu na komparativni rastvor (7.2.1.4.).
- 7.2.3. Kalibracijska krivulja
- 7.2.3.1. Da bi se konstruirala kalibracijska krivulja, doda se po 2 ml alikvota reagensa fosfata (4.8.) u odmjerne tikvice od 20 ml (5.11.) od kojih svaka sadrži po 1 ml 1 N sumporne kiseline (4.6.) i 0, 2, 4, 6, 8 i 10 ml otopine kalij dihidrogen fosfata (4.7.) i nadopuni do oznake od 20 ml s destiliranom vodom (4.1.).
- 7.2.3.2. Začepi se labavo umetnutim čepom, promućka i zagrijava u kipućem vodenom kupatilu (5.7.) 10 minuta, zatim se hladi u vodenom kupatilu na 20°C (5.4.) 20 minuta i analizira spektrofotometrijski u kiveti od 1 cm (5.13.) na 420 nm u odnosu na komparativni rastvor (7.2.1.4.).

7.2.3.3. Konstruiranje kalibracijske krivulje:

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

8. Izražavanje rezultata

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

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

gdje je:

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

mg P₂O₅ = vrijednost utvrđena iz kalibracijske krivulje

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

E = težina likera na bazi jaja u g

40 = faktor razrjeđenja za 5 ml rastvora pepela.

9. Karakteristike primjene metode (preciznost)

Statistički rezultati međulaboratorijskog testiranja:

sljedeća tabela daje vrijednosti za žumance.

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

Godina međulaboratorijskog testiranja 1998.

Broj laboratorija 24

Broj uzoraka 5

Analit žumanjak

Uzorci	A	B	C	D	E
Broj laboratorija preostalih nakon odbacivanja ekstremnih vrijednosti	19	20	22	20	22
Broj odbacivanja ekstremnih vrijednosti (laboratorija)	3	4	2	4	2
Broj prihvaćenih rezultata	38	40	44	40	44
Srednja vrijednost (x̄)	147, 3	241, 1	227, 4	51,9(*) 72,8(*)	191, 1

Standardna devijacija ponovljivosti (Sr) g/l	2,44	4,24	3,93	1,83	3,25
Relativna standardna devijacija ponovljivosti (RSDr) (%)	1,7	1,8	1,8	2,9	1,7
Granica ponovljivosti (r) g/l	6,8	11,9	11,0	5,1	9,1
Standardna devijacija obnovljivosti (SR) g/l	5,01	6,06	6,66	3,42	6,87
Relativna standardna devijacija obnovljivosti (RSD _R) (%)	3,4	2,5	2,9	5,5	3,6
Granica obnovljivosti (R) g/l	14,0	17,0	18,7	9,6	19,2
Vrste uzoraka A = advocaat; dvostruke slijepe probe. B = advocaat; dvost slijepe probe. C = advocaat; dvostruke slijepe probe. D = advocaat (razrijedeni); nivoi razdiobe (*). E = advocaat; dvostruke slijepe probe.					

Aneks II.

Tablica: GUSTOĆA KAO FUNKCIJA TEMPERATURE I ALKOHOLNE JAKOSTI IZRAŽENE VOLUMENOM

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

interval: 1°C; 1 % vol

temperatura: od - 20°C do + 40°C

Simboli i mjerne jedinice:

ρ = gustoća (kg/m³)

q = alkoholna jakost izražena volumenom (% vol)

t = temperatura (°C)

	-20	-19	-18	-17	-16	-15	-14	-13	-12	-11	-10	
0												0
1												1
2												2
3												3
4												4
5												5
6												6
7												7
8												8
9												9
10												10
11												11
12												12
13												13
14												14
15												15
16												16
17												17
18												18
19												19
20												20
21												21
22												22
23											978,29	23
24											977,87	24
25										977,60	977,44	25
26									977,37	977,19	977,00	26
27									976,97	976,76	976,54	27
28								976,78	976,55	976,30	976,05	28
29								976,36	976,09	975,81	975,52	29
30							976,18	975,89	975,59	975,28	974,96	30
31						976,01	975,70	975,38	975,05	974,71	974,36	31
32					975,85	975,51	975,17	974,81	974,45	974,09	973,71	32
33				975,68	975,32	974,95	974,58	974,20	973,81	973,41	973,01	33
34			975,50	975,12	974,73	974,33	973,93	973,52	973,10	972,68	972,25	34
35		975,30	974,90	974,49	974,07	973,65	973,22	972,78	972,34	971,89	971,43	35
36	975,10	974,66	974,23	973,79	973,35	972,90	972,44	971,98	971,51	971,04	970,56	36
37	974,98	973,94	973,48	973,02	972,55	972,07	971,59	971,11	970,62	970,12	969,62	37
38	973,91	973,14	972,66	972,17	971,68	971,18	970,68	970,17	969,66	969,14	968,62	38
39	972,75	972,26	971,76	971,25	970,73	970,21	969,69	969,16	968,63	968,09	967,55	39
40	971,82	971,30	970,78	970,25	969,71	969,18	968,63	968,08	967,53	966,97	966,41	40
41	970,80	970,27	969,72	969,18	968,62	968,06	967,50	966,94	966,37	965,79	965,22	41
42	969,71	969,15	968,59	968,03	967,46	966,88	966,30	965,72	965,13	964,54	963,95	42
43	968,54	967,96	967,39	966,81	966,22	965,63	965,04	964,44	963,84	963,23	962,62	43
44	967,29	966,70	966,11	965,51	964,91	964,31	963,70	963,09	962,47	961,85	961,23	44
45	966,07	965,47	964,86	964,25	963,64	962,92	962,30	961,67	961,04	960,41	959,78	45
46	964,97	964,36	963,74	963,12	962,49	961,86	961,23	960,60	959,96	959,31	958,67	46
47	963,11	962,49	961,86	961,23	960,59	959,95	959,30	958,66	958,01	957,35	956,70	47
48	961,59	960,95	960,32	959,67	959,02	958,37	957,72	957,06	956,40	955,74	955,07	48
49	960,01	959,36	958,71	958,06	957,40	956,74	956,08	955,41	954,74	954,07	953,40	49
50	958,36	957,71	957,05	956,39	955,72	955,05	954,38	953,71	953,03	952,35	951,67	50

$\frac{f}{f}$	+20	+19	+18	+17	+16	+15	+14	+13	+12	+11	+10	
50	958,36	957,71	957,05	956,39	955,72	955,05	954,38	953,71	953,03	952,35	951,67	50
51	958,67	958,00	957,34	956,67	956,00	955,32	954,64	953,96	953,27	952,58	951,89	51
52	958,92	958,25	957,57	956,90	956,22	955,53	954,85	954,16	953,46	952,77	952,07	52
53	959,12	958,45	957,77	957,08	956,39	955,70	955,01	949,31	947,61	946,91	946,21	53
54	951,29	950,60	949,91	949,22	948,53	947,83	947,13	946,43	945,72	945,02	944,31	54
55	949,40	948,71	948,02	947,32	946,62	945,92	945,21	944,50	943,79	943,08	942,37	55
56	947,49	946,79	946,09	945,38	944,68	943,97	943,26	942,54	941,83	941,11	940,39	56
57	945,53	944,83	944,12	943,41	942,70	941,98	941,26	940,55	939,82	939,10	938,38	57
58	943,54	942,83	942,12	941,40	940,68	939,96	939,24	938,52	937,79	937,06	936,33	58
59	941,52	940,80	940,08	939,36	938,64	937,91	937,19	936,46	935,73	934,99	934,26	59
60	939,48	938,74	938,02	937,29	936,56	935,83	935,10	934,37	933,63	932,89	932,15	60
61	937,38	936,65	935,92	935,19	934,46	933,72	932,98	932,25	931,51	930,76	930,02	61
62	935,26	934,53	933,80	933,06	932,32	931,58	930,84	930,10	929,35	928,61	927,86	62
63	933,12	932,38	931,64	930,90	930,16	929,42	928,67	927,92	927,17	926,42	925,67	63
64	930,95	930,21	929,46	928,72	927,97	927,22	926,47	925,72	924,96	924,21	923,45	64
65	928,75	928,00	927,25	926,50	925,75	925,00	924,24	923,49	922,73	921,97	921,21	65
66	926,52	925,77	925,01	924,26	923,50	922,75	921,99	921,23	920,47	919,70	918,94	66
67	924,26	923,50	922,75	921,99	921,23	920,47	919,70	918,94	918,18	917,41	916,64	67
68	921,97	921,21	920,45	919,69	918,92	918,16	917,39	916,62	915,86	915,09	914,32	68
69	919,65	918,88	918,12	917,35	916,59	915,82	915,05	914,28	913,51	912,74	911,96	69
70	917,29	916,53	915,76	914,99	914,22	913,45	912,68	911,91	911,13	910,36	909,58	70
71	914,91	914,14	913,37	912,60	911,83	911,05	910,28	909,50	908,73	907,95	907,17	71
72	912,49	911,72	910,95	910,18	909,40	908,63	907,85	907,07	906,29	905,51	904,73	72
73	910,04	909,27	908,50	907,72	906,94	906,17	905,39	904,60	903,82	903,04	902,25	73
74	907,56	906,79	906,01	905,23	904,45	903,67	902,89	902,11	901,32	900,54	899,75	74
75	905,05	904,27	903,49	902,71	901,93	901,15	900,37	899,58	898,79	898,01	897,22	75
76	902,40	901,62	900,84	900,06	899,28	898,50	897,71	896,93	896,14	895,36	894,57	76
77	899,92	899,14	898,36	897,58	896,79	896,01	895,22	894,43	893,64	892,86	892,07	77
78	897,31	896,53	895,75	894,96	894,17	893,38	892,59	891,80	891,01	890,21	889,42	78
79	894,67	893,88	893,10	892,31	891,52	890,73	889,94	889,14	888,35	887,55	886,75	79
80	891,99	891,20	890,41	889,62	888,83	888,04	887,24	886,45	885,65	884,85	884,05	80
81	889,28	888,49	887,70	886,90	886,11	885,31	884,52	883,72	882,92	882,12	881,31	81
82	886,53	885,74	884,94	884,15	883,35	882,55	881,75	880,95	880,15	879,34	878,54	82
83	883,75	882,95	882,15	881,35	880,55	879,75	878,95	878,14	877,34	876,53	875,72	83
84	880,92	880,12	879,32	878,52	877,72	876,91	876,10	875,30	874,49	873,68	872,86	84
85	878,06	877,25	876,45	875,64	874,83	874,02	873,21	872,40	871,59	870,77	869,96	85
86	875,14	874,33	873,52	872,71	871,90	871,09	870,27	869,46	868,64	867,82	867,00	86
87	872,16	871,35	870,54	869,72	868,91	868,09	867,27	866,45	865,63	864,81	863,99	87
88	869,13	868,31	867,49	866,67	865,85	865,03	864,21	863,39	862,57	861,74	860,92	88
89	866,01	865,19	864,37	863,55	862,73	861,90	861,08	860,25	859,43	858,60	857,77	89
90	862,81	861,99	861,17	860,34	859,51	858,69	857,86	857,03	856,20	855,38	854,55	90
91	859,51	858,69	857,86	857,04	856,21	855,38	854,55	853,72	852,89	852,06	851,23	91
92	856,10	855,27	854,45	853,62	852,79	851,96	851,13	850,30	849,47	848,64	847,81	92
93	852,45	851,63	850,81	850,00	849,18	848,35	847,53	846,71	845,89	845,07	844,25	93
94	848,86	848,04	847,22	846,40	845,57	844,75	843,92	843,10	842,27	841,44	840,61	94
95	845,01	844,20	843,38	842,56	841,74	840,92	840,10	839,27	838,45	837,62	836,80	95
96	840,98	840,16	839,34	838,52	837,70	836,88	836,06	835,24	834,42	833,60	832,78	96
97	836,78	835,97	835,15	834,33	833,51	832,69	831,87	831,05	830,23	829,41	828,59	97
98	832,39	831,57	830,75	829,93	829,11	828,29	827,47	826,65	825,83	825,01	824,19	98
99	827,83	827,02	826,20	825,38	824,56	823,74	822,92	822,10	821,28	820,46	819,64	99
100	823,12	822,30	821,48	820,66	819,84	819,02	818,20	817,38	816,56	815,74	814,92	100

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

	-10	-9	-8	-7	-6	-5	-4	-3	-2	-1	0	
50	951x67	950x99	950x30	949x61	948x92	948x23	947x53	946x83	946x13	945x43	944x73	50
51	949x99	949x20	948x51	947x81	947x11	946x41	945x71	945x01	944x30	943x59	942x88	51
52	948x87	947x38	946x67	945x97	945x27	944x56	943x85	943x14	942x43	941x71	940x00	52
53	946x21	945x51	944x80	944x09	943x38	942x67	941x95	941x23	940x52	939x79	939x07	53
54	944x31	943x60	942x88	942x17	941x45	940x73	940x01	939x29	938x57	937x84	937x11	54
55	942x37	941x65	940x93	940x21	939x49	938x76	938x04	937x31	936x58	935x85	935x12	55
56	940x39	939x67	938x94	938x22	937x49	936x76	936x03	935x30	934x56	933x83	933x09	56
57	938x38	937x65	936x92	936x19	935x46	934x73	933x99	933x25	932x51	931x77	931x03	57
58	936x33	935x60	934x87	934x13	933x40	932x66	931x92	931x18	930x43	929x69	928x94	58
59	934x26	933x52	932x78	932x04	931x30	930x56	929x82	929x07	928x32	927x57	926x82	59
60	932x15	931x41	930x67	929x93	929x18	928x43	927x69	926x94	926x18	925x43	924x68	60
61	930x02	929x27	928x53	927x78	927x03	926x28	925x53	924x77	924x02	923x26	922x50	61
62	927x66	927x11	926x36	925x61	924x85	924x10	923x34	922x58	921x83	921x06	920x30	62
63	925x67	924x92	924x16	923x41	922x65	921x89	921x13	920x37	919x61	918x84	918x07	63
64	923x65	922x71	921x94	921x18	920x42	919x66	918x89	918x13	917x36	916x59	915x82	64
65	921x21	920x45	919x69	918x92	918x16	917x39	916x63	915x86	915x09	914x32	913x54	65
66	918x94	918x18	917x41	916x64	915x88	915x11	914x33	913x56	912x79	912x01	911x24	66
67	916x94	915x87	915x11	914x34	913x56	912x79	912x02	911x24	910x46	909x69	908x91	67
68	914x32	913x55	912x77	912x00	911x22	910x45	909x67	908x89	908x11	907x33	906x55	68
69	911x96	911x19	910x41	909x64	908x86	908x08	907x30	906x52	905x73	904x95	904x16	69
70	909x98	908x80	908x02	907x24	906x46	905x68	904x90	904x11	903x33	902x54	901x75	70
71	907x17	906x39	905x61	904x82	904x04	903x26	902x47	901x68	900x89	900x10	899x31	71
72	904x73	903x94	903x16	902x37	901x59	900x80	900x01	899x22	898x43	897x63	896x84	72
73	902x75	901x47	900x68	899x89	899x11	898x31	897x52	896x73	895x94	895x14	894x34	73
74	899x75	898x96	898x17	897x38	896x59	895x80	895x00	894x21	893x41	892x61	891x81	74
75	897x72	896x43	895x64	894x84	894x05	893x25	892x46	891x66	890x86	890x06	889x25	75
76	894x65	893x86	893x06	892x27	891x47	890x67	889x87	889x07	888x27	887x47	886x66	76
77	892x65	891x26	890x46	889x66	888x86	888x06	887x26	886x46	885x65	884x85	884x04	77
78	889x62	888x62	887x82	887x02	886x22	885x42	884x62	883x81	883x00	882x19	881x38	78
79	886x75	885x95	885x15	884x35	883x55	882x74	881x94	881x13	880x32	879x51	878x69	79
80	884x75	883x25	882x45	881x64	880x84	880x03	879x22	878x41	877x60	876x78	875x97	80
81	881x31	880x51	879x70	878x90	878x09	877x28	876x47	875x66	874x84	874x03	873x21	81
82	878x54	877x73	876x92	876x11	875x30	874x49	873x68	872x86	872x05	871x23	870x41	82
83	875x72	874x91	874x10	873x29	872x48	871x66	870x85	870x03	869x21	868x39	867x57	83
84	872x86	872x05	871x24	870x42	869x61	868x79	867x97	867x15	866x33	865x51	864x68	84
85	869x96	869x14	868x33	867x51	866x69	865x87	865x05	864x23	863x40	862x58	861x75	85
86	867x00	866x19	865x37	864x54	863x72	862x90	862x08	861x25	860x42	859x60	858x77	86
87	863x99	863x17	862x35	861x52	860x70	859x87	859x05	858x22	857x39	856x56	855x73	87
88	860x92	860x09	859x27	858x44	857x61	856x78	855x96	855x13	854x29	853x46	852x63	88
89	857x77	856x94	856x12	855x29	854x46	853x63	852x79	851x96	851x13	850x29	849x46	89
90	854x55	853x72	852x89	852x05	851x22	850x39	849x56	848x72	847x89	847x05	846x21	90
91	851x23	850x40	849x57	848x73	847x90	847x07	846x23	845x39	844x56	843x72	842x88	91
92	847x81	846x96	846x15	845x31	844x48	843x64	842x81	841x97	841x13	840x29	839x45	92
93	844x78	843x44	842x61	841x78	840x94	840x11	839x27	838x43	837x60	836x76	835x92	93
94	840x61	839x78	838x95	838x11	837x28	836x45	835x61	834x77	833x94	833x10	832x26	94
95	836x80	835x97	835x14	834x31	833x47	832x64	831x81	830x97	829x13	828x29	828x45	95
96	832x82	831x99	831x16	830x33	829x50	828x67	827x84	827x00	826x17	825x33	824x49	96
97	828x65	827x82	827x00	826x17	825x34	824x51	823x68	822x84	822x01	821x17	820x33	97
98	824x26	823x44	822x61	821x78	820x95	820x12	819x29	818x46	817x62	816x78	815x95	98
99	819x62	818x79	817x96	817x13	816x29	815x46	814x62	813x79	812x95	812x11	811x27	99
100	814x66	813x81	812x97	812x12	811x28	810x44	809x59	808x75	807x90	807x06	806x22	100

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
0	999,44	999,90	999,94	999,96	999,97	999,96	999,94	999,90	999,84	999,78	999,70	0
1	999,33	999,38	999,42	999,45	999,45	999,44	999,42	999,38	999,33	999,26	999,18	1
2	999,07	999,93	999,97	999,99	999,99	999,98	999,96	999,92	999,87	999,80	999,72	2
3	999,48	999,53	999,57	999,58	999,59	999,58	999,55	999,51	999,45	999,39	999,30	3
4	999,13	999,18	999,22	999,23	999,23	999,22	999,19	999,15	999,09	999,02	998,93	4
5	999,04	999,09	999,12	999,13	999,13	999,11	999,08	999,03	998,97	998,90	998,81	5
6	999,60	999,64	999,66	999,67	999,67	999,64	999,61	999,56	999,49	999,41	999,32	6
7	999,41	999,44	999,46	999,46	999,45	999,42	999,38	999,33	999,26	999,17	999,08	7
8	999,26	999,29	999,30	999,30	999,28	999,25	999,20	999,14	999,06	998,97	998,87	8
9	999,17	999,19	999,19	999,18	999,15	999,11	999,06	998,99	998,90	998,81	998,70	9
10	998,12	998,13	998,12	998,10	998,07	998,02	997,96	997,88	997,79	997,68	997,56	10
11	998,12	998,12	998,10	998,07	998,03	997,97	997,89	997,80	997,70	997,59	997,46	11
12	998,16	998,15	998,12	998,08	998,02	997,95	997,87	997,77	997,65	997,53	997,39	12
13	998,24	998,22	998,18	998,12	998,05	997,97	997,87	997,76	997,64	997,50	997,35	13
14	998,37	998,33	998,27	998,20	998,12	998,02	997,91	997,79	997,65	997,50	997,34	14
15	998,53	998,47	998,40	998,32	998,22	998,11	997,98	997,84	997,69	997,53	997,35	15
16	998,72	998,65	998,56	998,46	998,35	998,22	998,08	997,92	997,76	997,58	997,39	16
17	998,95	998,86	998,75	998,63	998,50	998,35	998,19	998,02	997,84	997,65	997,44	17
18	999,20	999,09	998,96	998,82	998,67	998,51	998,33	998,14	997,94	997,73	997,51	18
19	999,47	999,33	999,19	999,03	998,86	998,68	998,48	998,27	998,06	997,83	997,59	19
20	998,75	998,60	998,43	998,25	998,06	997,86	997,64	997,42	997,18	996,93	996,68	20
21	998,95	998,87	998,88	998,88	998,87	998,84	998,81	998,76	998,71	998,64	998,57	21
22	998,35	998,35	998,34	998,31	998,26	998,20	998,13	998,05	997,96	997,86	997,74	22
23	998,66	998,63	998,59	998,54	998,47	998,39	998,30	998,20	998,09	997,97	997,85	23
24	998,96	998,91	998,86	998,79	998,70	998,61	998,51	998,40	998,29	998,16	998,03	24
25	999,24	999,17	999,09	998,99	998,89	998,78	998,66	998,53	998,39	998,24	998,09	25
26	999,52	999,42	999,31	999,19	999,06	998,92	998,77	998,61	998,44	998,26	998,07	26
27	999,77	999,65	999,52	999,38	999,23	999,07	998,91	998,74	998,56	998,37	998,18	27
28	999,91	999,76	999,60	999,43	999,25	999,06	998,87	998,68	998,48	998,27	998,06	28
29	999,21	999,03	998,85	998,66	998,46	998,25	998,03	997,80	997,56	997,31	997,06	29
30	998,18	998,00	997,81	997,61	997,40	997,18	996,95	996,71	996,46	996,20	995,94	30
31	998,41	998,21	998,00	997,78	997,55	997,31	997,06	996,80	996,53	996,26	995,99	31
32	998,61	998,39	998,16	997,92	997,67	997,41	997,14	996,86	996,57	996,28	995,99	32
33	998,86	998,63	998,39	998,14	997,88	997,61	997,33	997,04	996,74	996,43	996,12	33
34	999,16	998,91	998,66	998,40	998,12	997,84	997,55	997,25	996,94	996,62	996,30	34
35	999,42	999,15	998,88	998,59	998,29	997,98	997,66	997,33	996,99	996,64	996,29	35
36	999,63	999,35	999,06	998,76	998,44	998,11	997,77	997,42	997,06	996,69	996,32	36
37	999,88	999,59	999,29	998,98	998,65	998,31	997,96	997,60	997,23	996,85	996,47	37
38	999,18	998,87	998,56	998,24	997,91	997,57	997,22	996,86	996,49	996,11	995,73	38
39	999,43	999,11	998,79	998,46	998,12	997,77	997,41	997,04	996,66	996,28	995,89	39
40	998,63	998,31	997,98	997,64	997,29	996,93	996,56	996,18	995,79	995,40	995,00	40
41	998,27	997,94	997,60	997,25	996,89	996,52	996,14	995,75	995,36	994,96	994,55	41
42	997,86	997,52	997,17	996,81	996,44	996,06	995,67	995,28	994,88	994,47	994,06	42
43	997,39	997,04	996,68	996,31	995,93	995,55	995,16	994,76	994,35	993,94	993,52	43
44	996,87	996,50	996,13	995,75	995,37	994,98	994,58	994,17	993,76	993,34	992,92	44
45	996,30	995,92	995,54	995,15	994,76	994,36	993,95	993,53	993,11	992,69	992,26	45
46	995,68	995,29	994,90	994,50	994,09	993,67	993,25	992,82	992,39	991,96	991,53	46
47	995,01	994,61	994,20	993,78	993,36	992,93	992,50	992,06	991,62	991,18	990,74	47
48	994,30	993,88	993,45	993,02	992,58	992,14	991,69	991,24	990,79	990,34	989,89	48
49	993,53	993,10	992,66	992,22	991,77	991,32	990,86	990,40	989,94	989,48	989,02	49
50	992,73	992,29	991,84	991,38	990,92	990,45	989,98	989,51	989,04	988,56	988,08	50

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

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

9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
50	937,56	936,83	936,10	935,36	934,63	933,89	933,14	932,40	931,65	930,90	930,14	50
51	935,65	934,91	934,17	933,43	932,69	931,94	931,19	930,44	929,68	928,92	928,16	51
52	933,70	932,96	932,21	931,46	930,71	929,96	929,20	928,45	927,69	926,92	926,16	52
53	931,72	930,97	930,22	929,47	928,71	927,95	927,19	926,43	925,66	924,89	924,12	53
54	929,70	928,95	928,19	927,44	926,67	925,91	925,14	924,38	923,61	922,83	922,06	54
55	927,66	926,90	926,14	925,38	924,61	923,84	923,07	922,30	921,52	920,74	919,96	55
56	925,59	924,82	924,06	923,29	922,52	921,75	920,97	920,19	919,41	918,63	917,84	56
57	923,48	922,72	921,95	921,17	920,40	919,62	918,84	918,06	917,28	916,49	915,70	57
58	921,35	920,58	919,81	919,03	918,25	917,47	916,69	915,90	915,11	914,32	913,53	58
59	919,19	918,42	917,64	916,86	916,08	915,30	914,51	913,72	912,93	912,13	911,33	59
60	917,01	916,23	915,45	914,67	913,88	913,09	912,30	911,51	910,71	909,92	909,11	60
61	914,88	914,10	913,32	912,54	911,76	910,97	910,18	909,38	908,58	907,77	906,97	61
62	912,67	911,88	911,09	910,29	909,49	908,69	907,88	907,07	906,26	905,45	904,64	62
63	910,41	909,60	908,79	907,97	907,15	906,34	905,52	904,70	903,88	903,06	902,23	63
64	908,02	907,20	906,38	905,55	904,72	903,89	903,06	902,23	901,39	900,56	899,72	64
65	905,71	904,87	904,03	903,19	902,34	901,49	900,64	899,79	898,94	898,08	897,23	65
66	903,37	902,51	901,65	900,79	900,00	899,14	898,28	897,41	896,55	895,68	894,81	66
67	901,01	900,14	899,27	898,40	897,52	896,64	895,76	894,88	893,99	893,10	892,21	67
68	898,62	897,73	896,84	895,95	895,05	894,15	893,25	892,34	891,43	890,52	889,61	68
69	896,20	895,29	894,38	893,47	892,55	891,64	890,72	889,80	888,88	887,96	887,03	69
70	893,76	892,83	891,90	890,97	890,03	889,09	888,15	887,21	886,27	885,32	884,38	70
71	891,29	890,35	889,40	888,45	887,50	886,55	885,60	884,65	883,70	882,75	881,80	71
72	888,79	887,83	886,87	885,91	884,95	883,99	883,03	882,07	881,11	880,15	879,19	72
73	886,27	885,30	884,33	883,36	882,39	881,42	880,45	879,48	878,51	877,54	876,57	73
74	883,71	882,73	881,75	880,77	879,79	878,81	877,83	876,85	875,87	874,89	873,91	74
75	881,13	880,14	879,15	878,16	877,17	876,18	875,19	874,20	873,21	872,22	871,23	75
76	878,51	877,51	876,51	875,51	874,51	873,51	872,51	871,51	870,51	869,51	868,51	76
77	875,86	874,85	873,84	872,83	871,82	870,81	869,80	868,79	867,78	866,77	865,76	77
78	873,18	872,16	871,15	870,14	869,13	868,12	867,11	866,10	865,09	864,08	863,07	78
79	870,47	869,45	868,43	867,41	866,39	865,37	864,35	863,33	862,31	861,29	860,27	79
80	867,72	866,69	865,66	864,63	863,60	862,57	861,54	860,51	859,48	858,45	857,42	80
81	864,93	863,89	862,85	861,81	860,77	859,73	858,69	857,65	856,61	855,57	854,53	81
82	862,11	861,06	860,01	858,96	857,91	856,86	855,81	854,76	853,71	852,66	851,61	82
83	859,25	858,19	857,13	856,07	855,01	853,95	852,89	851,83	850,77	849,71	848,65	83
84	856,34	855,27	854,20	853,13	852,06	850,99	849,92	848,85	847,78	846,71	845,64	84
85	853,39	852,31	851,23	850,15	849,07	847,99	846,91	845,83	844,75	843,67	842,59	85
86	850,39	849,30	848,21	847,12	846,03	844,94	843,85	842,76	841,67	840,58	839,49	86
87	847,33	846,23	845,13	844,03	842,93	841,83	840,73	839,63	838,53	837,43	836,33	87
88	844,22	843,11	842,00	840,89	839,78	838,67	837,56	836,45	835,34	834,23	833,12	88
89	841,03	840,00	839,00	838,00	837,00	836,00	835,00	834,00	833,00	832,00	831,00	89
90	837,77	836,72	835,67	834,62	833,57	832,52	831,47	830,42	829,37	828,32	827,27	90
91	834,43	833,36	832,29	831,22	830,15	829,08	828,01	826,94	825,87	824,80	823,73	91
92	831,99	830,91	829,83	828,75	827,67	826,59	825,51	824,43	823,35	822,27	821,19	92
93	827,45	826,36	825,27	824,18	823,09	822,00	820,91	819,82	818,73	817,64	816,55	93
94	823,79	822,69	821,59	820,49	819,39	818,29	817,19	816,09	814,99	813,89	812,79	94
95	819,98	818,87	817,76	816,65	815,54	814,43	813,32	812,21	811,10	810,00	808,89	95
96	816,02	814,90	813,78	812,66	811,54	810,42	809,30	808,18	807,06	805,94	804,82	96
97	811,47	810,34	809,21	808,08	806,95	805,82	804,69	803,56	802,43	801,30	800,17	97
98	807,48	806,34	805,20	804,06	802,92	801,78	800,64	799,50	798,36	797,22	796,08	98
99	802,81	801,66	800,51	799,36	798,21	797,06	795,91	794,76	793,61	792,46	791,31	99
100	797,76	796,60	795,44	794,28	793,12	791,96	790,80	789,64	788,48	787,32	786,16	100

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

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

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

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

Aneks III.

**FORMULA PO KOJOJ SU IZRAČUNATE VRIJEDNOSTI KOJE SE NALAZE U TABELI
ALKOHOLNIH JAKOSTI MJEŠAVINE ETANOL-VODA**

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

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

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

Formula vrijedi za temperature između -20°C i 40°C .

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

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

Brojčani koeficijenti u formuli:

k	A_k kg/m^3	B_k	$C_{1,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C})$	$C_{2,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^2)$	$C_{3,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^3)$	$C_{4,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^4)$	$C_{5,k}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^5)$
1	$9,982012300 \times 10^2$	$-2,0618513 \times 10^{-1}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C})$	$1,69344346153$ 0087×10^{-1}	$1,193013005057$ 010×10^{-2}	$6,8029957335038$ 03×10^{-4}	$4,0753766756220$ 27×10^{-6}	$2,788074354782$ 409×10^{-8}
2	$-1,929769496 \times 10^2$	$-5,2682542 \times 10^{-3}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^2)$	$1,04691474345$ 5169×10^{-1}	$2,517399633803$ 461×10^{-1}	$1,8768377902896$ 64×10^{-2}	$8,7630585734711$ 10×10^{-6}	$1,34561288349$ 3354×10^{-8}
3	$3,891238958 \times 10^2$	$3,6130013 \times 10^{-5}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^3)$	$7,19635346954$ 6523×10^{-1}	$2,170575700536$ 993	$2,0025618137341$ 56×10^{-1}	$6,5150313600993$ 68×10^{-6}	
4	$-1,668103923 \times 10^3$	$-3,8957702 \times 10^{-7}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^4)$	$7,04747805427$ 2792×10^{-1}	$1,353034988843$ 029×10^{-1}	$1,0229929667192$ 20	$1,5157848369872$ 10×10^{-6}	
5	$1,352215441 \times 10^4$	$7,1693540 \times 10^{-9}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times ^{\circ}\text{C}^5)$	$3,92409043003$ 5045×10^{-1}	$5,029988758547$ 014×10^{-1}	$2,8956964839036$ 38		
6	$-8,829278388 \times 10^4$	$-9,9739231 \times 10^{-11}$ $\text{kg}/(\text{m}^3 \times$ class=SpellE>C6)	$1,21016465906$ 8747×10^{-1}	$1,096355666577$ 570×10^{-2}	$4,8100605843006$ 75		
7	$3,062874042 \times 10^5$		$2,24864655040$ 0788×10^{-1}	$1,422753946421$ 155×10^{-2}	$4,6721474407946$ 83		
8	$-6,138381234 \times 10^5$		$2,60556298218$ 8164×10^{-1}	$1,08043594285$ 6230×10^{-2}	$2,4580431059034$ 61		

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

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

Aneks IV.

Tabela I:

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

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

ANEKS V
MEĐUNARODNA TABELA ZA ALKOHOLNE JAKOSTI PRI 20°
 Tabela gustoća mješavine etanol-voda (Pyrex piknometar).
 Gustoća pri t°C korigirana za održavanje u zraku

Alkoholna jakost u % vol.																								
t°	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11												
0	999,64	1,50	998,14	1,44	996,70	1,40	995,30	1,35	993,95	1,30	992,65	1,24	991,41	1,19	990,22	1,14	989,08	1,10	987,98	1,05	986,93	1,00	985,93	0,95
1	999,71	1,51	998,20	1,44	996,76	1,40	995,36	1,35	994,01	1,30	992,71	1,24	991,47	1,20	990,27	1,15	989,12	1,11	988,01	1,06	986,95	1,01	985,94	0,97
2	999,76	1,51	998,25	1,45	996,80	1,40	995,40	1,35	994,05	1,30	992,75	1,25	991,50	1,20	990,30	1,16	989,14	1,11	988,03	1,07	986,96	1,02	985,94	0,98
3	999,79	1,51	998,28	1,45	996,83	1,41	995,42	1,35	994,07	1,30	992,77	1,25	991,52	1,21	990,31	1,16	989,15	1,12	988,03	1,08	986,95	1,03	985,92	1,00
4	999,81	1,51	998,30	1,46	996,84	1,40	995,44	1,36	994,08	1,30	992,78	1,26	991,52	1,21	990,31	1,17	989,14	1,13	988,01	1,09	986,92	1,04	985,88	1,00
5	999,81	1,51	998,30	1,46	996,84	1,40	995,44	1,37	994,07	1,31	992,76	1,26	991,50	1,21	990,29	1,17	989,12	1,14	987,98	1,10	986,88	1,05	985,83	1,01
6	999,80	1,51	998,29	1,46	996,83	1,41	995,42	1,36	994,06	1,32	992,74	1,27	991,47	1,22	990,25	1,18	989,07	1,14	987,93	1,10	986,83	1,06	985,77	1,03
7	999,77	1,51	998,26	1,46	996,80	1,41	995,39	1,37	994,02	1,32	992,70	1,27	991,43	1,23	990,20	1,19	989,01	1,15	987,86	1,11	986,75	1,07	985,68	1,03
8	999,72	1,50	998,22	1,46	996,76	1,42	995,34	1,37	993,97	1,32	992,65	1,27	991,38	1,24	990,14	1,19	988,95	1,16	987,79	1,12	986,67	1,08	985,59	1,05
9	999,67	1,51	998,16	1,46	996,70	1,42	995,28	1,37	993,91	1,32	992,59	1,28	991,31	1,24	990,07	1,20	988,87	1,17	987,70	1,13	986,57	1,09	985,48	1,06
10	999,60	1,51	998,09	1,46	996,63	1,42	995,21	1,37	993,84	1,33	992,51	1,28	991,23	1,25	989,98	1,20	988,78	1,17	987,60	1,14	986,48	1,10	985,36	1,06
11	999,51	1,51	998,00	1,46	996,54	1,41	995,13	1,38	993,75	1,33	992,42	1,29	991,13	1,25	989,88	1,21	988,67	1,18	987,49	1,15	986,34	1,11	985,23	1,07
12	999,41	1,50	997,91	1,46	996,45	1,42	995,03	1,38	993,65	1,34	992,31	1,29	991,02	1,25	989,77	1,22	988,55	1,19	987,36	1,15	986,21	1,12	985,09	1,09
13	999,30	1,50	997,80	1,46	996,34	1,42	994,92	1,38	993,54	1,34	992,20	1,30	990,90	1,25	989,65	1,23	988,42	1,20	987,22	1,16	986,06	1,13	984,93	1,09
14	999,18	1,50	997,68	1,46	996,22	1,43	994,79	1,38	993,41	1,34	992,07	1,30	990,77	1,26	989,51	1,23	988,28	1,21	987,07	1,17	985,90	1,13	984,77	1,11
15	999,05	1,51	997,54	1,46	996,08	1,42	994,66	1,38	993,28	1,35	991,93	1,30	990,63	1,27	989,36	1,24	988,12	1,21	986,91	1,18	985,73	1,14	984,59	1,12
16	998,90	1,50	997,40	1,46	995,94	1,43	994,51	1,38	993,13	1,35	991,78	1,31	990,47	1,27	989,20	1,25	987,95	1,21	986,74	1,19	985,55	1,15	984,40	1,13
17	998,74	1,50	997,24	1,46	995,78	1,43	994,35	1,38	992,97	1,36	991,61	1,31	990,30	1,28	989,02	1,25	987,77	1,22	986,55	1,19	985,36	1,16	984,20	1,14
18	998,57	1,50	997,07	1,46	995,61	1,42	994,19	1,39	992,80	1,36	991,44	1,32	990,12	1,28	988,84	1,26	987,58	1,23	986,35	1,20	985,15	1,17	983,98	1,14
19	998,39	1,50	996,89	1,46	995,43	1,43	994,00	1,39	992,61	1,36	991,25	1,32	989,93	1,29	988,64	1,26	987,38	1,23	986,15	1,21	984,94	1,19	983,76	1,16
20	998,20	1,50	996,70	1,46	995,24	1,43	993,81	1,39	992,42	1,36	991,06	1,33	989,73	1,29	988,44	1,27	987,17	1,24	985,93	1,22	984,71	1,19	983,52	1,16

Alkoholna jakost u % vol.

R	Alkoholna jakost u % vol.																							
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21												
0	986.93	1,00	985.93	0,95	984.98	0,92	984.06	0,88	983.18	0,84	982.34	0,80	981.54	0,78	980.76	0,75	980.01	0,73	979.28	0,72	978.56	0,70	977.86	0,70
1	986.95	1,01	985.94	0,97	984.97	0,92	984.05	0,90	983.15	0,85	982.30	0,83	981.47	0,79	980.68	0,77	979.91	0,75	979.16	0,74	978.42	0,73	977.69	0,72
2	986.96	1,02	985.94	0,98	984.96	0,94	984.02	0,91	983.11	0,88	982.23	0,84	981.39	0,81	980.58	0,79	979.79	0,77	979.02	0,76	978.26	0,75	977.51	0,74
3	986.95	1,03	985.92	1,00	984.92	0,95	983.97	0,92	983.05	0,89	982.16	0,86	981.30	0,83	980.47	0,81	979.66	0,79	978.87	0,78	978.09	0,77	977.32	0,77
4	986.92	1,04	985.88	1,00	984.88	0,97	983.91	0,93	982.98	0,91	982.07	0,87	981.20	0,85	980.35	0,83	979.52	0,81	978.71	0,80	977.91	0,79	977.12	0,79
5	986.88	1,05	985.83	1,01	984.82	0,98	983.84	0,95	982.89	0,92	981.97	0,89	981.08	0,87	980.21	0,84	979.37	0,83	978.54	0,87	977.72	0,82	976.90	0,80
6	986.83	1,06	985.77	1,03	984.74	0,99	983.75	0,96	982.79	0,94	981.85	0,90	980.95	0,88	980.07	0,87	979.20	0,85	978.35	0,84	977.51	0,83	976.68	0,83
7	986.75	1,07	985.68	1,03	984.65	1,00	983.65	0,98	982.67	0,95	981.72	0,92	980.80	0,89	979.91	0,89	979.02	0,86	978.16	0,86	977.30	0,85	976.45	0,85
8	986.67	1,08	985.59	1,05	984.54	1,02	983.52	0,98	982.54	0,96	981.58	0,93	980.65	0,92	979.73	0,90	978.83	0,88	977.95	0,88	977.07	0,87	976.20	0,87
9	986.57	1,09	985.48	1,06	984.42	1,02	983.40	1,00	982.40	0,98	981.42	0,95	980.47	0,93	979.54	0,92	978.62	0,89	977.73	0,90	976.83	0,89	975.94	0,89
10	986.46	1,10	985.36	1,06	984.30	1,04	983.26	1,02	982.24	0,99	981.25	0,96	980.29	0,95	979.34	0,92	978.42	0,92	977.50	0,91	976.59	0,91	975.68	0,91
11	986.34	1,11	985.23	1,07	984.16	1,06	983.10	1,02	982.08	1,00	981.08	0,98	980.10	0,96	979.14	0,95	978.19	0,94	977.25	0,93	976.32	0,93	975.39	0,92
12	986.21	1,12	985.09	1,09	984.00	1,06	982.94	1,04	981.90	1,01	980.89	1,00	979.89	0,97	978.92	0,97	977.95	0,95	977.00	0,95	976.05	0,94	975.11	0,95
13	986.06	1,13	984.93	1,09	983.84	1,08	982.76	1,05	981.71	1,02	980.69	1,01	979.68	0,99	978.69	0,98	977.71	0,97	976.74	0,97	975.77	0,96	974.81	0,96
14	985.90	1,13	984.77	1,11	983.66	1,08	982.58	1,07	981.51	1,04	980.47	1,02	979.45	1,00	978.45	1,00	977.45	0,98	976.47	0,98	975.49	0,98	974.51	0,98
15	985.73	1,14	984.59	1,12	983.47	1,09	982.38	1,08	981.30	1,05	980.25	1,04	979.21	1,01	978.20	1,01	977.19	1,00	976.19	1,00	975.19	1,00	974.19	1,00
16	985.55	1,15	984.40	1,13	983.27	1,11	982.16	1,08	981.08	1,07	980.01	1,04	978.97	1,04	977.93	1,02	976.91	1,02	975.89	1,01	974.88	1,01	973.87	1,02
17	985.36	1,16	984.20	1,14	983.06	1,12	981.94	1,09	980.85	1,08	979.77	1,06	978.71	1,05	977.66	1,04	976.62	1,03	975.59	1,03	974.56	1,02	973.54	1,04
18	985.15	1,17	983.98	1,14	982.84	1,13	981.71	1,11	980.60	1,09	979.51	1,07	978.44	1,06	977.38	1,05	976.33	1,05	975.28	1,04	974.24	1,05	973.19	1,05
19	984.94	1,18	983.76	1,16	982.60	1,13	981.47	1,12	980.35	1,10	979.25	1,09	978.16	1,07	977.09	1,07	976.02	1,06	974.96	1,06	973.90	1,06	972.84	1,06
20	984.71	1,19	983.52	1,16	982.36	1,15	981.21	1,13	980.08	1,11	978.97	1,10	977.87	1,08	976.79	1,08	975.71	1,08	974.63	1,07	973.56	1,08	972.48	1,08

Alkoholna jakost % vol.																								
t°	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29														
20	973,56	1,08	972,48	1,08	971,40	1,09	970,31	1,10	969,21	1,11	968,10	1,14	966,96	1,15	965,81	1,17	964,64	1,20	963,44	1,23	962,21	1,2	960,95	1,29
21	0,36		0,37	0,38	0,40	0,42	0,44	0,45	0,46	0,49	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	
22	973,20	1,09	972,11	1,09	971,02	1,11	969,91	1,12	968,79	1,13	967,66	1,15	966,51	1,16	965,35	1,20	964,15	1,21	962,94	1,25	961,69	1,2	960,42	1,31
23	0,36		0,37	0,40	0,41	0,42	0,44	0,45	0,46	0,49	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	
24	972,84	1,10	971,74	1,12	970,62	1,12	969,50	1,13	968,37	1,15	967,22	1,16	966,06	1,19	964,87	1,21	963,66	1,23	962,43	1,26	961,17	1,2	959,88	1,32
25	0,37		0,39	0,40	0,42	0,43	0,45	0,47	0,48	0,49	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	
26	972,47	1,12	971,35	1,13	970,22	1,14	969,08	1,14	967,94	1,17	966,77	1,18	965,59	1,20	964,39	1,22	963,17	1,25	961,92	1,28	960,64	1,2	959,33	1,33
27	0,38		0,40	0,41	0,42	0,44	0,45	0,47	0,48	0,49	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	
28	972,09	1,14	970,95	1,14	969,81	1,15	968,66	1,16	967,50	1,18	966,32	1,20	965,12	1,22	963,90	1,24	962,66	1,26	961,40	1,30	960,10	1,3	958,78	1,35
29	0,39		0,40	0,42	0,43	0,45	0,47	0,48	0,49	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	
30	971,70	1,15	970,55	1,16	969,39	1,16	968,23	1,18	967,05	1,20	965,85	1,21	964,64	1,23	963,41	1,26	962,15	1,28	960,87	1,31	959,56	1,3	958,23	1,37
31	0,40		0,41	0,42	0,44	0,46	0,47	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	
32	971,30	1,16	970,14	1,17	968,97	1,18	967,79	1,20	966,59	1,21	965,38	1,23	964,15	1,24	962,91	1,27	961,64	1,30	960,34	1,32	959,02	1,3	957,66	1,38
33	0,40		0,42	0,43	0,45	0,46	0,47	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	
34	970,90	1,18	969,72	1,18	968,54	1,20	967,34	1,21	966,13	1,23	964,90	1,24	963,66	1,26	962,40	1,29	961,11	1,31	959,80	1,34	958,46	1,3	957,10	1,40
35	0,41		0,43	0,45	0,46	0,47	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	
36	970,49	1,20	969,29	1,20	968,09	1,21	966,88	1,22	965,66	1,24	964,42	1,26	963,16	1,28	961,88	1,31	960,57	1,33	959,24	1,35	957,89	1,3	956,51	1,41
37	0,42		0,43	0,45	0,47	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	
38	970,07	1,21	968,86	1,22	967,64	1,23	966,41	1,24	965,17	1,25	963,92	1,28	962,64	1,29	961,35	1,31	960,04	1,35	958,69	1,36	957,33	1,3	955,93	1,42
39	0,44		0,45	0,46	0,47	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	
40	969,63	1,22	968,41	1,23	967,18	1,24	965,94	1,26	964,68	1,26	963,42	1,29	962,13	1,31	960,82	1,33	959,49	1,35	958,14	1,39	956,75	1,4	955,35	1,44
41	0,44		0,45	0,46	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	
42	969,19	1,23	967,96	1,24	966,72	1,26	965,46	1,27	964,19	1,28	962,91	1,30	961,61	1,32	960,29	1,35	958,94	1,37	957,57	1,40	956,17	1,4	954,75	1,44
43	0,44		0,46	0,47	0,48	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	
44	968,75	1,25	967,50	1,25	966,25	1,27	964,98	1,29	963,69	1,29	962,40	1,32	961,08	1,33	959,75	1,36	958,39	1,39	957,00	1,41	955,59	1,4	954,16	1,46
45	0,45		0,46	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	
46	968,30	1,26	967,04	1,27	965,77	1,28	964,49	1,30	963,19	1,31	961,88	1,33	960,55	1,35	959,20	1,38	957,82	1,39	956,43	1,43	955,00	1,4	953,55	1,47
47	0,46		0,47	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	
48	967,84	1,27	966,57	1,29	965,28	1,29	963,99	1,31	962,68	1,33	961,35	1,34	960,01	1,37	958,64	1,38	957,26	1,42	955,84	1,43	954,41	1,4	952,95	1,49
49	0,46		0,48	0,49	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,56	0,57	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	
50	967,38	1,29	966,09	1,30	964,79	1,31	963,48	1,32	962,16	1,34	960,82	1,36	959,46	1,38	958,08	1,40	956,68	1,42	955,26	1,45	953,81	1,4	952,33	1,50

36	966,91 0,48	1,30	0,48	1,32	964,28 0,50	1,32	0,50	1,32	962,97 0,51	1,34	961,53 0,53	1,35	960,28 0,54	1,37	958,91 0,55	1,40	957,51 0,57	1,41	956,10 0,58	1,44	954,66 0,60	1,46	953,20 0,61	1,49	951,71 0,62	1,51
37	966,43 0,49	1,31	0,49	1,33	963,79 0,51	1,34	0,51	1,37	959,73 0,55	1,38	958,35 0,57	1,41	956,94 0,58	1,43	955,51 0,59	1,45	954,06 0,60	1,47	952,59 0,62	1,49	951,17 0,63	1,51	949,71 0,64	1,53	948,25 0,64	1,55
38	965,94 0,49	1,32	0,50	1,34	963,28 0,52	1,35	0,52	1,38	959,18 0,56	1,40	957,78 0,57	1,42	956,36 0,58	1,44	954,92 0,60	1,46	953,46 0,61	1,48	951,97 0,62	1,50	950,46 0,63	1,52	948,91 0,64	1,54	947,45 0,64	1,56
39	965,45 0,49	1,33	0,51	1,36	962,76 0,52	1,36	0,52	1,40	958,62 0,56	1,41	957,21 0,58	1,43	955,78 0,59	1,46	954,32 0,60	1,47	952,85 0,62	1,50	951,35 0,63	1,52	949,82 0,64	1,54	948,36 0,64	1,56	946,90 0,64	1,58
40	964,96	1,35	963,61	1,37	962,24	1,38	960,86	1,39	959,47	1,41	958,06	1,43	956,63	1,44	955,19	1,47	953,72	1,49	952,23	1,51	950,72	1,53	949,18	1,57	947,64	1,59