

EK-1 : AVRUPA BİRLİĞİ MEVZUATINA UYUM TABLOSU

MEVZUAT TASLAĞINA İLİŞKİN UYUM TABLOSU

İlgili AB Mevzuatının Adı, Sayısı ve Tarihi*

COMMISSION REGULATION (EC) No 2870/2000 of 19 December 2000 laying down Community reference methods for the analysis of spirits drinks (OJ L 333, 29.12.2000, p. 20)

(Varsa değişiklik metinlerinin referansları)

- Commission Regulation (EC) No 2091/2002 of 26 November 2002
- Commission Implementing Regulation (EU) 2016/635 of 22 April 2016

İlgili AB Mevzuatı Hükümü**	Taslak Metindeki hüküm***	Taslak Metni hazırlayan Kurumun Yorumu****
Article 1 The Community reference methods for the analysis of spirits drinks to ensure compliance with Regulation (EEC) No 1576/89 and Regulation (EEC) No 1014/90: — when any official control takes place, or — in the event of a dispute, shall be those set out in the Annex hereto.	Analiz metodu MADDE 4 – (1) Distile Alkollü İçkiler Tebliğine uygunluğunun resmi kontrollerinde uygulanacak referans analiz metotları eklerde yer almaktadır.	

* Ulusal mevzuatın uyum amacıyla hazırlandığı her bir AB mevzuatına ilişkin ayrı tablo hazırlanması gerekmektedir. AB tarafından ilgili AB mevzuatının « konsolide versiyonu » yayımlanmış ise bu versiyon dikkate alınacaktır.

**Bu kısım İngilizce olabilir. Bu sütunda, ilgili AB mevzuatının tüm maddelerine (herhangi bir uyum öngörülme de) yer verilecektir.

*** İlgili AB mevzuatına uyum öngörülen Taslak metin hükümleri ile birlikte, uyum amacı taşımayan Taslak metnin diğer maddelerine de sütun sonunda yer verilecektir. Bu maddeler, ulusal gereksinimler doğrultusunda hazırlanmış ise üçüncü sütunda karşılık olarak « ulusal gereksinimler için hazırlanmıştır. » ifadesine yer verilecektir.

**** Bu kısımda, ilgili AB mevzuatına uyum sağlanmamış ise bunun gerekçesine, hüküm başka bir mevzuatta düzenlenmiş ise söz konusu mevzuatın ilgili maddesine, hükmün başka bir mevzuatla düzenlenmesi öngörülüyor ise söz konusu mevzuat taslağının adına ve varsa ilgili taslak hükmüne yer verilir. AB mevzuatında yer alan hükmün ulusal mevzuata aktarılması uygun görülüyor ise bu durumun gerekçelerine de bu kısımda yer verilir.

<p>Article 2 Notwithstanding the first indent of Article 1, other analytical methods shall be permitted, under the responsibility of the director of the laboratory, on condition that the accuracy and precision (repeatability and reproducibility) of the methods are at least equivalent to those of the relevant reference analytical methods given in the Annex.</p>	<p>Analiz metodu MADDE 4 – a) Eklerde yer alan referans metotların haricindeki diğer analitik metotlar; bir laboratuvar yöneticisinin sorumluluğu altında, sonuçların doğruluğu ve kesinliği (tekrar edilebilirliği ve yeniden üretilebilirliği) eklerde verilen ilgili referans metotlardan elde edilen sonuçlara eşdeğer olması şartıyla kabul edilir. Şahit analizlerde, bu metotlar eklerde verilen referans analitik metotların yerini alamazlar.</p>	
<p>Article 3 Where Community analytical reference methods are not laid down for the detection and quantification of substances contained in a particular spirit drink, the following methods shall be used: (a) analytical methods which are validated to internationally recognised procedures and in particular meet the criteria set in the Annex to Directive 85/591/EEC; (b) analytical methods conforming to the recommended standards of the International Organisation for Standardisation (ISO); (c) analytical methods recognised by the General Assembly of the International Vine and Wine Office (OIV) and published by that Office; (d) in the absence of a method as indicated at (a), (b) or (c), by reason of its accuracy, repeatability and reproducibility: — an analytical method approved by the Member State concerned, — where necessary, any other suitable analytical method.</p>	<p>Analiz metodu MADDE 4 – b) Özel bir distile alkollü içkinin içerdiği maddelerin saptanması ve miktarının belirlenmesi için eklerde analitik referans metotlar düzenlenmemişse aşağıdaki metotlar kullanılır: 1) Uluslararası kabul edilen prosedürler düzeyinde geçerli kılınmış ve özellikle 29/12/2011 tarihli ve 28157 üçüncü mükerrer sayılı Resmî Gazete’de yayımlanarak yürürlüğe giren Gıda Kontrol Laboratuvarlarının Kuruluş, Görev, Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarının Belirlenmesine Dair Yönetmeliğin 21 inci maddesinin ikinci fıkrasındaki kriterleri karşılayan analitik metotlar, 2) ISO’nun öngördüğü standartlara uygun metotlar, 3) OIV’nin tanıdığı ve bu Örgüt tarafından yayımlanan analitik metotlar, 4) (1), (2) ve (3) numaralı alt bentlerde sözü edilen metotların olmadığı durumda; doğruluk, tekrar edilebilirlik ve yeniden üretilebilirlik koşullarını sağlaması şartıyla, uygun başka bir analitik metot.</p>	

<p>Article 4 For the purposes of this Regulation: (a) ‘repeatability limit’: shall be the value less than or equal to which the absolute difference between two test results obtained under the repeatability conditions (same operator, same apparatus, same laboratory and a short interval of time) may be expected to be with a probability of 95 % {ISO 3534-1}; (b) ‘reproducibility limit’: shall be the value less than or equal to which the absolute difference between two test results obtained under the reproducibility conditions (different operators, different apparatus and different laboratories), may be expected to be with a probability of 95 % {ISO 3534-1}; (c) ‘accuracy’: shall be the closeness of agreement between a test result and the accepted reference value {ISO 3534-1}.</p>	<p>Tanımlar MADDE 3 – (1) Bu Tebliğin uygulanmasında; m) Tekrar edilebilirlik sınırı: Aynı numune, aynı uygulayıcı, aynı cihaz, aynı laboratuvar gibi tekrar edilebilirlik koşulları altında kısa zaman aralıklarıyla yapılan iki analiz sonucu arasındaki (genellikle % 95 olan belirli bir güven aralığında) mutlak farka eşit veya mutlak farkın altındaki bir değeri, o) Yeniden üretilebilirlik sınırı: Aynı numunede, aynı metot kullanılarak, farklı uygulayıcı, farklı cihaz, farklı laboratuvar gibi yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen iki analiz sonucu arasındaki (genellikle % 95 olan belirli bir güven aralığında) mutlak farka eşit veya mutlak farkın altındaki bir değeri, h) Doğruluk: Analiz sonucu ve kabul edilen referans değer arasındaki yakınlığı,</p>	
<p>Article 5 This Regulation shall enter into force on the seventh day following its publication in the Official Journal of the European Communities. It shall apply from 1 January 2001. This Regulation shall be binding in its entirety and directly applicable in all Member States.</p>	<p>Yürürlükten kaldırılan tebliğ MADDE 6 – (1) 11/4/2013 tarihli ve 28615 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Distile Alkollü İçkiler Analiz Metotları Tebliği (Tebliğ No:2013/11) yürürlükten kaldırılmıştır. Uyum zorunluluğu GEÇİCİ MADDE 1 – (1) Halen faaliyet gösteren ve bu Tebliğ kapsamında yer alan ürünlerde resmi kontroller için analiz yapan kurum ve kuruluşlar, Tebliğin yayımı tarihinden itibaren bir yıl içerisinde bu Tebliğ hükümlerine uymak zorundadırlar. Yürürlük MADDE 7 – (1) Bu Tebliğ yayımı tarihinde yürürlüğe girer. Yürütme MADDE 8 – (1) Bu Tebliğ hükümlerini Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanı yürütür.</p>	

<p>ANNEX DESCRIPTION OF ANALYTICAL REFERENCE METHODS</p> <p>I. Appendix I: Preparation of distillate Appendix II: Measurement of density of distillate — Method A = pycnometry — Method B = electronic densimetry — Method C = densimetry using hydrostatic balance</p> <p>II. Determination of total dry extract by gravimetry</p> <p>III. Determination of volatile substances and methanol</p> <p>III.1. General remarks</p> <p>III.2. Volatile congeners: aldehydes, higher alcohols, ethyl acetate and methanol (gas chromatography)</p> <p>III.3. Volatile acidity ► M2 _____ ◀</p> <p>IV. Hydrocyanic acid (p.m.)</p> <p>V. Anethole ► M1 _____ ◀</p> <p>VI. Glycyrrhizic acid ► M1 _____ ◀</p> <p>VII. Chalcones ► M1 _____ ◀</p> <p>VIII. Total sugars ► M2 _____ ◀</p> <p>IX. Egg yolk ► M1 _____ ◀</p> <p>X. Determination of wood compounds: furfural, 5-hydroxymethylfurfural, 5-methylfurfural, vanillin, syringaldehyde, coniferaldehyde, sinapaldehyde, gallic acid, ellagic acid, vanillic acid, syringic acid and scopoletin</p>		
<p>I. DETERMINATION OF ALCOHOLIC STRENGTH BY VOLUME OF SPIRIT DRINKS</p>	<p>Ek-1 HACMEN ALKOL MİKTARININ BELİRLENMESİ</p>	
<p>Introduction The reference method includes two Appendices: Appendix I: Preparation of distillate Appendix II: Measurement of density of distillate</p>	<p>Bu referans metot; distilatın hazırlanması ve distilatın yoğunluğunun ölçülmesi olmak üzere iki bölümden oluşur.</p>	
<p>1. Scope The method is suitable for the determination of the real alcoholic strength by volume of spirit drinks.</p>	<p>1. Kapsam Bu metot, distile alkollü içkilerin hacmen gerçek alkol miktarının belirlenmesi için kullanılır.</p>	
<p>2. Normative References ISO 3696:1987: Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.</p>		

<p>3. Terms and Definitions</p> <p>3.1. Reference temperature: The reference temperature for the determination of alcoholic strength by volume, density and specific gravity of spirit drinks is 20 °C. Note 1: The term ‘at t °C’ is reserved for all determinations (of density or alcoholic strength by volume) expressed at a temperature other than the reference temperature of 20 °C.</p>	<p>2. Tanımlar</p> <p>Analizlerde kullanılacak su, TS EN ISO 3696 (Su - Analitik Laboratuvarında Kullanılan - Özellikler ve Deneysel Metotları)’da tanımlanmıştır. Bu metot içerisindeki “alkol”, “etil alkol” ü ifade eder.</p> <p>2.1. Referans Sıcaklık: Distile alkollü içkilerde özgül ağırlık, yoğunluk ve hacmen alkol miktarının belirlenmesi için referans sıcaklık 20 °C’dir. Referans sıcaklıktan farklı sıcaklıklarda yapılan tüm ölçümler (hacmen alkol miktarı veya yoğunluk ölçümleri) için “t °C’de” ifadesi kullanılır.</p>	
<p>3.2. Density: The density is the mass per unit volume in vacuo of spirit drinks at 20 °C. It is expressed in kilograms per cubic metre and its symbol is $\rho_{20\text{ °C}}$ or ρ_{20}.</p>	<p>2.2. Yoğunluk: Yoğunluk, 20 °C’de bir metreküp distile alkollü içkinin kilogram cinsinden (kg/m³) kütlesi olarak ifade edilir ve ρ_{20} veya $\rho_{20\text{ °C}}$ olarak gösterilir.</p>	
<p>3.3. Specific gravity: The specific gravity is the ratio, expressed as a decimal number, of the density of spirit drinks at 20 °C to the density of water at the same temperature. It is denoted by the symbol $d_{20\text{ °C}/20\text{ °C}}$ or $d_{20/20}$, or simply d when there is no possibility of confusion. The characteristic that was measured must be specified on the assay certificate using the above-defined symbols only.</p> <p>Note 2: It is possible to obtain the specific gravity from the density ρ_{20} at 20 °C: $\rho_{20} = 998,203 \times d_{20/20}$ or $d_{20/20} = \rho_{20}/998,203$ where 998,203 is the density of water at 20 °C.</p>	<p>2.3. Özgül ağırlık: Özgül ağırlık, bir ondalık sayı ile ifade edilen, 20 °C’de distile alkollü içkinin yoğunluğunun aynı sıcaklıktaki suyun yoğunluğuna oranıdır. Sonuç, $d_{20\text{ °C}/20\text{ °C}}$ veya $d_{20/20}$ veya karışma olasılığı yok ise d şeklinde gösterilir. Ölçülen karakteristik özellik, sadece tanımlanan bu simgeler kullanılarak analiz sertifikasında belirtilir. Not: Özgül ağırlığın, 20 °C’deki yoğunluktan ρ_{20}’den elde edilmesi mümkündür: $\rho_{20\text{ °C}} = 998,203 \times d_{20\text{ °C}/20\text{ °C}}$ veya $d_{20\text{ °C}/20\text{ °C}} = \rho_{20\text{ °C}}/998,203$ Formülde 998,203 değeri, suyun 20 °C’deki yoğunluğudur.</p>	

3.4. Real alcoholic strength by volume:

The real alcoholic strength by volume of spirit drinks is equal to the number of litres of ethyl alcohol contained in 100 l of a water-alcohol mixture having the same density as the alcohol or spirit after distillation. The reference values for alcoholic strength by volume (% vol) at 20 °C versus density at 20 °C for different water-alcohol mixtures that are to be used are those given in the international table adopted by the International Legal Metrology Organisation in its Recommendation No 22.

The general equation relating the alcoholic strength by volume and density of a water-alcohol mixture at a given temperature is given on page 40 in Chapter 3 'Alcoholic strength by volume' of the Annex to Commission Regulation (EEC) No 2676/90 (OJ L 272, 3.10.1990, p. 1) or in the manual of analysis methods of the OIV (1994) (p. 17).

Note 3: For liqueurs and crèmes for which it is very difficult to measure volume accurately the sample must be weighed and the alcoholic strength is calculated first by mass.

Conversion formula:

$$\text{alcoholic strength by volume (\% vol)} = \frac{\text{ASM (\% mass)} \times \rho_{20} (\text{sample})}{\rho_{20} (\text{alcohol})}$$

where

ASM= alcoholic strength by mass,

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

2.4. Hacmen gerçek alkol miktarı:

Distile alkollü içkilerin hacmen gerçek alkol miktarı, distilat ya da alkol ile aynı yoğunluğa sahip 100 litre alkol-su karışımı içindeki etil alkolün litre olarak miktarıdır.

Kullanılacak farklı alkol-su karışımlarının 20 oC'de yoğunluğunun fonksiyonu olarak 20 oC'de hacmen (% hacmen) alkol miktarının değerini veren "Alkol Tabloları", OIML tarafından kabul edilmiş olan uluslararası tablolardır (OIML 22 no'lu Tavsiye Kararı, 1975).

Belirli bir sıcaklıkta hacmen alkol miktarı ile bir alkol-su karışımının yoğunluğu arasındaki ilişkiyi gösteren genel formül aşağıda verildiği gibidir.

Dönüşüm formülü:

$$\text{Hacmen alkol miktarı (\% hacim)} = \frac{\text{KAM (\% kütle)}}{\rho_{20} (\text{alkol})} \times \rho_{20} (\text{numune})$$

KAM = Kütlece alkol miktarı

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

<p>4. Principle Following distillation, the alcoholic strength by volume of the distillate is determined by pycnometry, electronic densimetry, or densimetry using a hydrostatic balance.</p>	<p>3. Prensip Distilasyonu takiben, distilatın hacmen alkol miktarı piknometre, elektronik dansimetre veya hidrostatik terazili dansimetre kullanılarak belirlenir.</p>	
<p>APPENDIX I: PREPARATION OF DISTILLATE</p>	<p>Bölüm 1: Distilatın Hazırlanması</p>	
<p>1. Scope The method is suitable for the preparation of distillates to be used to determine the real alcoholic strength by volume of spirit drinks.</p>	<p>1. Kapsam Bu metot, distile alkollü içkilerin hacmen gerçek alkol miktarının belirlenmesinde kullanılacak olan distilatların hazırlanması için kullanılır.</p>	
<p>2. Principle The spirits are distilled to separate the ethyl alcohol and other volatile compounds from the extractive matter (substances which do not distil).</p>	<p>2. Prensip Yüksek alkollü içkiler, etil alkol ve diğer uçucu bileşenleri distile edilmeyen maddelerden ayırmak için distile edilir.</p>	
<p>3. Reagents and Materials 3.1. Anti-bumping granules. 3.2. Concentrated antifoam emulsion (for crème liqueurs).</p>	<p>3. Reaktifler ve materyaller 3.1. Kaynama taşı 3.2. Yoğunlaştırılmış köpük önleyici emülsiyon (krem likörler için)</p>	
<p>4. Apparatus and equipment Usual laboratory apparatus and in particular the following. 4.1. Water bath capable of being maintained at 10 °C to 15 °C. Water bath capable of being maintained at 20 °C (± 0,2 °C). 4.2. Class A volumetric flasks, 100 ml and 200 ml, that have been certified to 0,1 % and 0,15 % respectively.</p>	<p>4. Araç ve gereçler Genel olarak kullanılan laboratuvar cihazları ve ayrıca aşağıdaki araç gereçler kullanılır: 4.1. Su banyosu: 10-15 °C arasında ayarlanabilir 20 °C'ye (± 0,2 °C) ayarlanabilir 4.2. A sınıfı balon jöjeler: Sertifikalı 100 mL (% 0,1 hassasiyette) ve 200 mL (% 0,15 hassasiyette) hacimli</p>	

<p>4.3. Distillation apparatus: 4.3.1. General requirements The distillation apparatus must meet the following specifications: — the number of joints must be no more than the strict minimum needed to ensure the system is leak-tight, — inclusion of a device designed to prevent priming (entrainment of the boiling liquid by the vapour) and to regularise the distillation rate of alcohol-rich vapours, — rapid and complete condensation of the alcohol vapours, — collection of the first distillation fractions in an aqueous medium. The heat source must be used with a suitable heat-diffuser to prevent any pyrogenic reaction involving the extractive matter.</p>	<p>4.3. Distilasyon düzeneđi 4.3.1. Genel şartlar Distilasyon düzeneđi ařađıdaki kořulları karřılamalıdır: - Sistemden alkol kaçıřını engelleyecek en az sayıda bađlantı noktası içermelidir. - Kaynayan sıvının buharla birlikte sürüklenmesini önleyecek ve alkolce zengin buharın distilasyon oranını düzenleyecek řekilde dizayn edilmiř bir cihaz içermelidir. - Alkol buharının hızlı ve tam yođuřması sađlamalıdır. - İlk distilasyon fraksiyonlarının sulu bir ortam içinde toplanmasını sađlamalıdır. Kaynatma amacıyla kullanılan ısı kaynađı, alkollü içki içerisindeki distile edilmeyen maddenin herhangi bir pirojenik reaksiyonunu önleyecek uygun bir ısı dađıtıcısına sahip olmalıdır.</p>	
--	---	--

<p>4.3.2. An example of a suitable distillation apparatus is shown in Figure 1 and includes the following parts:</p> <ul style="list-style-type: none"> — round-bottomed flask, 1 litre, with a standardised ground-glass joint, — rectifying column at least 20-cm high (a Vigreux column, for example), — elbow connector with an approximately 10-cm-long straight-rimmed condenser (a West-type condenser) fitted vertically, — cooling coil, 40-cm long, — drawn-out tube, taking the distillate to the bottom of a graduated collecting flask containing a small amount of water. <p>Note: The apparatus described above is intended for a sample of least 200 ml. However, a smaller sample size (100 ml) can be distilled by using a smaller distillation flask, provided a splashhead or some other device to prevent entrainment is used.</p>	<p>4.3.2 Uygun distilasyon düzeneğinin bir örneği Şekil 1’de gösterilmiş olup aşağıdaki kısımlardan oluşmaktadır:</p> <ul style="list-style-type: none"> - 1 litrelik, standardize küresel şilifli, tabanı yuvarlak balon (distilasyon balonu) - En az 20 cm yükseklikte bir rektifiye kolonu (örneğin bir Vigreux kolonu) - Yaklaşık 10 cm uzunluğunda, her iki ucu küresel şilifli ve rektifiye kolonu ile geri soğutucu arasında dik dirsek bağlantısı bulunan düz çerçeveveli yoğuşturucu (West yoğuşturucu) - 40 cm uzunluğunda geri soğutucu - Distilatı, az miktarda su içeren distilat toplama balonunun (balon joje) dibine ileten ağzı küresel şilifli boşaltma tüpü <p>Not: Yukarıda tarif edilen düzenek en az 200 mL’lik bir numune için tasarlanmıştır. Ancak, daha az miktardaki numuneler (örneğin 100 mL), sürüklenmeyi önleyecek sıçratma başlığı ya da buna benzer başka bir cihaz içeren daha küçük bir distilasyon balonu kullanılarak distile edilebilir.</p>	
<p>5. Storage of test samples Samples are stored at room temperature prior to analysis.</p>	<p>5. Analiz numunelerinin depolanması Numuneler, analiz öncesi oda sıcaklığında saklanır.</p>	
<p>6. Procedure Preliminary remark: Distillation may also be by the procedure published by IUPAC (1968).</p>	<p>6. İşlem Distilasyon işlemi IUPAC (1968) tarafından yayımlanan işlemle de yapılabilir.</p>	
<p>6.1. Distillation apparatus verification. The apparatus used must be capable of the following: The distillation of 200 ml of a water-alcohol solution with known concentration close to 50 % vol must not cause a loss of alcohol of more than 0,1 % vol.</p>	<p>6.1. Distilasyon düzeneğinin doğrulanması: Kullanılan düzenek en az aşağıdaki yeterlilikte olmalıdır:</p> <ul style="list-style-type: none"> - %50’ye yakın bilinen bir konsantrasyondaki alkol-su karışımının 200 mL’sinin distilasyonundaki alkol kaybı hacmen %0,1’den daha fazla olmamalıdır. 	

6.2. Spirit drinks with alcoholic strength below 50 % vol.

Measure out 200 ml of the spirit into a volumetric flask.

Record the temperature of this liquid, or maintain at standard temperature (20 °C).

Pour the sample into the round-bottomed flask of the distillation apparatus and rinse the volumetric flask with three aliquots each of approximately 20 ml of distilled water. Add each rinse water aliquot to the contents of the distillation flask.

Note: This 60-ml dilution is sufficient for spirits containing less than 250 g of dry extract per litre.

Otherwise, to prevent pyrolysis, the volume of rinse water must be at least 70 ml if the dry extract concentration is 300 g/l, 85 ml for 400 g/l dry extract, and 100 ml for 500 g/l dry extract (some fruit liqueurs or crèmes). Adjust these volumes proportionally for different sample volumes.

Add a few anti-bumping granules (3.1) (and antifoam for crème liqueurs).

Pour 20 ml of distilled water into the original 200 ml volumetric flask that will be used to hold the distillate.

This flask must then be placed in a cold water bath (4.1) (10 to 15 °C for aniseed-flavoured spirit drinks).

Distil, avoiding entrainment and charring, occasionally agitating the contents of the flask, until the level of distillate is a few millimetres below the calibration mark of the volumetric flask.

When the temperature of this distillate has been brought down to within 0,5 °C of the liquid's initial temperature, make up to the mark with distilled water and mix thoroughly.

This distillate is used for the determination of alcoholic strength by volume (Appendix II)

6.2. Hacmen alkol miktarı %50'den düşük olan distile alkollü içkiler:

Bir balon joje içerisine 200 mL numune alınır.

Numunenin sıcaklığı kaydedilir ya da standart sıcaklığa (20 oC) getirilir. Numune, distilasyon balonuna aktarılır ve balon joje üç kez her seferde yaklaşık 20 mL distile su ile çalkalanır. Her bir bölüm çalkalama suyu, distilasyon balonu içeriğine eklenir.

Not: Bu 60 mL'lik sulandırma, litre başına 250 g'dan daha az kuru madde içeren distile alkollü içkiler için yeterlidir. Aksi halde, pirolizin önlenmesi için, kuru madde konsantrasyonu 300 g/L ise çalkalama suyunun hacminin en az 70 mL; 400 g/L için, 85 mL ve 500 g/L (bazı meyve likörleri veya krem likörler) için, 100 mL olması gerekmektedir. Farklı hacimlerdeki numuneler için bu hacimler oransal olarak ayarlanır.

- Birkaç adet kaynama taşı (3.1) eklenir (Krem likörler için köpük önleyici eklenir).

- Distilatın içinde toplanacağı 200 mL'lik balon joje içerisine 20 mL distile su aktarılır. Balon joje daha sonra bir soğuk su banyosuna (4.1) yerleştirilmelidir (anason aromalı distile alkollü içkiler için 10-15 oC).

- Sürüklenmeye ve kömürleşmeye izin vermeden distilasyon balonu arada bir çalkalanarak; distilat seviyesi, balon jolenin kalibrasyon işaretinin birkaç mL altına ulaşana kadar distile edilir. Distilatın sıcaklığı, başlangıç sıcaklığından 0,5 oC aşağı düştüğü zaman, işaretli seviyeye kadar distile su ile doldurulur ve iyice karıştırılır.

- Distilat, hacmen alkol miktarının belirlenmesi (Bölüm 2) için kullanılır.

<p>6.3. Spirit drinks with alcoholic strength above 50 % vol.</p> <p>Measure out 100 ml of the spirit drink into a 100-ml volumetric flask and pour into the round bottomed flask of the distillation apparatus.</p> <p>Rinse the volumetric flask several times with distilled water and add the washings to the contents of the round-bottomed distillation flask. Use enough water to bring the flask's contents up to approximately 230 ml. Pour 20 ml of distilled water into a 200-ml volumetric flask that will be used to hold the distillate. This flask must then be placed in a cold water bath (4.1) (10 to 15 °C for aniseed-flavoured spirits).</p> <p>Distil, agitating the contents occasionally, until the level of distillate is a few millimetres below the calibration mark of the 200-ml volumetric flask. When the temperature of this distillate has been brought down to within 0,5 °C of the liquid's initial temperature, make up to the mark with distilled water and mix thoroughly.</p> <p>This distillate is used for the determination of alcoholic strength by volume (Appendix II)</p> <p>Note: The alcoholic strength by volume of the spirit drink is twice the alcoholic strength of the distillate.</p>	<p>6.3. Hacmen alkol miktarı %50'nin üzerinde olan distile alkollü içkiler:</p> <ul style="list-style-type: none"> - 100 mL'lik bir balon joje içerisine 100 mL numune alınır. Numune, distilasyon balonuna aktarılır ve balon joje, distile su ile birkaç kez çalkalanır ve çalkalama suyu distilasyon balonu içeriğine eklenir. Balon joje içeriği yaklaşık 230 mL olacak kadar su kullanılır. - Distilatın içinde toplanacağı 200 mL'lik balon joje içerisine 20 mL distile su aktarılır. Balon joje daha sonra bir soğuk su banyosuna (4.1) yerleştirilmelidir (anason aromalı distile alkollü içkiler için 10-15 oC). - Distilasyon balonu arada bir çalkalanarak, Distilat seviyesi 200 mL'lik balon jolenin kalibrasyon işaretinin birkaç mL altına ulaşana kadar distile edilir. - Distilatın sıcaklığı, başlangıç sıcaklığından 0,5 oC aşağı düştüğü zaman, işaretli seviyeye kadar distile su ile doldurulur ve iyice karıştırılır. - Distilat, hacmen alkol miktarının belirlenmesi (Bölüm 2) için kullanılır. <p>Not: Distile alkollü içkinin hacmen alkol miktarı, distilatın alkol miktarının iki katıdır.</p>	
<p>APPENDIX II: MEASUREMENT OF DENSITY OF DISTILLATE</p> <p>METHOD A: DETERMINATION OF REAL ALCOHOLIC STRENGTH BY VOLUME OF SPIRIT DRINKS — MEASUREMENT BY PYCNOMETRY</p>	<p>Bölüm 2: Distilatın Yoğunluğunun Ölçülmesi</p> <p>Metot A: Distile Alkollü İçkilerin Hacmen Gerçek Alkol Miktarlarının Belirlenmesi - Piknometre İle Ölçüm</p>	
<p>A.1. Principle</p> <p>The alcoholic strength by volume is obtained from the density of the distillate measured by pycnometry.</p>	<p>1. Prensiptir</p> <p>Hacmen alkol miktarı, piknometre ile ölçülen distilatın yoğunluğundan elde edilir.</p>	

<p>A.2. Reagents and materials During the analysis, unless otherwise is stated, use only reagents of recognised analytical grade and water of at least grade 3 as defined in ISO 3696:1987.</p> <p>A.2.1. Sodium chloride solution (2 % w/v) To prepare 1 litre, weigh out 20 g of sodium chloride and dissolve to 1 litre using water.</p>	<p>2. Reaktifler Analizlerde aksi belirtilmedikçe, yalnızca analitik saflıkta çözeltiler kullanılır. Analizlerde kullanılacak su, TS EN ISO 3696’da tanımlanmıştır.</p> <p>2.1. %2’lik Sodyum klorür çözeltisi (ağırlık/hacim): 1 litre çözelti hazırlamak için, 20 g sodyum klorür tartılır ve 1 litre su içinde çözülür.</p>	
<p>A.3. Apparatus and Equipment Usual laboratory apparatus and in particular the following:</p> <p>A.3.1. Analytical balance capable of reading 0,1 mg.</p> <p>A.3.2. Thermometer, with ground glass joint, calibrated in tenths of a degree from 10 to 30 °C. This thermometer must be certified or checked against a certified thermometer.</p> <p>A.3.3. Pyrex-glass pycnometer of approximately 100 ml capacity fitted with a removable ground-glass thermometer (A.3.2). The pycnometer has a side tube 25 mm in length and 1 mm (maximum) in internal diameter ending in a conical ground joint. Other pycnometers as described in ISO 3507, e.g. 50 ml may be used if appropriate.</p> <p>A.3.4. A tare bottle of the same external volume (to within 1 ml) as the pycnometer and with a mass equal to the mass of the pycnometer filled with a liquid of density 1,01 (sodium chloride solution A.2.1).</p> <p>A.3.5. Thermally insulated jacket that fits the body of the pycnometer exactly.</p> <p>Note 1: The method for determining the densities in vacuo of spirits calls for the use of a twin-pan balance, a pycnometer and a tare bottle of the same outside external volume to cancel out the effect of air buoyancy at any given moment. This simple technique may be applied using a single-pan balance provided that the tare bottle is weighed again to monitor changes in air buoyancy over time.</p>	<p>3. Araç ve gereçler Genel olarak kullanılan laboratuvar cihazları ve ayrıca aşağıdaki araç gereçler kullanılır:</p> <p>3.1. Analitik terazi: 0,1 mg hassasiyette</p> <p>3.2. Termometre: Şilifli, 10 oC’den 30 oC’ye kadar 0,1 hassasiyetle derecelendirilmiş. Bu termometre sertifikalı ya da sertifikalı bir termometre ile kalibre edilmiş olmalıdır.</p> <p>3.3. Cam piknometre (Şekil 2): Yaklaşık 100 mL kapasiteli, şilifli olarak tutturulmuş, çıkarılabilir özellikte bir termometre içeren (3.2) sığağa dayanıklı. Piknometre, 25 mm uzunluğunda ve iç çapı 1 mm (en fazla) olan, konik şilifli bir yan tüpe sahiptir. Eğer uygunsa TS ISO 3507’de tarif edilen biçimdeki diğer piknometreler de kullanılabilir (örneğin 50 mL).</p> <p>3.4. Dara şişesi: Piknometre ile aynı dış hacme sahip (1 mL toleransla) ve özgül ağırlığı 1,01 olan bir sıvıyla (sodyum klorür çözeltisi, 2.1.) doldurulmuş piknometrenin kütlesine eşit kütleye sahip olmalıdır.</p> <p>3.5. Piknometrenin gövdesini tam olarak saran ısı yalıtımlı bir kap</p>	

<p>A.4. Procedure Preliminary remarks: The following procedure is described for the use of 100-ml pycnometer for determination of the alcoholic strength; this gives the best accuracy. However, it is also possible to use a smaller pycnometer, for example 50 ml.</p>	<p>4. İşlem Bu işlem alkol miktarının belirlenmesi için 100 mL'lik piknometre kullanımını tarif eder. Bu en iyi doğruluğu verir. Ancak, 50 mL gibi daha küçük hacimli piknometre kullanımı da mümkündür.</p>	
<p>A.4.1. Calibration of pycnometer The pycnometer is calibrated by determining the following parameters: — tare of the empty pycnometer, — volume of the pycnometer at 20 °C, — mass of the water-filled pycnometer at 20 °C.</p>	<p>4.1. Piknometrenin kalibrasyonu Piknometre aşağıdaki parametrelerin belirlenmesi ile kalibre edilir: - Boş piknometrenin darası - 20 oC'de piknometrenin hacmi - 20 oC'de su ile dolu piknometrenin kütlesi</p>	
<p>A.4.1.1. Calibration using a single-pan balance: Determine: — the mass of the clean, dry pycnometer (P), — the mass of the water-filled pycnometer at t °C (P1), — the mass of the tare bottle (T0).</p>	<p>4.1.1. Tek kefeli terazi kullanılarak kalibrasyon - Temiz ve kuru piknometrenin kütlesi, (P) - t oC'de su ile dolu piknometrenin kütlesi, (P1) - Dara şişesinin kütlesi, (T0), belirlenir.</p>	
<p>A.4.1.1.1. Weigh the clean, dry pycnometer (P). A.4.1.1.2. Fill the pycnometer carefully with distilled water at ambient temperature and fit the thermometer. Carefully wipe the pycnometer dry and place it in the thermally- insulated jacket. Agitate by inverting the container until the thermometer's temperature reading is constant. Set the pycnometer flush with the upper rim of the side tube. Read the temperature t °C carefully and if necessary correct for any inaccuracies in the temperature scale. Weigh the water-filled pycnometer (P1). A.4.1.1.3. Weigh the tare bottle (T0).</p>	<p>4.1.1.1. Temiz ve kuru piknometre tartılır. (P) 4.1.1.2. Piknometre, ortam sıcaklığında distile su ile dikkatlice doldurulur ve termometre sabitlenir. Dikkatlice piknometre silinerek kurulanır ve ısı yalıtımlı kap içerisine yerleştirilir. Termometrenin sıcaklığı sabit okumaya gelene kadar, kap alt üst edilerek karıştırılır. Yan tüpün üst kısmındaki seviye çizgisinden dışarı çıkmayacak şekilde piknometre ayarlanır. t oC sıcaklık dikkatlice okunur ve gerekiyor ise sıcaklık skalasındaki herhangi bir hata için düzeltme yapılır. Daha sonra su ile dolu piknometre tartılır.(P1) 4.1.1.3. Dara şişesi tartılır. (T0)</p>	

<p>A.4.1.1.4. Calculation — Tare of the empty pycnometer = P – m where m is the mass of air in the pycnometer. $m = 0,0012 \times (P1 - P)$ Note 2: 0,0012 is the density of dry air at 20 °C at a pressure of 760 mm Hg — Volume of the pycnometer at 20 °C: $V_{20^{\circ}C} = [P1 - (P - m)] \times F_t, 1$ where F t is the factor for temperature t °C taken from Table I of Chapter 1 ‘Density and specific gravity’ of the Annex to Regulation (EEC) No 2676/90 (p. 10). V 20 °C must be known to the nearest 0,001 ml. — Mass of water in the pycnometer at 20 °C: $M_{20^{\circ}C} = V_{20^{\circ}C} \times 0,998203$ where 0,998203 is the density of water at 20 °C. Note 3: If necessary, the value 0,99715 of the density in air can be used and the alcoholic strength calculated with reference to the corresponding density in HM Customs and Excise tables in air.</p>	<p>4.1.1.4. Hesaplama: Boş piknometrenin darası = P – m m; piknometredeki havanın kütlesi $m = 0,0012 \times (P1 - P)$ Not: 0,0012; 20 °C’de ve 760 mm Hg basınçta kuru havanın yoğunluğudur. - 20 °C’de piknometrenin hacmi $V_{20^{\circ}C} = [P1 - (P - m)] \times F_t, 1$ F_t; Tablo-2’den alınan t °C sıcaklık için faktördür. V_{20° C}, 0,001 mL hassasiyetinde olmalıdır. - 20 °C’de piknometredeki suyun kütlesi $M_{20^{\circ}C} = V_{20^{\circ}C} \times 0,998203$ 0,998203: 20 °C’de suyun yoğunluğudur. Not: Gerekli ise suyun havadaki yoğunluğu olan 0,99715 değeri kullanılabilir ve HMCE Tablolarında bu yoğunluğa karşılık gelen referans ile alkol miktarı hesaplanır.</p>	
<p>A.4.1.2. Calibration method using a twin-pan balance: A.4.1.2.1. Place the tare bottle on the left-hand pan and the clean, dry pycnometer with its collecting stopper on the right-hand pan. Balance them by placing weights on the pycnometer side: p grams.</p>	<p>4.1.2. İki kefeli terazi kullanılarak kalibrasyon metodu 4.1.2.1. Terazinin sol kefesine tara şişesi ve sağ kefesine toplayıcı kapağı ile birlikte temiz, kuru piknometre yerleştirilir. Piknometre tarafına ağırlıklar eklenerek (p gram) denge sağlanır.</p>	
<p>A.4.1.2.2. Fill the pycnometer carefully with distilled water at ambient temperature and fit the thermometer; carefully wipe the pycnometer dry and place it in the thermally insulated jacket; agitate by inverting the container until the thermometer's temperature reading is constant. Accurately adjust the level to the upper rim of the side tube. Clean the side tube, fit the collecting stopper; read the temperature t °C carefully and if necessary correct for any inaccuracies in the temperature scale. Weigh the water-filled pycnometer, with p’ the weight in grams making up the equilibrium.</p>	<p>4.1.2.2. Ortam sıcaklığında piknometre distile su ile doldurulur ve termometre sabitlenir. Piknometre silinerek kurulanır ve ısı yalıtımlı kap içerisine yerleştirilir. Termometrenin sıcaklığı sabit okumaya gelene kadar kap alt-üst edilerek karıştırılır. Yan tüpün üst kısmındaki seviye çizgisine ayarlama yapılır. Yan tüp temizlenir, toplayıcı kapak sabitlenir, t oC sıcaklık dikkatlice okunur ve gerekiyor ise sıcaklık skalasındaki herhangi bir hata için düzeltme yapılır. Daha sonra su ile dolu piknometre tartılır [p’,(g)].</p>	

<p>A.4.1.2.3. Calculation</p> <p>— Tare of the empty pycnometer = p + m where m is the mass of air in the pycnometer. $m = 0,0012 \times (p - p')$</p> <p>— Volume of the pycnometer at 20 °C:</p> $V_{20^{\circ}C} = (p + m - p') \times F_t, 1$ <p>where F t is the factor for temperature t °C taken from Table I of Chapter 1 ‘Density and specific gravity’ of the Annex to Regulation (EEC) No 2676/90 (p. 10). V 20 °C must be known to the nearest 0,001 ml.</p> <p>— Mass of water in the pycnometer at 20 °C:</p> $M_{20^{\circ}C} = V_{20^{\circ}C} \times 0,998203$ <p>where 0,998203 is the density of water at 20 °C.</p>	<p>4.1.2.3. Hesaplama:</p> <p>- Boş piknometrenin darası = p + m m; piknometredeki havanın kütlesi $m = 0,0012 (p - p')$</p> <p>- 20 °C’de piknometrenin hacmi $V_{20^{\circ}C} = (p + m - p') \times F_t, 1$</p> <p>F_t; Tablo-2’den alınan t °C sıcaklık için faktördür. V_{20° C}, 0,001 mL hassasiyetinde olmalıdır.</p> <p>- 20 °C’de piknometredeki suyun kütlesi $M_{20^{\circ}C} = V_{20^{\circ}C} \times 0,998203$</p> <p>0,998203: 20 °C’de suyun yoğunluğudur.</p>	
<p>A.4.2. Determination of alcoholic strength of test sample</p> <p>A.4.2.1. Using a single-pan balance.</p> <p>A.4.2.1.1. Weigh the tare bottle, weight T1.</p> <p>A.4.2.1.2. Weigh the pycnometer with the prepared distillate (see Appendix I), P2 is its weight at t °C.</p>	<p>4.2. Numunenin alkol miktarının belirlenmesi</p> <p>4.2.1. Tek kefeli terazi kullanılarak:</p> <p>4.2.1.1. Dara şişesi tartılır. (T1)</p> <p>4.2.1.2. Hazırlanan distilat (Bölüm 1) ile piknometre tartılır (t oC’de ağırlığı P2).</p>	

A.4.2.1.3. Calculation

— $dT \frac{1}{4} T_1 \text{ \AA } T_0$

— Mass of empty pycnometer at moment of measuring

$$= P - m + dT$$

— Mass of the liquid in the pycnometer at $t \text{ }^\circ\text{C}$

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

— Density at $t \text{ }^\circ\text{C}$ in g/ml

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

— Express the density at $t \text{ }^\circ\text{C}$ in kilograms per m^3 by multiplying $\rho_{t \text{ }^\circ\text{C}}$ by 1 000, the value being known as $\rho_{t \text{ }^\circ\text{C}}$.

— Correct $\rho_{t \text{ }^\circ\text{C}}$ to 20 using the table of densities ρ_T for water-alcohol mixtures (Table II of Appendix II to the OIV's manual of analysis methods (1994), pp. 17-29). In the table find the horizontal line corresponding to temperature T in whole degrees immediately below $t \text{ }^\circ\text{C}$, the smallest density above $\rho_{t \text{ }^\circ\text{C}}$. Use the table difference found below that density to calculate the density $\rho_{t \text{ }^\circ\text{C}}$ of the spirit at that temperature T in whole degrees.

— Using the whole temperature line, calculate the difference between density ρ' in the table immediately above $\rho_{t \text{ }^\circ\text{C}}$ and the calculated density $\rho_{t \text{ }^\circ\text{C}}$. Divide that difference by the table difference found to the right of density ρ' . The quotient provides the decimal portion of the alcoholic strength while the integer of the alcoholic strength is found at the top of the column in which density ρ' is found (D_t , the alcoholic strength).
Note 4: Alternatively keep the pycnometer in a water bath maintained at $20 \text{ }^\circ\text{C} (\pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C})$ when making up to the mark.

4.2.1.3. Hesaplama

$$- dT = T_1 - T_0$$

$$- \text{Ölçüm anında boş piknometrenin kütlesi} = P - m + dT$$

-

$$t \text{ }^\circ\text{C}'de \text{ piknometredeki sıvının kütlesi} = P_2 - (P - m + dT)$$

- $t \text{ }^\circ\text{C}'de$ g/mL olarak yoğunluk

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

- Yoğunluk; $\rho_{t^\circ\text{C}}$ değeri 1000 ile çarpılarak, $t \text{ }^\circ\text{C}'de$ kg/m^3 olarak ifade edilir ve değer ρ_t olarak bilinir.

- Alkol-su karışımları için ρ_T yoğunlukları tablosu (OIV, analiz metotları kılavuzu, 1. Cilt Ek-II/Tablo-II, sayfa 11, 2012) kullanılarak ρ_t , $20 \text{ }^\circ\text{C}'ye$ düzeltilir.

- Tabloda, $t \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklık değerinin hemen altındaki tam sayı sıcaklık değerindeki T sıcaklığına karşılık gelen yatay satır ve ρ_t 'nin üstündeki en küçük yoğunluk değeri bulunur. Bu yoğunluğun altında bulunan tablo farkı kullanılarak, T sıcaklıktaki distilatın ρ_t yoğunluğu hesaplanır.

- Sıcaklık satırı kullanılarak, ρ_t 'nin hemen üzerinde tabloda ρ' yoğunluğu ve hesaplanan ρ_t yoğunluğu arasındaki fark bulunur. Bu fark, ρ' yoğunluğunun sağında bulunan tablo farkı ile bölünür. Bu oran; alkol miktarının tamsayı kısmı ρ' yoğunluğunun bulunduğu kolonun üstünde bulunurken alkol miktarının ondalıklı kısmını verir. (D_t , alkol miktarı)

Not: Alternatif olarak piknometre işarete tamamlanana kadar $20 \text{ }^\circ\text{C}'deki (\pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C})$ su banyosunda bekletilir.

<p>A.4.2.1.4. Result Using the density ρ_{20} calculate the real alcoholic strength using the alcoholic strength tables identified below: The table giving the value of the alcoholic strength by volume (% vol) at 20 °C as a function of the density at 20 °C of water-alcohol mixtures is the international table adopted by the International Legal Metrology Organisation in its Recommendation No 22.</p>	<p>4.2.1.4. Sonuç yoğunluğu kullanıldığında, “Alkol Tabloları” yardımıyla gerçek alkol miktarı hesaplanır. Alkol-su karışımlarının 20 oC’de yoğunluğunun fonksiyonu olarak 20 oC’de hacmen (% hacmen) alkol miktarının değerini veren “Alkol Tabloları”, OIML tarafından kabul edilmiş olan uluslararası tablolarıdır (OIML 22 no’lu Tavsiye Kararı, 1975).</p>	
<p>A.4.2.2. Method using a single-pan balance A.4.2.2.1. Weigh the pycnometer with the distillate prepared (see part I), p'' is mass at t °C.</p>	<p>4.2.2. Tek kefeli terazi kullanılan metot 4.2.2.1. Hazırlanan distilat ile dolu olan piknometre tartılır; p'', t oC’deki kütedir.</p>	
<p>A.4.2.2.2. Calculation — Mass of the liquid in the pycnometer at t °C $= p + m - p''$ — Density at t °C in g/ml $\rho_{t^{\circ}\text{C}} = (p + m - p'')/V_{20^{\circ}\text{C}}$ — Express the density at t °C in kilograms per m³ and carry out the temperature correction in order to calculate the alcoholic strength at 20 °C, as indicated above for use of the single-pan balance.</p>	<p>4.2.2.2. Hesaplama - $t^{\circ}\text{C}'de\ piknometredeki\ sıvının\ kütlesi = p + m - p''$ - $t^{\circ}\text{C}'de\ \frac{g}{mL}\ olarak\ yoğunluk; P_{t^{\circ}\text{C}} = (p + m - p'')/V_{20^{\circ}\text{C}}$ Yoğunluk, t °C’de kg/m³ olarak ifade edilir ve tek kefeli terazi kullanımında tarif edildiği gibi 20 °C’de alkol miktarını hesaplamak için sıcaklık düzeltilmesi yapılır.</p>	
<p>A.5. Method performance characteristics (precision) A.5.1. Statistical results of the interlaboratory test The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures [1] [2]. Year of interlaboratory test 1997 Number of laboratories 20 Number of samples 6</p>	<p>5. Metot performans karakteristikleri (kesinlik) 5.1. Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir. Laboratuvarlararası analiz yılı 1997 Laboratuvar sayısı 20 Numune sayısı 6</p>	

							Numuneler	A	B	C	D	E	F
							Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	19	20	17	19	19	17
							Sapma gösteren laboratuvar sayısı	1	—	2	1	1	3
							Kabul edilen sonuç sayısı	38	40	34	38	38	34
							Ortalama değer (\bar{x}), (% hacmen)	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
								26,51*			42,93*	45,73*	63,03*
							Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) (% hacmen)	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
							Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
							Tekrar edilebilirlik sınırı (% hacmen) (r)	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
							Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R) (% hacmen)	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
							Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
							Laboratuvarlararası yeniden üretilebilirlik sınırı (% hacmen) (R)	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90
							Numune türleri A Meyve likörü; split oranı (*) B Brendi; kör tekrarlar C Viski; kör tekrarlar D Grappa; split oranı (*) E Aquavit; split oranı (*)						

Samples	A	B	C	D	E	F
Number of laboratories retained after eliminating outliers	19	20	17	19	19	17
Number of outliers (laboratories)	1	—	2	1	1	3
Number of accepted results	38	40	34	38	38	34
Mean value (\bar{x}) % vol	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51 (*)			42,93 (*)	45,73 (*)	63,03 (*)
Repeatability standard (S_r) % vol	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Repeatability limit (r) in % vol	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Reproducibility standard deviation (S_R) % vol	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Reproducibility limit (R) in % vol	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

Sample types
A Fruit liqueur; split level (*).
B Brandy; blind duplicates.
C Whisky; blind duplicates.
D Grappa; split level (*).
E Aquavit; split level (*).
F Rum; split level (*).

<p>METHOD B: DETERMINATION OF REAL ALCOHOLIC STRENGTH BY VOLUME OF SPIRIT DRINKS — MEASUREMENT BY ELECTRONIC DENSIMETRY (BASED ON THE RESONANT FREQUENCY OSCILLATION OF A SAMPLE IN AN OSCILLATION CELL)</p>	<p>Metot B: Distile Alkollü İçkilerin Hacmen Gerçek Alkol Miktarının Belirlenmesi – Elektronik Dansimetre İle Ölçüm (Osilasyon Hücresindeki Numunenin Rezonant Sıklık Salınımına Dayalı Ölçüm)</p>	
<p>B.1. Principle The liquid's density is determined by electronic measurement of the oscillations of a vibrating U-tube. To perform this measurement, the sample is added to an oscillating system, whose specific oscillation frequency is thus modified by the added mass.</p>	<p>1. Prensiip Sıvının yoğunluğu, titreşen U-tüpünün salınımlarının elektronik ölçümü ile belirlenir. Bu ölçümü gerçekleştirmek için; numune, bir salınım sistemine eklenir. Böylece, sistemin spesifik salınım sıklığı, kütlenin eklenmesi ile değişir.</p>	
<p>B.2. Reagents and materials During the analysis, unless otherwise is stated, use only reagents of recognised analytical grade and water of at least grade 3 as defined in ISO 3696:1987. B.2.1. Acetone (CAS 666-52-4) or absolute alcohol B.2.2. Dry air. B.3. Apparatus and equipment Usual laboratory apparatus and in particular the following: B.3.1. Digital display densimeter Electronic densimeter for performing such measurements must be capable of expressing density in g/ml to 5 decimal places. Note 1: The densimeter should be placed on a perfectly stable stand that is insulated from all vibrations.</p>	<p>3. Araç ve gereçler Genel olarak kullanılan laboratuvar cihazları ve ayrıca aşağıdaki araç gereçler kullanılır: 3.1. Dijital görüntülü dansimetre Bu tür ölçümleri gerçekleştirmek için kullanılan elektronik dansimetre, yoğunluğu 5 ondalıklı olarak g/mL cinsinden ifade edebilmelidir. Not: Dansimetre, tüm titreşimlerden izole edilmiş çok iyi sabitlenmiş bir stand üzerine yerleştirilmelidir.</p>	

<p>B.3.2. Temperature regulation The densimeter's performance is valid only if the measuring cell is connected to a built-in temperature regulator that can achieve the same temperature stability of $\pm 0,02$ °C or better. Note 2: The precise setting and monitoring of the temperature in the measuring cell are very important, for an error of 0,1 °C can lead to a variation in density of the order of 0,1 kg/m³ . B.3.3. Sample injection syringes or auto sampler.</p>	<p>3.2. Sıcaklık düzenlemesi Dansimetrenin performansı, sadece ölçüm hücresi $\pm 0,02$ oC ya da daha hassas sapma ile aynı sıcaklık stabilitesini mümkün kılabilen sabit sıcaklık düzenleyicisine bağlı ise geçerlidir. Not: Ölçüm hücresinde sıcaklığın doğru ayarlanması ve izlenmesi çok önemlidir. 0,1 oC'lik bir hata, yoğunlukta 0,1 kg/m³ (0,0001 g/mL) bir sapmaya neden olabilir. 3.3. Numune enjeksiyon şırıngaları ya da otomatik örnekleyici.</p>	
<p>B.4. Procedure B.4.1. Calibration of the densimeter The apparatus must be calibrated according to the instrument manufacturer's instructions when it is first put into service. It must be recalibrated regularly and checked against a certified reference standard or an internal laboratory reference solution based on a certified reference standard.</p>	<p>4. İşlem 4.1. Dansimetrenin kalibrasyonu Dansimetre ilk kullanımında talimatına göre kalibre edilmelidir. Düzenli olarak tekrar kalibre edilmeli ve sertifikalı referans standarda ya da sertifikalı referans standart bazlı iç laboratuvar referans çözeltisine karşı kontrol edilmelidir.</p>	
<p>B.4.2. Determination of sample density B.4.2.1. If required prior to measurement clean and dry the cell with acetone or absolute alcohol and dry air. Rinse the cell with the sample. B.4.2.2. Inject the sample into the cell (using a syringe or autosampler) so that the cell is completely filled. During the filling operation make sure that all air bubbles are completely eliminated. The sample must be homogeneous and must not contain any solid particles. Any suspended matter should be removed by filtration prior to analysis. B.4.2.3. Once the reading has stabilised, record the density ρ 20 or the alcoholic strength displayed by the densimeter.</p>	<p>4.2. Numune yoğunluğunun belirlenmesi 4.2.1. Ölçüm öncesinde gerekli ise; hücre, aseton ya da mutlak alkol ve kuru hava ile temizlenir ve kurulur. Hücre, numune ile çalkalanır. 4.2.2. Şırınga ya da örnekleyici kullanılarak tamamen dolacak şekilde hücreye numune enjekte edilir. Bu işlem sırasında, hava kabarcıklarının tamamen uzaklaştırıldığından emin olunmalıdır. Numune homojen olmalıdır ve katı partiküller içermemelidir. Analiz öncesinde, herhangi bir partikül filtrasyon gibi işlemlerle uzaklaştırılmalıdır. 4.2.3. Okuma sabitlendikten sonra, yoğunluğu ya da dansimetre ile gösterilen alkol miktarı kaydedilir.</p>	

<p>B.4.3. Result When the density ρ_{20} is used, calculate the real alcoholic strength using the alcoholic strength tables identified below: The table giving the value of the alcoholic strength by volume (% vol) at 20 °C as a function of the density at 20 °C of water-alcohol mixtures is the international table adopted by the International Legal Metrology Organisation in its Recommendation No 22.</p>	<p>4.3. Sonuç ρ_{20} yoğunluğu kullanıldığında, “Alkol Tabloları” yardımıyla gerçek alkol miktarı hesaplanır. Alkol-su karışımlarının 20 °C’de yoğunluğunun fonksiyonu olarak 20 °C’de hacmen (% hacmen) alkol miktarının değerini veren “Alkol Tabloları”, OIML tarafından kabul edilmiş olan uluslararası tablolarıdır (OIML 22 no’lu Tavsiye Kararı, 1975).</p>	
<p>B.5. Method performance characteristics (precision) B.5.1. Statistical results of the interlaboratory test The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures [1] [2]. Year of interlaboratory test 1997 Number of laboratories 16 Number of samples 6</p>	<p>5. Metot performans karakteristikleri (kesinlik) 5.1. Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir. Laboratuvarlararası analiz yılı 1997 Laboratuvar sayısı 16 Numune sayısı 6</p>	

							Numuneler									
							A	B	C	D	E	F				
							Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	11	13	15	16	14	13			
							Sapma gösteren laboratuvar sayısı	2	3	1	-	1	2			
							Kabul edilen sonuç sayısı	22	26	30	32	28	26			
							Ortalama değer (\bar{x}), (% hacmen)	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99			
								26,52			43,10	45,91	63,31			
								*			*	*	*			
							Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) (% hacmen)	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144			
							Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24			
							Tekrar edilebilirlik sınırı (% hacmen) (r)	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40			
							Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R) (% hacmen)	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205			
							Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34			
							Laboratuvarlararası yeniden üretilebilirlik sınırı (% hacmen) (R)	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58			
							Numune türleri									
							A Meyve likörü; split oranı (*)									
							B Brendi; kör tekrarlar									
							C Viski; kör tekrarlar									
							D Grappa; split oranı (*)									
							E Aquavit; split oranı (*)									
							F Rom; split oranı (*)									

Samples	A	B	C	D	E	F
Number of laboratories retained after eliminating outliers	11	13	15	16	14	13
Number of outliers (laboratories)	2	3	1	—	1	2

Samples	A	B	C	D	E	F
Number of accepted results	22	26	30	32	28	26
Mean value (\bar{x}) % vol	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
	26,52 (*)			43,10 (*)	45,91 (*)	63,31 (*)
Repeatability standard deviation (S_r) % vol	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Repeatability limit (r) % vol	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Reproducibility standard deviation (S_R) % vol	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Reproducibility limit (R) % vol	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

Sample types

A Fruit liqueur; split level (*).
B Brandy; blind duplicates.
C Whisky; blind duplicates.
D Grappa; split level (*).
E Aquavit; split level (*).
F Rum; split level (*).

METHOD C: DETERMINATION OF REAL ALCOHOLIC STRENGTH BY VOLUME OF SPIRIT DRINKS — MEASUREMENT BY DENSIMETRY USING HYDROSTATIC BALANCE	Metot C: Distile Alkollü İçkilerin Hacmen Gerçek Alkol Miktarlarının Belirlenmesi – Hidrostatik Terazi Kullanılarak Dansimetre ile Ölçüm	
C.1. Principle The alcoholic strength of spirits can be measured by densimetry using a hydrostatic balance based on Archimedes' principle according to which a body immersed in a liquid receives a vertical upward thrust from the liquid equal to the weight of liquid displaced.	1. PrensiP Distile alkollü içkilerin alkol miktarı Arşimet prensibine (Bir sıvının içine batırılan kütle, içine konduğu sıvının ağırlığına eşit miktarda sıvının yükselmesine sebep olur.) dayanan hidrostatik terazi kullanılarak dansimetre ile ölçülebilir.	
C.2. Reagents and materials During the analysis, unless otherwise is stated, use only reagents of recognised analytical grade and water of at least grade 3 as defined in ISO 3696:1987. C.2.1. Float cleaning solution (sodium hydroxide, 30 % w/v) To prepare 100 ml, weigh 30 g of sodium hydroxide and make up to volume using 96 % volume ethanol.	2. Reaktifler Analizlerde aksi belirtilmedikçe, yalnızca analitik saflıkta çözeltiler ve en az TS EN ISO 3696'da tanımlanan sınıf 3 su kullanılır. - Dansimetre temizleme çözeltisi (sodyum hidroksit, %30 ağırlık/hacim) 100 mL çözelti hazırlamak için; 30 g sodyum hidroksit tartılır ve hacmen % 96'lık etil alkol ile 100 mL'ye tamamlanır.	

<p>C.3. Apparatus and Equipment Usual laboratory apparatus and in particular the following:</p> <p>C.3.1. Single-pan hydrostatic balance with a sensitivity of 1 mg.</p> <p>C.3.2. Float with a volume of at least 20 ml, specially adapted to the balance, suspended with a thread of diameter not exceeding 0,1 mm.</p> <p>C.3.3. Measuring cylinder bearing a level mark. The float must be capable of being contained completely within the volume of the cylinder located below the mark; the surface of the liquid may only be penetrated by the supporting thread. The measuring cylinder must have an internal diameter at least 6 mm larger than that of the float.</p> <p>C.3.4. Thermometer (or temperature-measuring probe) graduated in degrees and tenths of a degree from 10 to 40 °C, calibrated to 0,05 °C.</p> <p>C.3.5. Weights, calibrated by a recognised certifying body.</p> <p>Note 1: Use of a twin-pan balance is also possible; the principle is described in Chapter 1 'Density and specific gravity' of the Annex to Regulation (EEC) No 2676/90 (p. 7).</p>	<p>3. Araç ve gereçler Genel olarak kullanılan laboratuvar cihazları ve ayrıca aşağıdaki araç gereçler kullanılır:</p> <p>3.1. Tek kefeli hidrostatik terazi (1 mg ölçüm hassasiyetinde)</p> <p>3.2. En az 20 mL hacimli dansimetre (teraziye göre özel olarak adapte edilmiş ve çapı 0,1 mm'yi geçmeyen bir iple asılı)</p> <p>3.3. Seviye işareti taşıyan bir ölçü silindiri (Dansimetrenin, işaretin altına yerleştirilmiş silindirin hacmine tamamen sığabilecek durumda olması gerekir. İp yardımıyla dansimetre sıvının içine daldırılır. Ölçü silindirinin iç çapı dansimetrenin çapından en az 6 mm daha geniş olmalıdır.)</p> <p>3.4. Termometre ya da sıcaklık ölçer sonda (10 °C'den 40 °C' ye kadar onarlı olarak derecelenmiş ve 0,05 °C'ye kalibre edilmiş)</p> <p>3.5. Ağırlıklar (yetkili bir sertifikalandırma kuruluşu tarafından kalibre edilmiş)</p> <p>Not: OIV analiz metotlarının "20 °C' de Yoğunluk ve Özgül Ağırlık Analizi" başlıklı (OIV, analiz metotları kılavuzu, 1. Cilt Bölüm-II/Tip 1 Metodu, sayfa 20, 2012) metodunda tarif edilen prensip ile iki kefeli terazi kullanımı da mümkündür.</p>	
<p>C.4. Procedure</p> <p>The float and measuring cylinder must be cleaned between each measurement with distilled water, dried with soft laboratory paper which does not shed fibres and rinsed with the solution whose density is to be determined. Measurements must be made as soon as the apparatus has reached stability so as to restrict alcohol loss by evaporation.</p>	<p>4. İşlem Dansimetre ve ölçü silindiri her ölçüm arasında distile suyla temizlenmeli, yumuşak kurutma kâğıdıyla kurulanmalı ve yoğunluğu belirlenecek çözeltiyle çalkalanmalıdır. Evaporasyon ile alkol kaybını engellemek için düzenek stabil duruma geldikten hemen sonra ölçümler yapılmalıdır.</p>	

<p>C.4.1. Calibration of the balance Although balances usually have an internal calibration system, the hydrostatic balance must be capable of calibration with weights checked by an official certifying body.</p>	<p>4.1. Terazinin kalibrasyonu Her ne kadar terazilerin genelde iç kalibrasyon sistemleri olsa da, hidrostatik terazilerin yetkili bir sertifikalandırma kuruluşu tarafından kontrol edilmiş ağırlıklarla kalibre edilmesi gereklidir.</p>	
<p>C.4.2. Calibration of the float C.4.2.1. Fill the measuring cylinder to the mark with double-distilled water (or water of equivalent purity, e.g. microfiltered water with a conductivity of 18,2 MΩ/cm) at a temperature between 15 and 25 °C but preferably at 20 °C. C.4.2.2. Immerse the float and the thermometer, stir, read off the density of the liquid from the apparatus and, if necessary, correct the reading so that it is equal to that of the water at measurement temperature.</p>	<p>4.2. Dansimetrenin kalibrasyonu 4.2.1. Ölçü silindiri, 15 °C – 25 °C arasındaki, ancak tercihen 20 °C'deki, iki kere distile edilmiş suyla (ya da eşit saflıkta suyla, 18,2 MΩ/cm iletkenliğe sahip mikrofiltre edilmiş su) işarete kadar doldurulur. 4.2.2. Dansimetre ve termometre daldırılır, karıştırılır ve düzendenen sıvının yoğunluğu okunur. Gerekirse ölçüm sıcaklığındaki suyun yoğunluğuna göre yoğunluk düzeltilmesi yapılır.</p>	
<p>C.4.3. Control using a water-alcohol solution C.4.3.1. Fill the measuring cylinder to the mark with a water-alcohol mixture of known strength at a temperature between 15 and 25 °C but preferably at 20 °C. C.4.3.2. Immerse the float and the thermometer, stir, read off the density of the liquid (or the alcoholic strength if this is possible) from the apparatus. The alcoholic strength thus established should be equal to the previously determined alcoholic strength. Note 2: This solution of known alcoholic strength can also be used to calibrate the float instead of double-distilled water.</p>	<p>4.3. Alkol-su çözeltisi kullanılarak yapılan kontrol 4.3.1. Ölçü silindiri, 15 °C - 25 °C arasındaki, ancak tercihen 20 °C'deki, hacmen alkol miktarı bilinen alkol-su karışımı ile işarete kadar doldurulur. 4.3.2. Dansimetre ve termometre daldırılır, karıştırılır ve düzendenen sıvının yoğunluğu (ya da mümkünse alkol miktarı) okunur. Okunan alkol miktarı, daha önceden bilinen alkol miktarına eşit olmalıdır. <i>Not:</i> Dansimetreyi kalibre etmek için iki kere distile edilmiş su yerine alkol miktarı bilinen bu çözelti de kullanılabilir.</p>	

<p>C.4.4. Measurement of the density of a distillate (or of its alcoholic strength if the apparatus allows)</p> <p>C.4.4.1. Pour the test sample into the measuring cylinder up to the graduation mark.</p> <p>C.4.4.2. Immerse the float and the thermometer, stir, read off the density of the liquid (or the alcoholic strength if this is possible) from the apparatus. Note the temperature if the density is measured at t °C (ρ_t).</p> <p>C.4.4.3. Correct ρ_t to 20 using the table of densities ρ_T for water-alcohol mixtures (Table II of Annex II to the OIV's Manual of analysis methods (1994), pp. 17-29).</p>	<p>4.4. Distilatın yoğunluğunun (ya da düzenek olarak sağlıyorsa alkol miktarının) ölçümü</p> <p>4.4.1. Numune, ölçü silindirinin derecelendirme işaretine kadar doldurulur.</p> <p>4.4.2. Dansimetre ve termometre daldırılır, karıştırılır ve düzenden sıvının yoğunluğu (ya da mümkünse alkol miktarı) okunur. Eğer yoğunluk t °C'de ölçüldüyse; ρ_t sıcaklık not edilir.</p> <p>4.4.3. Alkol-su karışımları için ρ_t yoğunlukları tablosu kullanılarak ρ_t, 20°C'ye düzeltilir (OIV, analiz metotları kılavuzu, 1. Cilt Ek-II/Tablo-II, sayfa 11, 2012)</p>	
<p>C.4.5. Cleaning of float and measuring cylinder</p> <p>C.4.5.1. Immerse the float in the float cleaning solution in the measuring cylinder.</p> <p>C.4.5.2. Allow to soak for one hour spinning the float periodically.</p> <p>C.4.5.3. Rinse with copious amounts of tap water followed by distilled water.</p> <p>C.4.5.4. Dry with soft laboratory paper which does not shed fibres.</p> <p>Carry out this procedure when the float is first used and then regularly as required.</p>	<p>4.5. Dansimetrenin ve ölçü silindirinin temizlenmesi</p> <p>4.5.1. Dansimetre, ölçü silindirinin içindeki dansimetre temizleme çözeltisi içine daldırılır.</p> <p>4.5.2. Bir saat boyunca dansimetre düzenli aralıklarla çevrilerek ıslanması sağlanır.</p> <p>4.5.3. Önce bol miktarda musluk suyuyla, daha sonra da distile suyla durulanır.</p> <p>4.5.4. Kurutma kâğıdıyla kurulanır. Bu işlem, dansimetrenin ilk kullanımında ve daha sonra da gerekli sıklıkta gerçekleştirilir.</p>	
<p>C.4.6. Result</p> <p>Using the density ρ_{20} calculate the real alcoholic strength using the alcoholic strength tables identified below.</p> <p>The table giving the value of the alcoholic strength by volume (% vol) at 20 °C as a function of the density at 20 °C of water-alcohol mixtures is the international table adopted by the International Legal Metrology Organisation in its Recommendation No 22.</p>	<p>4.6. Sonuç</p> <p>ρ_{20} yoğunluğu kullanıldığında, “Alkol Tabloları” yardımıyla gerçek alkol miktarı hesaplanır.</p> <p>Alkol-su karışımlarının 20 °C'de yoğunluğunun fonksiyonu olarak 20 °C'de hacmen (% hacmen) alkol miktarının değerini veren “Alkol Tabloları”, OIML tarafından kabul edilmiş olan uluslararası tablolardır (OIML 22 no'lu Tavsiye Kararı, 1975).</p>	

<p>C.5. Method performance characteristics (precision) C.5.1. Statistical results of the interlaboratory test The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures [1] [2]. Year of interlaboratory test 1 997 Number of laboratories 12 Number of samples 6</p>	<p>5. Metot performans karakteristikleri (kesinlik) 5.1. Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir. Laboratuvarlararası analiz yılı 1997 Laboratuvar sayısı 12 Numune sayısı 6</p>	
--	--	--

							Numuneler	A	B	C	D	E	F																																																																																				
							Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	12	10	11	12	11	9																																																																																				
							Sapma gösteren laboratuvar sayısı	-	2	1	-	1	2																																																																																				
							Kabul edilen sonuç sayısı	24	20	22	24	22	18																																																																																				
							Ortalama değer (\bar{x}), (% hacmen)	23,80 26,51*	40,09	40,29	39,26 43,09*	42,38 45,89*	57,16 63,44*																																																																																				
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Samples</th> <th>A</th> <th>B</th> <th>C</th> <th>D</th> <th>E</th> <th>F</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Number of laboratories retained after eliminating outliers</td> <td>12</td> <td>10</td> <td>11</td> <td>12</td> <td>11</td> <td>9</td> </tr> <tr> <td>Number of outliers (laboratories)</td> <td>—</td> <td>2</td> <td>1</td> <td>—</td> <td>1</td> <td>2</td> </tr> <tr> <td>Number of accepted results</td> <td>24</td> <td>20</td> <td>22</td> <td>24</td> <td>22</td> <td>18</td> </tr> <tr> <td>Mean value (\bar{x}) % vol</td> <td>23,80 26,51 (*)</td> <td>40,09</td> <td>40,29</td> <td>39,26 43,09 (*)</td> <td>42,38 45,89 (*)</td> <td>57,16 63,44 (*)</td> </tr> <tr> <td>Repeatability standard deviation (S_r) % vol</td> <td>0,048</td> <td>0,065</td> <td>0,042</td> <td>0,099</td> <td>0,094</td> <td>0,106</td> </tr> <tr> <td>Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)</td> <td>0,19</td> <td>0,16</td> <td>0,10</td> <td>0,24</td> <td>0,21</td> <td>0,18</td> </tr> <tr> <td>Repeatability limit (r) % vol</td> <td>0,13</td> <td>0,18</td> <td>0,12</td> <td>0,28</td> <td>0,26</td> <td>0,30</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility standard deviation (S_R) % vol</td> <td>0,060</td> <td>0,076</td> <td>0,073</td> <td>0,118</td> <td>0,103</td> <td>0,125</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)</td> <td>0,24</td> <td>0,19</td> <td>0,18</td> <td>0,29</td> <td>0,23</td> <td>0,21</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility limit (R) % vol</td> <td>0,17</td> <td>0,21</td> <td>0,20</td> <td>0,33</td> <td>0,29</td> <td>0,35</td> </tr> </tbody> </table>							Samples	A	B	C	D	E	F	Number of laboratories retained after eliminating outliers	12	10	11	12	11	9	Number of outliers (laboratories)	—	2	1	—	1	2	Number of accepted results	24	20	22	24	22	18	Mean value (\bar{x}) % vol	23,80 26,51 (*)	40,09	40,29	39,26 43,09 (*)	42,38 45,89 (*)	57,16 63,44 (*)	Repeatability standard deviation (S_r) % vol	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106	Repeatability relative standard deviation (RSD _r) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18	Repeatability limit (r) % vol	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30	Reproducibility standard deviation (S_R) % vol	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125	Reproducibility relative standard deviation (RSD _R) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21	Reproducibility limit (R) % vol	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35								Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) (% hacmen)	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Samples	A	B	C	D	E	F																																																																																											
Number of laboratories retained after eliminating outliers	12	10	11	12	11	9																																																																																											
Number of outliers (laboratories)	—	2	1	—	1	2																																																																																											
Number of accepted results	24	20	22	24	22	18																																																																																											
Mean value (\bar{x}) % vol	23,80 26,51 (*)	40,09	40,29	39,26 43,09 (*)	42,38 45,89 (*)	57,16 63,44 (*)																																																																																											
Repeatability standard deviation (S_r) % vol	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106																																																																																											
Repeatability relative standard deviation (RSD _r) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18																																																																																											
Repeatability limit (r) % vol	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30																																																																																											
Reproducibility standard deviation (S_R) % vol	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125																																																																																											
Reproducibility relative standard deviation (RSD _R) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21																																																																																											
Reproducibility limit (R) % vol	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35																																																																																											
							Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD _r) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18																																																																																				
							Tekrar edilebilirlik sınırı (% hacmen) (r)	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30																																																																																				
							Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R) (% hacmen)	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125																																																																																				
							Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD _R) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21																																																																																				
							Laboratuvarlararası yeniden üretilebilirlik sınırı (% hacmen) (R)	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35																																																																																				
							Numune türleri A Meyve likörü; split oranı (*) B Brendi; kör tekrarlar C Viski; kör tekrarlar D Grappa; split oranı (*) E Aquavit; split oranı (*) F Rom; split oranı (*)																																																																																										

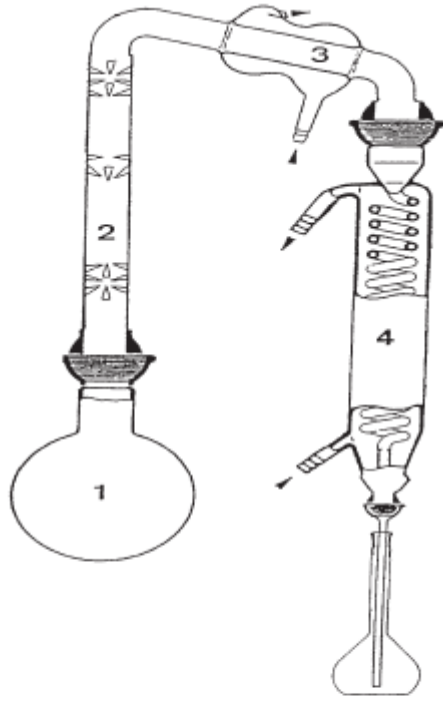
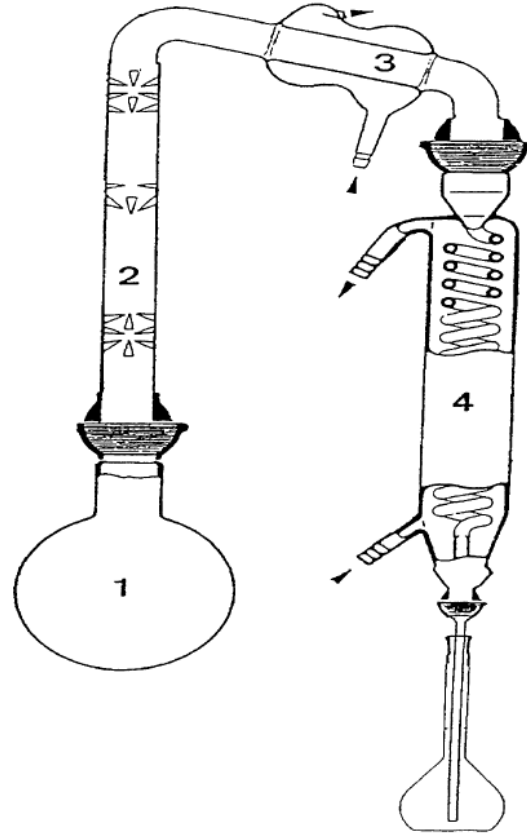


Figure 1. Distillation apparatus for measuring the real alcoholic strength by volume of spirits

1. 1-litre round-bottomed flask with standardised spherical ground-glass joint.
2. 20-cm Vigreux rectifying column.
3. 10-cm straight-rimmed West condenser.
4. 40-cm cooling coil.



Şekil 1. Distile alkollü içkilerin hacmen gerçek alkol miktarının ölçülmesi için kullanılan distilasyon düzeneği

1. Küresel şifli, tabanı yuvarlak bir litrelik balon
2. Vigreux rektifiye kolonu, 20 cm
3. Düz çerçevesi West yoğuşturucu, 10 cm
4. Geri soğutucu, 40 cm

II. DETERMINATION OF TOTAL DRY EXTRACT OF SPIRIT DRINKS BY GRAVIMETRY

Ek-2
GRAVİMETRİK METOTLA TOPLAM KURU
MADDENİN BELİRLENMESİ

<p>1. Scope</p> <p>Regulation (EEC) No 1576/89 provides for this method only for aquavit for which the dry extract is limited to 15 g/l.</p>	<p>1. Kapsam</p> <p>Bu metot, yalnızca Distile Alkollü İçkiler Tebliği'nde geçen 15 g/L ile sınırlı kuru madde içeren "akvavit" veya "aquavit"ler için kullanılır.</p>	
<p>2. Normative References</p> <p>ISO 3696:1987: Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.</p> <p>3. Definition</p> <p>The total dry extract or total dry matter includes all matter that is non- volatile under specified physical conditions.</p>	<p>2. Tanım</p> <p>Toplam kuru madde, belirli fiziksel koşullar altında uçucu olmayan bütün maddeleri içerir.</p> <p>Analizlerde kullanılacak su, TS EN ISO 3696'da tanımlanmıştır.</p>	
<p>4. Principle</p> <p>Weighing of the residue left by evaporation of the spirit on a boiling water bath and drying in a drying oven.</p>	<p>3. Prensi</p> <p>Gravimetrik yolla gerçekleştirilen bu metodun prensibi, kaynayan su banyosunda distile alkollü içkinin evaporasyonu ve etüvde kurutulması ile ayrılan kalıntıların tartımına dayanır.</p>	
<p>5. Apparatus and Equipment</p> <p>5.1. Flat-bottomed cylindrical evaporating dish 55 mm in diameter.</p> <p>5.2. Boiling water bath.</p> <p>5.3. 25 ml pipette, class A.</p> <p>5.4. Drying oven.</p> <p>5.5. Desiccator.</p> <p>5.6. Analytical balance accurate to 0,1 mg.</p>	<p>4. Araç ve gereçler</p> <p>4.1. Silindirik evaporasyon kabı: Düz tabanlı, 55 mm çapına sahip</p> <p>4.2. Kaynar su banyosu</p> <p>4.3. Pipet: A sınıfı 25 mL'lik</p> <p>4.4. Etüv</p> <p>4.5. Desikatör</p> <p>4.6. Analitik terazi: 0,1 mg hassasiyetinde</p>	
<p>6. Sampling and samples</p> <p>Samples are stored at room temperature prior to analysis.</p>	<p>5. Numuneler</p> <p>Numuneler analiz öncesi oda sıcaklığında saklanır.</p>	

<p>7. Procedure</p> <p>7.1. Pipette 25 ml of the spirit containing less than 15 g/l dry matter into a previously weighed flat-bottomed cylindrical evaporating dish 55 mm in diameter. During the first hour of evaporation the evaporating dish is placed on the lid of a boiling water bath so that the liquid will not boil, as this could lead to losses through splattering. Leave one more hour directly in contact with the steam of the boiling water bath.</p> <p>7.2. Complete the drying by placing the evaporating dish in a drying oven at $105 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$ for two hours. Allow the evaporating dish to cool in a desiccator and weigh the evaporating dish and its contents.</p>	<p>6. İşlem</p> <p>6.1. Önceden tartılmış evaporasyon kabına kuru madde miktarı 15 g/L'den az olan numuneden 25 mL aktarılır. Evaporasyonun birinci saati sırasında, sıçramalar nedeniyle kayıplar olabileceği için sıvının kaynamaması için evaporasyon kabı kaynar su banyosunun kapağının üzerine yerleştirilir. Bir saat daha kaynar su banyosunun buharı ile doğrudan temasa bırakılır.</p> <p>6.2. Evaporasyon kabı daha sonra $105 \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$'de 2 saat etüvde tamamen kurutulur. Evaporasyon kabı desikatörde soğumaya bırakılır ve içeriği ile birlikte kap tartılır.</p>	
<p>8. Calculation</p> <p>The mass of the residue multiplied by 40 is equal to the dry extract contained in the spirit and it must be expressed in g/l to one decimal place.</p>	<p>7. Hesaplama</p> <p>Kalıntının kütlesi 40 ile çarpıldığında, distile alkollü içkideki kuru madde miktarına eşittir ve g/L cinsinden tek ondalıklı olarak ifade edilir.</p>	
<p>9. Method performance characteristics (precision)</p> <p>9.1. Statistical results of the interlaboratory test</p> <p>The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures [1] [2].</p> <p>Year of interlaboratory test 1 997</p> <p>Number of laboratories 10</p> <p>Number of samples 4</p>	<p>8. Metot performans karakteristikleri (kesinlik)</p> <p>8.1. Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları</p> <p>Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir.</p> <p>Laboratuvarlararası analiz yılı 1997</p> <p>Laboratuvar sayısı 10</p> <p>Numune sayısı 4</p>	

					Numuneler																																																										
					A	B	C	D																																																							
					Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	9	9	8	9																																																						
					Sapma gösteren laboratuvar sayısı	1	1	2	-																																																						
					Kabul edilen sonuç sayısı	18	18	16	18																																																						
					Ortalama değer (\bar{x}), (% hacmen)	9,0	9,1 7,8	10,0 9,4	11,8 11,1																																																						
					Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) (% hacmen)	0,075	0,441	0,028	0,123																																																						
					Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1																																																						
					Tekrar edilebilirlik sınırı (% hacmen) (r)	0,2	1,2	0,1	0,3																																																						
					Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R) (%hacmen)	0,148	0,451	0,058	0,210																																																						
					Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8																																																						
					Laboratuvarlar arası yeniden üretilebilirlik sınırı (% hacmen) (R)	0,4	1,3	0,2	0,6																																																						
					Numune türleri A Brendi; kör tekrarlar B Rom; split oranı C Grappa; split oranı D Aquavit; split oranı																																																										
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Samples</th> <th>A</th> <th>B</th> <th>C</th> <th>D</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Number of laboratories retained after eliminating outliers</td> <td>9</td> <td>9</td> <td>8</td> <td>9</td> </tr> <tr> <td>Number of outliers (laboratories)</td> <td>1</td> <td>1</td> <td>2</td> <td>—</td> </tr> <tr> <td>Number of accepted results</td> <td>18</td> <td>18</td> <td>16</td> <td>18</td> </tr> <tr> <td>Mean value (\bar{x}) g/l</td> <td>9,0</td> <td>9,1 7,8</td> <td>10,0 9,4</td> <td>11,8 11,1</td> </tr> <tr> <td>Repeatabilities standard deviation (S_r) g/l</td> <td>0,075</td> <td>0,441</td> <td>0,028</td> <td>0,123</td> </tr> <tr> <td>Repeatabilities relative standard deviation (RSD_r) (%)</td> <td>0,8</td> <td>5,2</td> <td>0,3</td> <td>1,1</td> </tr> <tr> <td>Repeatabilities limit (r) g/l</td> <td>0,2</td> <td>1,2</td> <td>0,1</td> <td>0,3</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility standard deviation (S_R) g/l</td> <td>0,148</td> <td>0,451</td> <td>0,058</td> <td>0,210</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)</td> <td>1,6</td> <td>5,3</td> <td>0,6</td> <td>1,8</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility limit (R) g/l</td> <td>0,4</td> <td>1,3</td> <td>0,2</td> <td>0,6</td> </tr> </tbody> </table> <p>Sample types: A Brandy; blind duplications. B Rum; split levels. C Grappa; split levels. D Aquavit; split levels.</p>					Samples	A	B	C	D	Number of laboratories retained after eliminating outliers	9	9	8	9	Number of outliers (laboratories)	1	1	2	—	Number of accepted results	18	18	16	18	Mean value (\bar{x}) g/l	9,0	9,1 7,8	10,0 9,4	11,8 11,1	Repeatabilities standard deviation (S_r) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123	Repeatabilities relative standard deviation (RSD_r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1	Repeatabilities limit (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3	Reproducibility standard deviation (S_R) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210	Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8	Reproducibility limit (R) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6	<p style="text-align: center;">Ek-3</p> <p style="text-align: center;">DİSTİLE ALKOLLÜ İÇKİLERİN METİL ALKOL VE UÇUCU BİLEŞİKLERİNİN BELİRLENMESİ</p>			
Samples	A	B	C	D																																																											
Number of laboratories retained after eliminating outliers	9	9	8	9																																																											
Number of outliers (laboratories)	1	1	2	—																																																											
Number of accepted results	18	18	16	18																																																											
Mean value (\bar{x}) g/l	9,0	9,1 7,8	10,0 9,4	11,8 11,1																																																											
Repeatabilities standard deviation (S_r) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123																																																											
Repeatabilities relative standard deviation (RSD_r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1																																																											
Repeatabilities limit (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3																																																											
Reproducibility standard deviation (S_R) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210																																																											
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8																																																											
Reproducibility limit (R) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6																																																											
<p>III. DETERMINATION OF VOLATILE SUBSTANCES AND METHANOL OF SPIRIT DRINKS</p> <p>III.1. GENERAL REMARKS</p>																																																															

<p>1. Definitions Regulation (EEC) No 1576/89 sets minimum levels of volatile compounds other than ethanol and methanol for a series of spirit drinks (rum, spirits of viticultural origin, fruit spirits, etc.). For this series of drinks only, these levels are conventionally considered to be equivalent to the sum of the concentrations of:</p> <ol style="list-style-type: none">1. volatile acids expressed as acetic acid;2. aldehydes expressed as ethanal by the sum of ethanal (acetaldehyde) and the ethanal fraction contained in 1,1-diethoxyethane (acetal);3. the following higher alcohols: propan-1-ol, butan-1-ol, butan-2-ol, 2- methylpropan-1-ol, assayed by individual alcohol and 2-methylbutan- 1-ol, and 3- methylbutan-1-ol assayed as individual alcohol or the sum of the two;4. ethyl acetate. <p>The following are the conventional methods for measuring volatile compounds:</p> <ul style="list-style-type: none">— the volatile acids by means of volatile acidity,— the aldehydes (ethanal and acetal), ethyl acetate and the alcohols by means of gas chromatography (GPC).	<p>1. Genel hükümler 1.1.Tanımlar</p> <p>Distile alkollü içkilerde etil alkol ve metil alkol dışındaki toplam uçucu bileşiklerin minimum miktarları Distile Alkollü İçkiler Tebliği'nde belirtilmiştir. Bu içkilerde toplam uçucu miktarı uçucu asitler, aldehytler, esterler ve yüksek alkollerin miktarlarının toplanmasıyla bulunur. Burada;</p> <ol style="list-style-type: none">i) Uçucu asitler; asetik asit cinsinden ifade edilir.ii) Aldehytler; asetaldehit (etanal) ve asetal (1,1-dietoksietan)'in toplamı olarak asetaldehit cinsinden ifade edilir.iii) Yüksek alkoller; n-propanol, 2-bütanol (sekbütanol), izobütanol (2-metil-1-propanol), n-bütanol, aktif amil alkol (2-metil-1-bütanol) ve izoamil alkol (3-metil-1-bütanol) toplamı olarak izobütanol cinsinden ifade edilir. Amil alkoller; aktif amil alkol ve izoamil alkol'ün toplamı olarak verilebilir.iv) Esterler; etil asetat (etiletanoat) ve metil asetatın toplamı olarak etil asetat cinsinden ifade edilir. <p>Uçucu bileşiklerin analizi için uygulanan metotlar</p> <ol style="list-style-type: none">a) Uçar asit tayinib) GC metodu ile aldehit (etanal ve asetal), etil asetat ve yüksek alkollerin tayini	
---	--	--

<p>2. Gas chromatographic analysis of volatile compounds</p> <p>Gas chromatographic assays of volatile compounds other than those set out above may prove particularly interesting as a means of determining both the origin of the raw material used in the distillation and the actual conditions of distillation.</p> <p>Some spirits contain other volatile components, such as aromatic compounds, which are characteristic of the raw materials used to obtain the alcohol, of the aroma of the spirit drink and of the special features of the preparation of the spirit. These compounds are important for evaluating the requirements set out in Regulation (EEC) No 1576/89.</p>	<p>1.2.Uçucu bileşiklerin GC ile analizi</p> <p>Yukarıda bahsedilenlerin haricindeki diğer uçucu bileşiklerin GC ile çalışılması, aynı zamanda distilasyonda kullanılan hammaddenin kaynağının belirlenmesinde ve distilasyon koşullarının saptanmasında kullanılabilir.</p> <p>Bazı distile alkollü içkiler, aromatik bileşikler gibi diğer uçucu bileşikleri içerir. Bu aromatik bileşikler; hazırlanan distile alkollü içkilerin hazırlanmasının özel şartları, distile alkollü içkilerin aromasının ve alkol eldesinde kullanılan ham maddenin karakteristiğini yansıtır. Bu bileşikler, Distile İçkiler Alkollü Tebliği'nde belirtilen hükümlerin değerlendirilmesinde önemlidir.</p>	
<p>III.2. GAS CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF VOLATILE CONGENERS: ALDEHYDES, HIGHER ALCOHOLS, ETHYL ACETATE AND METHANOL</p>	<p>2. Aldehitler, yüksek alkoller, etil asetat ve metil alkolün GC ile analizi:</p>	
<p>1. Scope</p> <p>This method is suitable for use for the determination of 1,1-diethoxyethane (acetal), 2-methylbutan-1-ol (active amyl alcohol), 3-methylbutan-1-ol (isoamyl alcohol), methanol (methyl alcohol), ethyl ethanoate (ethyl acetate), butan-1-ol (n-butanol), butan-2-ol (sec-butanol), 2-methylpropan-1-ol (isobutyl alcohol), propan-1-ol (n- propanol) and ethanal (acetaldehyde) in spirit drinks using gas chromatography. The method uses an internal standard, for example pentan-3-ol. The concentrations of the analytes are expressed as grams per 100 litres of absolute alcohol; the alcoholic strength of the product must be determined prior to analysis. The spirit drinks that can be analysed using this method include whisky, brandy, rum, wine spirit, fruit spirit and grape marc spirit.</p>	<p>2.1. Kapsam</p> <p>Bu metot, GC ile distile alkollü içkilerde bulunan aktif amil alkol, izoamil alkol, metil alkol (metanol), etil asetat, n-bütanol, 2-bütanol, izobütil alkol, n-propanol ve asetaldehitin belirlenmesi için uygundur. Metotta 3-pentanol gibi bir iç standart kullanılır. Analitlerin konsantrasyonu; mutlak alkolün (hacmen % 100 alkolde) 100 litresinde gram olarak ifade edilir. Bunun için numunedeki hacmen alkol miktarının önceden belirlenmesi gerekir.</p>	

<p>2. Normative References ISO 3696:1987: Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.</p> <p>3. Definition Congeners are volatile substances formed along with ethanol during fermentation, distillation and maturation of spirit drinks.</p>	<p>2.2. Tanım İçeriği oluşturan bu maddeler; distile alkollü içkilerde, fermentasyon, distilasyon ve olgunlaştırma sırasında etil alkol ile birlikte oluşan uçucu bileşiklerdir. Analizlerde kullanılacak su, TS EN ISO 3696'da tanımlanmıştır.</p>	
<p>4. Principle Congeners in spirit drinks are determined by direct injection of the spirit drink, or appropriately diluted spirit drink, into a gas chromatography (GC) system. A suitable internal standard is added to the spirit drink prior to injection. The congeners are separated by temperature programming on a suitable column and are detected using a flame ionisation detector (FID). The concentration of each congener is determined with respect to the internal standard from response factors, which are obtained during calibration under the same chromatographic conditions as those of the spirit drink analysis.</p>	<p>2.3. PrensiP Distile alkollü içki numunesi GC'ye doğrudan enjekte edilerek (veya seyreltikten sonra) uçucu bileşikler belirlenir. Enjeksiyondan önce numune içerisine uygun bir iç standart (örneğin 3-pentanol) ilave edilir ve uçucu bileşikler uygun bir kolon ve sıcaklık programıyla birbirinden ayrılır ve alev iyonlaşma dedektöründe (FID) tespit edilir. Her bir uçucu bileşiğin konsantrasyonu, analiz edilen distile alkollü içki ile aynı kromatografik koşullarda kalibrasyonla elde edilen tepki faktörleri de dikkate alınarak hesaplanır.</p>	
<p>5. Reagents and materials Unless otherwise stated, use only reagents of a purity greater than 97 %, purchased from an ISO-accredited supplier with a certificate of purity, free from other congeners at test dilution (this may be confirmed by injection of individual congener standards at the test dilution using GC conditions as in 6.4) and only water of at least grade 3 as defined in ISO 3696. Acetal and acetaldehyde must be stored in the dark at < 5 °C, all other reagents may be stored at room temperature.</p>	<p>2.4. Reaktifler ve materyaller Aksi belirtilmedikçe yalnızca en az % 97 saflıkta çözeltiler olmalıdır. Asetaldehit ve asetal buzdolabında 5 °C'nin altında karanlıkta saklanmalıdır. Diğer kimyasal maddeler ise oda sıcaklığında saklanabilir. Tüm çözeltilerin hazırlanmasında ve GC analizlerinde ultra saf su (18,2 MΩ/cm iletkenliğe sahip mikrofiltre edilmiş su) kullanılır.</p>	

<p>5.1. Ethanol absolute (CAS 64-17-5). 5.2. Methanol (CAS 67-56-1). 5.3. Propan-1-ol (CAS 71-23-8). 5.4. 2-methylpropan-1-ol (CAS 78-33-1). 5.5. Acceptable internal standards: pentan-3-ol (CAS 584-02-1), pentan-1-ol (CAS 71-41-0), 4-methylpentan-1-ol (CAS 626-89-1) or methyl nonanoate (CAS 1731-84-6). 5.6. 2-methylbutan-1-ol (CAS 137-32-6). 5.7. 3-methylbutan-1-ol (CAS 123-51-3). 5.8. Ethyl acetate (CAS 141-78-6). 5.9. Butan-1-ol (CAS 71-36-3). 5.10. Butan-2-ol (CAS 78-92-2). 5.11. Acetaldehyde (CAS 75-07-0). 5.12. Acetal (CAS 105-57-7). 5.13. 40 % v/v ethanol solution To prepare 400 ml/l ethanol solution pour 400 ml ethanol (5.1) into a 1- litre volumetric flask, make up to volume with distilled water and mix.</p>	<p>2.4.1. Mutlak (susuz) etil alkol (CAS 64-17-5) 2.4.2. Metil alkol (CAS 67-56-1) 2.4.3. Propan-1-ol (CAS 71-23-8) 2.4.4. 2-metilpropan-1-ol (CAS 78-33-1) 2.4.5. Uygun iç standartlar; pentan-3-ol (CAS 584-02-1), pentan-1-ol (CAS 71-41-0), 4-metilpentan-1-ol (CAS 626-89-1) veya metil nonanoat (CAS 1731-84-6) 2.4.6. 2-metilbütan-1-ol (CAS 137-32-6) 2.4.7. 3-metilbütan-1-ol (CAS 123-51-3) 2.4.8. Etil asetat (CAS 141-78-6) 2.4.9. Bütan-1-ol (CAS 71-36-3) 2.4.10. Bütan-2-ol (CAS 78-92-2) 2.4.11. Asetaldehit (CAS 75-07-0) 2.4.12. Asetal (CAS 105-57-7) 2.4.13. Hacmen % 40’lık etil alkol çözeltisi (Bundan sonra sadece “etil alkol çözeltisi” olarak ifade edilecektir.) 1 litrelik balon jöjeye 400 mL mutlak etil alkol alınır. Distile su ile 1 litreye tamamlanır ve karıştırılır.</p>	
<p>5.14. Preparation and storage of standard solutions (procedure used for the validated method). All standard solutions must be stored at < 5 °C and be prepared freshly on a monthly basis. Masses of components and solutions should be recorded to the nearest 0,1 mg. 5.14.1. Standard solution — A Pipette the following reagents into a 100-ml volumetric flask, containing approximately 60-ml ethanol solution (5.13) to minimise component evaporation, make up to volume with ethanol solution (5.13) and mix thoroughly. Record the weight of the flask, each component added and the total final weight of contents.</p>	<p>2.4.14. Standart çözeltilerin hazırlanması ve saklanması (Geçerli kılınmış metot için kullanılan prosedür): Tüm standart çözeltiler buzdolabında 5 °C’nin altında saklanmalıdır ve her ay tekrar hazırlanmalıdır. Bileşen ve çözeltilerin kütleleri, 0,1 mg hassasiyette kayıt edilmiş olmalıdır. 2.4.14.1. Standart çözelti - A 100 mL’lik balon jöje içerisine, bileşen evaporasyonunu önlemek için 60 mL etil alkol çözeltisi ilave edilir ve üzerine aşağıdaki reaktiflerden 3’er mL konulur ve etil alkol çözeltisiyle 100 mL’ye tamamlanarak iyice karıştırılır. Balonun darası, ilave edilen her bir bileşiğin ağırlığı ve son ağırlık kaydedilir.</p>	

		Bileşen	Hacim (mL)																							
		Metil alkol (2.4.2)	3,0																							
		Propan-1-ol (2.4.3)	3,0																							
		2-metilpropan-1-ol (2.4.4)	3,0																							
		2-metilbütan-1-ol (2.4.6)	3,0																							
		3-metilbütan-1-ol (2.4.7)	3,0																							
		Etil asetat (2.4.8)	3,0																							
		Bütan-1-ol (2.4.9)	3,0																							
		Bütan-2-ol (2.4.10)	3,0																							
		Asetaldehit (2.4.11)	3,0																							
		Asetal (2.4.12)	3,0																							
		<i>Not:</i> Evaporasyonla oluşan kaybı en aza indirmek için, asetal ve asetaldehit en son ilave edilir.																								
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Component</th> <th>Volume (ml)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Methanol (5.2)</td> <td>3,0</td> </tr> <tr> <td>Propan-1-ol (5.3)</td> <td>3,0</td> </tr> <tr> <td>2-methylpropan-1-ol (5.4)</td> <td>3,0</td> </tr> <tr> <td>2-methylbutan-1-ol (5.6)</td> <td>3,0</td> </tr> <tr> <td>3-methylbutan-1-ol (5.7)</td> <td>3,0</td> </tr> <tr> <td>Ethyl acetate (5.8)</td> <td>3,0</td> </tr> <tr> <td>Butan-1-ol (5.9)</td> <td>3,0</td> </tr> <tr> <td>Butan-2-ol (5.10)</td> <td>3,0</td> </tr> <tr> <td>Acetaldehyde (5.11)</td> <td>3,0</td> </tr> <tr> <td>Acetal (5.12)</td> <td>3,0</td> </tr> </tbody> </table> <p>Note 1: It is preferable to add acetal and acetaldehyde last in order to minimise losses through evaporation.</p>		Component	Volume (ml)	Methanol (5.2)	3,0	Propan-1-ol (5.3)	3,0	2-methylpropan-1-ol (5.4)	3,0	2-methylbutan-1-ol (5.6)	3,0	3-methylbutan-1-ol (5.7)	3,0	Ethyl acetate (5.8)	3,0	Butan-1-ol (5.9)	3,0	Butan-2-ol (5.10)	3,0	Acetaldehyde (5.11)	3,0	Acetal (5.12)	3,0			
Component	Volume (ml)																									
Methanol (5.2)	3,0																									
Propan-1-ol (5.3)	3,0																									
2-methylpropan-1-ol (5.4)	3,0																									
2-methylbutan-1-ol (5.6)	3,0																									
3-methylbutan-1-ol (5.7)	3,0																									
Ethyl acetate (5.8)	3,0																									
Butan-1-ol (5.9)	3,0																									
Butan-2-ol (5.10)	3,0																									
Acetaldehyde (5.11)	3,0																									
Acetal (5.12)	3,0																									
<p>5.14.2. Standard solution — B</p> <p>Pipette 3 ml of pentan-3-ol, or other suitable internal standard, (5.5) into a 100-ml volumetric flask, containing approximately 80 ml ethanol solution (5.13), make up to volume with ethanol solution (5.13) and mix thoroughly.</p> <p>Record the weight of the flask, the weight of pentan-3-ol or other internal standard added and the total final weight of contents.</p>	<p>2.4.14.2. Standart çözelti - B</p> <p>100 mL balon joje içerisine 80 mL etil alkol çözeltisi ilave edilir ve üzerine iç standart olarak kullanılacak 3 mL pentan-3-ol veya başka bir uygun iç standart ilave edilir. Etil alkol çözeltisiyle 100 mL'ye tamamlanır ve iyice karıştırılır. Balonun darası, ilave edilen pentan-3-ol (veya başka bir iç standart)'ün ağırlığı ve son ağırlık kaydedilir.</p>																									
<p>5.14.3. Standard solution — C</p> <p>Pipette 1 ml solution A (5.14.1) and 1 ml solution B (5.14.2) into a 100- ml volumetric flask containing approximately 80 ml ethanol solution (5.13), make up to volume with ethanol solution (5.13) and mix thoroughly.</p> <p>Record the weight of the flask, each component added and the total final weight of contents.</p>	<p>2.4.14.3. Standart çözelti - C</p> <p>100 mL'lik balona 80 mL etil alkol çözeltisi alınır ve üzerine 1 mL Standart çözelti – A (2.4.14.1) ve 1 mL Standart çözelti – B (2.4.14.2) ilave edilir. Etil alkol çözeltisiyle 100 mL'ye tamamlanır ve iyice karıştırılır. Balonun darası, ilave edilen her çözeltinin ağırlığı ve son ağırlık kaydedilir.</p>																									

<p>5.14.4. Standard solution — D</p> <p>In order to maintain analytical continuity, prepare a quality control standard using the previously prepared standard A (5.14.1). Pipette 1 ml solution A (5.14.1) into a 100-ml volumetric flask containing approximately 80 ml ethanol solution (5.13), make up to volume with ethanol solution (5.13) and mix thoroughly.</p> <p>Record the weight of the flask, each component added and the total final weight of contents.</p>	<p>2.4.14.4. Standart çözelti - D</p> <p>Analizlerde sürekliliği sağlamak için, önceden hazırlanmış Standart çözelti – A (2.4.14.1) kullanılarak bir kalite kontrol standart çözeltisi hazırlanır. 100 mL’lik balona 80 mL etil alkol çözeltisi alınır ve üzerine 1 mL Standart çözelti – A’dan ilave edilir. Etil alkol çözeltisiyle 100 mL’ye tamamlanır ve iyice karıştırılır. Balonun darası, ilave edilen her bileşenin ağırlığı ve son ağırlık kaydedilir.</p>	
<p>5.14.5. Standard solution — E</p> <p>Pipette 10 ml solution B (5.14.2) into a 100-ml volumetric flask containing approximately 80 ml ethanol solution (5.13), make up to volume with ethanol solution (5.13) and mix thoroughly.</p> <p>Record the weight of the flask, each component added and the total final weight of contents.</p>	<p>2.4.14.5. Standart çözelti - E</p> <p>100 mL’lik balon joje içerisine 80 mL etil alkol çözeltisi ilave edilir ve üzerine 10 mL Standart çözelti - B (2.4.14.2) konulur. Etil alkol çözeltisiyle 100 mL’ye tamamlanır ve iyice karıştırılır. Balonun darası, ilave edilen her bileşenin ağırlığı ve son ağırlık kaydedilir.</p>	
<p>5.14.6. Standard solutions used to check the linearity of response of FID</p> <p>Into separate 100-ml volumetric flasks, containing approximately 80 ml ethanol (5.13), pipette 0, 0,1, 0,5, 1,0, 2,0 ml solution A (5.14.1) and 1 ml solution B (5.14.2), make up to volume with ethanol solution (5.13) and mix thoroughly.</p> <p>Record the weight of the flask, each component added and the total final weight of contents.</p>	<p>2.4.14.6. FID’in tepki doğrusallığını kontrol etmek için kullanılan standart çözeltiler</p> <p>Beş ayrı 100 mL’lik balona 80 mL etil alkol çözeltisi ilave edildikten sonra her bir balona 0 - 0,1 - 0,5 – 1,0 ve 2,0 mL Standart çözelti – A (2.4.14.1) ve 1 mL Standart çözelti – B (2.4.14.2) ilave edilir. Etil alkol çözeltisiyle 100 mL’ye tamamlanır ve iyice karıştırılır. Balonun darası, ilave edilen her bileşenin ağırlığı ve son ağırlık kaydedilir.</p>	
<p>5.14.7. QC standard solution</p> <p>Pipette 9 ml standard solution D (5.14.4) and 1 ml of standard solution E (5.14.5) into a weighing vessel and mix thoroughly.</p> <p>Record the weight of the flask, each component added and the total final weight of contents.</p>	<p>2.4.14.7. Kalite kontrol standart çözeltisi</p> <p>Bir tartı kabı içerisine pipetle Standart çözelti – D (2.4.14.4)’den 9 mL ve üzerine Standart çözelti – E (2.4.14.5)’den 1 mL alınır ve iyice karıştırılır. Kabın darası, ilave edilen her bileşenin ağırlığı ve son ağırlık kaydedilir.</p>	

<p>6. Apparatus and equipment</p> <p>6.1. Apparatus capable of measuring the density and alcoholic strength.</p> <p>6.2. Analytical balance, capable of measuring to four decimal places.</p> <p>6.3. A temperature programmed gas chromatograph fitted with a flame ionisation detector and integrator or other data handling system capable of measuring peak areas or peak heights.</p>	<p>2.5. Araç ve gereçler</p> <p>2.5.1. Yoğunluk ve hacmen alkol miktarını ölçmeye yarayan cihazlar</p> <p>2.5.2. Analitik terazi (4 ondalıklı hassasiyette tartım yapabilen)</p> <p>2.5.3. GC-FID'a bağlı, fırın sıcaklığı programlanabilen, pik alanını veya yüksekliğini ölçebilen bilgisayar programına sahip.</p>	
<p>6.4. Gas chromatographic column(s), capable of separating the analytes such that the minimum resolution between the individual components (other than 2-methylbutan-1-ol and 3-methylbutan-1-ol) is at least 1.3.</p> <p>Note 2: The following columns and GC conditions are suitable examples:</p> <p>1. A retention gap 1 m × 0,32 mm i.d. connected to a CP- WAX 57 CB column 50 m × 0,32 mm i.d. 0,2 µm film thickness (stabilised polyethylene glycol) followed by a Carbowax 400 column 50 m × 0,32 mm i.d. 0,2 µm film thickness. (Columns are connected using press-fit connectors.)</p> <p>Carrier gas and pressure: Helium (135 kPa)</p> <p>Column temperature: 35 °C for 17 min., 35 to 70 °C at 12 °C/min., hold at 70 °C for 25 min.</p> <p>Injector temperature: 150 °C</p> <p>Detector temperature: 250 °C</p> <p>Injection volume: 1 µL, split 20 to 100:1</p>	<p>2.5.4. En azından Madde 1.1.'in (iii) bendinde belirtilen analitleri (2-metilbütan-1-ol ve 3-metilbütan-1-ol hariç) birbirinden ayırabilen GC kolonu.</p> <p><i>Not:</i> Analize uygun bazı örnek kolon ve GC koşulları aşağıda verilmiştir.</p> <p>1. CP-WAX 57CB kolonuna bağlı (50 m uzunluk ve 0,32 mm iç çap ve 0,2 µm film kalınlığı, polietilen glikol sabit fazlı) 1 m uzunlukta ve 0,32 mm iç çapında bir ön kolon (gard kolon) ve bu kolona bağlı Carbowax 400 kolonu (50 m ve 0,32 mm iç çap, 0,2µm film kalınlığı). Kolonlar presle geçirilmiş bağlayıcı ile birbirine bağlanır.</p> <p>Taşıyıcı gaz ve basınç: Helyum (135 kPa)</p> <p>Kolon sıcaklığı: 35 °C'de 17 dakika, 35 °C'den 70 °C'ye kadar 12 °C/dk artış, 70 °C'de 25 dakika bekleme.</p> <p>Enjektör sıcaklığı: 150 °C</p> <p>Dedektör sıcaklığı 250 °C</p> <p>Enjeksiyon miktarı: 1 µL, split 20 den 100:1'e kadar.</p>	

<p>2. A retention gap 1 m × 0,32 mm i.d. connected to a CP- WAX 57 CB column 50 m × 0,32 mm i.d. 0,2 µm film thickness (stabilised polyethylene glycol). (Retention gap is connected using a press-fit connector.)</p> <p>Carrier gas and pressure: Helium (65 kPa)</p> <p>Column temperature: 35 °C for 10 min., 35 to 110 °C at 5 °C/min., 110 to 190 °C at 30 °C/min., hold at 190 °C for 2 min.</p> <p>Injector temperature: 260 °C</p> <p>Detector temperature: 300 °C</p> <p>Injection volume: 1 µl, split 55:1</p>	<p>2. CP- WAX 57 CB kolonuna bağlı (50 m ve 0,2 µm film kalınlığına sahip, polietilen glikol sabit fazlı) 1 m uzunlukta ve 0,32 mm iç çapta bir ön kolon. Ön kolon presle geçirilmiş bağlayıcı ile birbirine bağlanır.</p> <p>Taşıyıcı gaz ve basınç: Helyum (65 kPa)</p> <p>Kolon Sıcaklığı: 35 °C’de 10 dakika, 35 °C’den 110 °C’ye kadar 5 °C/dk artış, 110 °C’den 190 °C’ye kadar 30 °C/dk artış ve 190 °C’de 2 dakika bekleme.</p> <p>Enjektör sıcaklığı: 260 °C</p> <p>Dedektör sıcaklığı: 300 °C</p> <p>Enjeksiyon hacmi: 1µL, split 55:1</p>	
<p>3. A packed column (5% CW 20M, Carbopak B), 2 m × 2 mm i.d.</p> <p>Column temperature: 65 °C for 4 min., 65 to 140 °C at 10 °C/min., hold at 140 °C for 5 min., 140 to 150 °C at 5 °C/min., hold at 150 °C for 3 min.</p> <p>Injector temperature: 65 °C</p> <p>Detector temperature: 200 °C</p> <p>Injection volume: 1 µl</p>	<p>3. Dolgulu kolon (%5 CW 20M; Carbopak B) (2 m uzunluk ve 2 mm iç çap)</p> <p>Kolon sıcaklığı: 65 °C’de 4 dakika, 65 °C’den 140 °C’ye kadar 10 °C/dk artış, 140 °C’de 5 dakika bekleme, 140 °C’den 150 °C’ye kadar 5 °C/dk artış, 150 °C’de 3 dakika bekleme.</p> <p>Enjektör sıcaklığı: 65 °C</p> <p>Dedektör sıcaklığı: 200 °C</p> <p>Enjeksiyon hacmi: 1µL</p>	
<p>7. Sampling and samples.</p> <p>7.1. Laboratory sample</p> <p>On receipt, the alcoholic strength of each sample is measured (6.1).</p>	<p>2.6. Numune</p> <p>2.6.1. Laboratuvar numunesi:</p> <p>Analize başlamadan önce numunenin hacmen alkol miktarı belirlenir (2.5.1).</p>	

<p>8. Procedure (used for the validated method)</p> <p>8.1. Test portion</p> <p>8.1.1. Weigh an appropriate sealed weighing vessel and record the weight.</p> <p>8.1.2. Pipette 9 ml laboratory sample into the vessel and record the weight (M SAMPLE).</p> <p>8.1.3. Add 1 ml of standard solution E (5.14.5) and record the weight (M IS).</p> <p>8.1.4. Shake the test material vigorously (at least 20 inversions). Samples must be stored at less than 5 °C prior to analysis in order to minimise any volatile losses.</p>	<p>2.7. İşlem</p> <p>Uçucu maddeler ile çalışıldığı için dara alma işlemi de dahil olmak üzere her madde ilavesinden sonra tartı kabının kapağı kapalı tutulmalıdır.</p> <p>2.7.1. Test kısmı</p> <p>2.7.1.1. Tartı kabı darası belirlenir ve ağırlık kaydedilir.</p> <p>2.7.1.2. Tartı kabı içerisine 9 mL numune alınır ve ağırlık kaydedilir (M_{numune}).</p> <p>2.7.1.3. Üzerine 1 mL Standart çözelti -E (2.4.14.5)'den eklenir ve ağırlık kaydedilir ($M_{iç standart}$).</p> <p>2.7.1.4. Analiz numunesi şiddetli bir şekilde karıştırılır (en az 20 kez çevrilir). Numuneler analiz öncesi uçucu kaybını minimize etmek için 5 °C'nin altında saklanmalıdır.</p>	
<p>8.2. Blank test</p> <p>8.2.1. Using a four decimal place balance (6.2), weigh an appropriate sealed weighing vessel and record the weight.</p> <p>8.2.2. Pipette 9 ml 400 ml/l ethanol solution (5.13) into the vessel and record the weight.</p> <p>8.2.3. Add 1 ml of standard solution E (5.14.5) and record the weight.</p> <p>8.2.4. Shake the test material vigorously (at least 20 inversions). Samples must be stored at less than 5 °C prior to analysis in order to minimise any volatile losses.</p>	<p>2.7.2. Kör deneme</p> <p>2.7.2.1. 4 ondalıklı hassasiyete sahip hassas terazi kullanılarak tartı kabının darası alınır ve ağırlık kaydedilir.</p> <p>2.7.2.2. Tartı kabı içerisine 9 mL etil alkol çözeltisi (2.4.13) alınır ve ağırlık kaydedilir.</p> <p>2.7.2.3. Standart çözelti – E (2.4.14.5)'den 1 mL ilave edilir ve ağırlık kaydedilir.</p> <p>2.7.2.4. Numune şiddetli bir şekilde karıştırılır (an az 20 kez çevrilir). Numuneler analiz öncesi uçucu kaybını minimize etmek için 5 °C'nin altında saklanmalıdır.</p>	
<p>8.3. Preliminary test</p> <p>Inject standard solution C (5.14.3) to ensure that all of the analytes are separated with a minimum resolution of 1.3 (except 2-methylbutan-1-ol and 3-methylbutan-1-ol).</p>	<p>2.7.3. Ön test</p> <p>Madde 1.1.'in (iii) bendinde belirtilen tüm analitlerin (2-metilbütan-1-ol ve 3-metilbütan-1-ol hariç) kolonda iyi bir şekilde ayrılmalarını sağlamak için Standart çözelti – C (2.4.14.3), GC'ye enjekte edilir.</p>	

<p>8.4. Calibration</p> <p>The calibration should be checked using the following procedure. Ensure that the response is linear by successively analysing in triplicate each of the linearity standard solutions (5.14.6) containing internal standard (IS). From the integrator peak areas or peak heights for each injection calculate the ratio R for each congener and plot a graph of R versus the concentration ratio of congener to internal standard (IS), C. A linear plot should be obtained, with a correlation coefficient of at least 0,99.</p> $R = \frac{\text{Peak area or height of congener}}{\text{Peak area or height of IS}}$ $C = \frac{\text{Concentration of congener } (\mu\text{g / g})}{\text{Concentration of IS } (\mu\text{g / g})}$	<p>2.7.4. Kalibrasyon</p> <p>Kalibrasyon aşağıdaki işlemle kontrol edilir:</p> <p>İç standart (IS) içeren doğrusallık standart çözeltilerinin (2.4.14.6) her biri, 3 tekerrürlü analiz edilerek, doğrusal tepki sağlanır. Her bir enjeksiyonda her bir bileşen için elde edilen alan iç standardın alanına oranlanarak R değeri bulunur. Her bir bileşenin konsantrasyonunun iç standardın (IS) konsantrasyonuna oranı da C olarak ifade edilir. R ile C arasındaki korelasyon katsayısı en az 0.99 olmalıdır.</p> <p>R = Bileşenin pik alanı/İç standardın pik alanı C = Bileşenin konsantrasyonu (µg/g)/İç standardın konsantrasyonu (µg/g)</p>	
<p>8.5. Determination</p> <p>Inject standard solution C (5.14.3) and 2 QC standard solutions (5.14.7). Follow with unknown samples (prepared according to 8.1 and 8.2) inserting one QC standard every 10 samples to ensure analytical stability. Inject one standard solution C (5.14.3) after every 5 samples.</p>	<p>2.7.5. Belirleme</p> <p>Standard çözelti-C'den (2.4.14.3) enjekte edilir ve iki defa kalite kontrol standart çözeltisinden (2.4.14.7) enjekte edilir. Ardından bilinmeyen her 10 numune (2.7.1 ve 2.7.2'ye göre hazırlanan) enjeksiyonundan sonra bir defa kalite kontrol standart çözeltisi enjekte edilir. Her 5 numuneden sonra da bir defa Standart çözelti-C (2.4.14.3) enjekte edilir.</p>	
<p>9. Calculation</p> <p>An automated system of data handling can be used, provided the data can be checked using the principles described in the method below.</p> <p>Measure either peak areas or peak heights for congener and internal standard peaks.</p>	<p>2.8. Hesaplama</p> <p>Cihazla yapılan işlemlerde otomatik olarak elde edilen sonuçlar aşağıda prensibi verilen metot ile kontrol edilebilir. Her bir bileşenin ve iç standardın pik alanları ya da pik yüksekliği ölçülür.</p>	

<p>9.1. Response factor calculation. From the chromatogram of the injection of standard solution C (5.14.3), calculate response factors for each congener using equation (1).</p> $(1) \text{ Response factor} = \frac{\text{Peak area or height IS}}{\text{Peak area or height congener}} \times \frac{\text{Conc. congener } (\mu\text{g / g})}{\text{Conc. IS } (\mu\text{g / g})}$ <p>where:</p> <p>IS = Internal Standard</p> <p>Conc. congener = concentration of congener in solution C (5.14.3)</p> <p>Conc. IS = concentration of internal standard in solution C (5.14.3).</p>	<p>2.8.1. Tepki faktörünün hesaplanması Standart çözelti–C’den (2.4.14.3) enjekte edilir ve her bir bileşenin pik alanı hesaplanır. Daha sonra her bir bileşen için aşağıdaki formül kullanılarak tepki faktörü hesaplanır. Formül (1); Tepki faktörü (RF)=[İç standardın pik alanı ya da yüksekliği/Bileşenin pik alanı ya da yüksekliği] x [Bileşenin konsantrasyonu (μg/g)/İç Standardın konsantrasyonu (μg/g)] Bileşenin konsantrasyonu = C çözeltisindeki (2.4.14.3) bileşenin konsantrasyonu İç standardın konsantrasyonu = C çözeltisindeki (2.4.14.3) iç standardın konsantrasyonu</p>	
<p>9.1.2. Sample analysis Using equation (2) below, calculate the concentration of each congener in the samples.</p> $(2) \text{ Congener concentrations, } (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{Peak area or height congener}}{\text{Peak area or height IS}} \times \frac{M_{\text{IS}} (\text{g})}{M_{\text{SAMPLE}} (\text{g})} \times \text{Conc. IS } (\mu\text{g / g}) \times \text{RF}$ <p>where:</p> <p>M_{SAMPLE} = weight of sample (8.1.2);</p> <p>M_{IS} = weight of internal standard (8.1.3);</p> <p>Conc. IS = concentration of internal standard in solution E (5.14.5);</p> <p>RF = response factor calculated using equation 1.</p>	<p>2.8.1.1. Numune Aşağıdaki formül kullanılarak numunelerdeki her bir bileşenin konsantrasyonu hesaplanır. Formül (2); Bileşenin konsantrasyonu, (μg/g) = [Bileşenin pik alanı ya da yüksekliği/İç standardın pik alanı ya da yüksekliği] x [İç standardın kütlesi (M_{IS}) (g) / Numunenin kütlesi (M_{numune}) (g)] x İç standardın konsantrasyonu (μg/g) x RF M_{numune} = numunenin ağırlığı (2.7.1.2) $M_{\text{iç standart}}$ = İç standardın ağırlığı (2.7.1.3) İç standardın konsantrasyonu = E çözeltisindeki (2.4.14.5) iç standardın konsantrasyonu RF = Formül (1) yardımıyla hesaplanan tepki faktörü</p>	

<p>9.1.3. Quality control standard solution analysis Using equation (3) below, calculate the percentage recovery of the target value for each congener in the quality control standards (5.14.7):</p> $(3) \% \text{ recovery of QC sample} = \frac{\text{concentration of analyte in QC standard}}{\text{concentration of analyte in solution D}} \times 100$ <p>The concentration of the analyte in the QC standard is calculated using equations (1) and (2) above.</p>	<p>2.8.1.2. Kalite kontrol standart çözeltisinin analizi Aşağıdaki formül kullanılarak kalite kontrol standart çözeltisindeki (2.4.14.7) her bir bileşen için hedef değerin % geri alması hesaplanır. Formül (3); Kalite kontrol numunesinin % geri alması = (Kalite kontrol standart çözeltisindeki analitin konsantrasyonu / D çözeltisindeki analitin konsantrasyonu) x 100 Kalite kontrol standart çözeltisindeki analit konsantrasyonu yukarıda belirtilen formül (1) ve formül (2) yardımıyla hesaplanır.</p>	
<p>9.2. Final presentation of results Results are converted from µg to g per 100 litres absolute alcohol for samples using equation (4):</p> $(4) \text{ Concentration in g per 100 litres absolute alcohol} = \frac{\text{Conc } (\mu\text{g/g}) \times \rho \times 10}{\text{strength } (\% \text{ vol}) \times 1000}$ <p>where $\rho = \text{density in kg/m}^3$.</p> <p>Results are quoted to 3 significant figures and a maximum of one decimal place e.g. 11,4 g per 100 l absolute alcohol.</p>	<p>2.8.2. Sonuçların açıklanması Elde edilen sonuçlar aşağıdaki formül (4) yardımıyla µg/g' dan g/L mutlak Alkole (mA) çevrilir. Mutlak Alkol = Hacmen %100'lük alkol Formül (4); Konsantrasyon (Mutlak alkolün 100 L 'sinde g olarak, g/L mA) = Konsantrasyon (µg/g) x ρ x 10 / (Hacmen % alkol miktarı x 1000) ρ = yoğunluk (kg/m³) Sonuçlar, üç basamaklı ve en fazla tek ondalıklı olarak, g/L mA şeklinde verilir. Örneğin, 100 L mutlak alkolde 11,4 g olarak.</p>	
<p>10. Quality assurance and control (used for the validated method) Using equation (2) above, calculate the concentration of each congener in the quality control standard solutions prepared by following the procedure as in 8.1.1 to 8.1.4. Using equation (3), calculate the percentage recovery of the target value. If the analysed results are within ± 10 % of their theoretical values for each congener, analysis may proceed. If not, an investigation should be made to find the cause of the inaccuracy and remedial action taken as appropriate.</p>	<p>2.9. Metot validasyonu için kullanılan kalite güvence ve kontrolü Formül (2) kullanılarak, 2.7.1.'deki işlemlere göre hazırlanan kalite kontrol standart çözeltilerindeki her bir bileşenin konsantrasyonu hesaplanır. Daha sonra formül (3) kullanılarak hedef değerin geri alması hesaplanır. Eğer analiz sonuçları her bileşen için onların beklenen teorik değerlerinden ± %10 sapma sınırındaysa sonuçlar kabul edilebilir olarak değerlendirilir. Aksi takdirde, analizdeki yanlışlık tespit edilir ve düzeltilir.</p>	

<p>11. Method performance characteristics (precision) Statistical results of the interlaboratory test: the following tables give the values for the following compounds: ethanal, ethyl acetate, acetal, total ethanal, methanol, butan-2-ol, propan-1-ol, butan-1-ol, 2-methyl-propan-1-ol, 2 methyl-butan-1-ol, 3 methyl-butan-1-ol. The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures.</p>	<p>2.10. Metot performans karakteristikleri (kesinlik) Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları: Aşağıdaki tablo etanal, etil asetat, asetal, toplam etanal, metil alkol, bütan-2-ol, propan-1-ol, bütan-1-ol, 2-metil-propan-1-ol, 2-metil-bütan-1-ol, 3-metil-bütan-1-ol'un değerlerini verir. Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir.</p>	
<p>Year of interlaboratory test 1997 Number of laboratories 32 Number of samples 5 Analyte ethanal</p>	<p>Laboratuvarlararası analiz yılı 1997 Laboratuvar sayısı 32 Numune sayısı 5 Analit Etanal</p>	

						Numuneler																																																										
						A	B	C	D	E																																																						
						Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	28	26	27	27	28																																																					
						Sapma gösteren laboratuvar sayısı	2	4	3	3	2																																																					
						Kabul edilen sonuç sayısı	56	52	54	54	56																																																					
						Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	63,4	71,6 7	130, 4	38,4 13,8*	28,6 52,2 *																																																					
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Samples</th> <th>A</th> <th>B</th> <th>C</th> <th>D</th> <th>E</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Number of laboratories retained after eliminating outliers</td> <td>28</td> <td>26</td> <td>27</td> <td>27</td> <td>28</td> </tr> <tr> <td>Number of outliers (laboratories)</td> <td>2</td> <td>4</td> <td>3</td> <td>3</td> <td>2</td> </tr> </tbody> </table>						Samples	A	B	C	D	E	Number of laboratories retained after eliminating outliers	28	26	27	27	28	Number of outliers (laboratories)	2	4	3	3	2	Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r), $\mu\text{g/g}$																																								
Samples	A	B	C	D	E																																																											
Number of laboratories retained after eliminating outliers	28	26	27	27	28																																																											
Number of outliers (laboratories)	2	4	3	3	2																																																											
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Samples</th> <th>A</th> <th>B</th> <th>C</th> <th>D</th> <th>E</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Number of accepted results</td> <td>56</td> <td>52</td> <td>54</td> <td>54</td> <td>56</td> </tr> <tr> <td>Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$</td> <td>63,4</td> <td>71,67</td> <td>130,4</td> <td>38,4 13,8 (*)</td> <td>28,6 52,2 (*)</td> </tr> <tr> <td>Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$</td> <td>3,3</td> <td>1,9</td> <td>6,8</td> <td>4,1</td> <td>3,6</td> </tr> <tr> <td>Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)</td> <td>5,2</td> <td>2,6</td> <td>5,2</td> <td>15,8</td> <td>8,9</td> </tr> <tr> <td>Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$</td> <td>9,3</td> <td>5,3</td> <td>19,1</td> <td>11,6</td> <td>10,1</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$</td> <td>12</td> <td>14</td> <td>22</td> <td>6,8</td> <td>8,9</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)</td> <td>18,9</td> <td>19,4</td> <td>17,1</td> <td>26,2</td> <td>22,2</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$</td> <td>33,5</td> <td>38,9</td> <td>62,4</td> <td>19,1</td> <td>25,1</td> </tr> </tbody> </table>						Samples	A	B	C	D	E	Number of accepted results	56	52	54	54	56	Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	63,4	71,67	130,4	38,4 13,8 (*)	28,6 52,2 (*)	Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6	Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9	Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1	Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	12	14	22	6,8	8,9	Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2	Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1	Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)				
Samples	A	B	C	D	E																																																											
Number of accepted results	56	52	54	54	56																																																											
Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	63,4	71,67	130,4	38,4 13,8 (*)	28,6 52,2 (*)																																																											
Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6																																																											
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9																																																											
Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1																																																											
Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	12	14	22	6,8	8,9																																																											
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2																																																											
Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1																																																											
						Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1																																																					
						Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$	12	14	22	6,8	8,9																																																					
						Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2																																																					
						Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1																																																					
						Numune türleri A Brendi; kör tekrarlar B Kirsch; kör tekrarlar C Grappa; kör tekrarlar D Viski; split oranı (*) E Rom; split oranı (*)																																																										

Sample types

- A Brandy; blind duplicates.
- B Kirsch; blind duplicates.
- C Grappa; blind duplicates.
- D Whisky; split levels (*).
- E Rum; split levels (*).

Laboratuvarlararası analiz yılı 1997
Laboratuvar sayısı 32
Numune sayısı 5
Analit Etil asetat

Year of interlaboratory test 1997
Number of laboratories 32
Number of samples 5
Analyte ethyl acetate

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	24	24
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	2	2
Kabul edilen sonuç sayısı	48	48
Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	96,8	1046
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r), $\mu\text{g/g}$	2,2	15
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	2,3	1,4
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$	6,2	40,7
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$	6,4	79
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	6,6	7,6
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$	17,9	221,9

Samples	A	B	C	D	E
Number of laboratories retained after eliminating outliers	24	24	25	24	24
Number of outliers (laboratories)	2	2	1	2	2
Number of accepted results	48	48	50	48	48
Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	96,8	1046	120,3	112,5	99,1
				91,8 (*)	117,0 (*)
Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0

Sample types
A Brandy; blind duplicates.
B Kirsch; blind duplicates.
C Grappa; blind duplicates.
D Whisky; split levels (*).
E Rum; split levels (*).

Numune türleri
A Brendi; kör tekrarlar
B Kirsch; kör tekrarlar
C Grappa; kör tekrarlar
D Viski; split oranı (*)
E Rom; split oranı (*)

Laboratuvarlararası analiz yılı 1997
Laboratuvar sayısı 32
Numune sayısı 5
Analit Asetal

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	20	21
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	4	3
Kabul edilen sonuç sayısı	40	42
Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	35,04	36,46
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_T), $\mu\text{g/g}$	0,58	0,84
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_T) (%)	1,7	2,3
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	12,1	12,0
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$	11,8	12,2

Numune türleri

A Brendi; kör tekrarlar

B Kirsch; kör tekrarlar

C Grappa; kör tekrarlar

D Viski; split oranı (*)

Year of interlaboratory test 1997
Number of laboratories 32
Number of samples 5
Analyte acetal

Samples	A	B	C	D	E
Number of laboratories retained after eliminating outliers	20	21	22	17	21
Number of outliers (laboratories)	4	3	2	4	3
Number of accepted results	40	42	44	34	42
Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60 (*)	28,3 (*)
Repeatability standard deviation (S_c) $\mu\text{g/g}$	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Repeatability relative standard deviation (RSD_c) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

Sample types

A Brandy; blind duplicates.

B Kirsch; blind duplicates.

C Grappa; blind duplicates.

D Whisky; split levels (*).

E Rum; split levels (*).

Laboratuvarlararası analiz yılı 1997
 Laboratuvar sayısı 32
 Numune sayısı 5
 Analit Toplam etanal

Year of interlaboratory test 1997
 Number of laboratories 32
 Number of samples 5
 Analyte total ethanal

Sample	A	B	C	D	E
Number of laboratories retained after eliminating outliers	23	19	22	21	22
Number of outliers (laboratories)	1	5	2	3	2
Number of accepted results	46	38	44	42	44
Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	15	24,1	7,3	9,0
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

Sample types

- A Brandy; blind duplicates.
 B Kirsch; blind duplicates.
 C Grappa; blind duplicates.
 D Whisky; split levels (*).
 E Rum; split levels (*).

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	23	19
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	1	5
Kabul edilen sonuç sayısı	46	38
Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	76,5	85,3
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r), $\mu\text{g/g}$	3,5	1,3
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	4,6	1,5
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$	9,8	3,5
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$	13	15
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	16,4	17,5
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$	35,2	41,8

Numune türleri

- A Brendi; kör tekrarlar
 B Kirsch; kör tekrarlar
 C Grappa; kör tekrarlar
 D Viski; split oranı (*)
 E Rom; split oranı (*)

Laboratuvarlararası analiz yılı 1997
Laboratuvar sayısı 32
Numune sayısı 5
Analit Metil alkol

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	26	27
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	4	3
Kabul edilen sonuç sayısı	52	54
Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	319,8	2245
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_T), $\mu\text{g/g}$	4,4	27
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_T) (%)	1,4	1,2
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$	13	99
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	3,9	4,4
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3

Numune türleri
A Brendi; kör tekrarlar
B Kirsch; kör tekrarlar
C Grappa; kör tekrarlar
D Viski; split oranı (*)

Year of interlaboratory test 1997
Number of laboratories 32
Number of samples 5
Analyte Methanol

Sample	A	B	C	D	E
Number of laboratories retained after eliminating outliers	26	27	27	28	25
Number of outliers (laboratories)	4	3	3	1	4
Number of accepted results	52	54	54	56	50
Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	319,8	2245	1326	83,0	18,6
Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$	4,4	27	22	61,5 (*)	1,3
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	13	99	60	4,5	2,8
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

Sample types

- A Brandy; blind duplicates.
B Kirsch; blind duplicates.
C Grappa; blind duplicates.
D Whisky; split levels (*).
E Rum; split levels (*).

					Laboratuvarlararası analiz yılı	1997		
					Laboratuvar sayısı	32		
					Numune sayısı	4		
					Analit	Bütan-2-ol		
					Numuneler	A	B	
					Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	21	27	
					Sapma gösteren laboratuvar sayısı	4	3	
					Kabul edilen sonuç sayısı	42	54	
					Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	
					Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r), $\mu\text{g/g}$	0,40	2,2	
					Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	6,8	0,9	
					Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	
					Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$	0,89	13	
					Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	15,2	5,1	
					Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	
					Numune türleri			
					A Brendi; kör tekrarlar			
					B Kirsch; kör tekrarlar			
					C Grappa; kör tekrarlar			
					E Rom; split oranı (*)			
Year of interlaboratory test	1997							
Number of laboratories	32							
Number of samples	4							
Analyte	butan-2-ol							
Samples	A	B	C	E				
Number of laboratories retained after eliminating outliers	21	27	29	22				
Number of outliers (laboratories)	4	3	1	3				
Number of accepted results	42	54	58	44				
Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83				
Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,40	2,2	0,87	0,64	14,12 (*)			
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4				
Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8				
Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87				
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7				
Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4				
Sample types								
A Brandy; blind duplicates.								
B Kirsch; blind duplicates.								
C Grappa; blind duplicates.								
E Rom; split levels (*).								

Laboratuvarlararası analiz yılı 1997
Laboratuvar sayısı 32
Numune sayısı 5
Analit Propan-1-ol

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	29	27
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	2	4
Kabul edilen sonuç sayısı	58	54
Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	86,4	3541
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r), $\mu\text{g/g}$	3,0	24
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	3,4	0,7
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$	8,3	68,5
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$	5,3	150
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	6,1	4,1
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$	14,8	407,2

Numune türleri
A Brendi; kör tekrarlar
B Kirsch; kör tekrarlar
C Grappa; kör tekrarlar
D Viski; split oranı (*)
E Rom; split oranı (*)

Year of interlaboratory test 1997
Number of laboratories 32
Number of samples 5
Analyte propan-1-ol

Samples	A	B	C	D	E
Number of laboratories retained after eliminating outliers	29	27	27	29	29
Number of outliers (laboratories)	2	4	3	2	2
Number of accepted results	58	54	54	58	58
Mean value (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	86,4	3 541	159,1	272,1	177,1
Repeatability standard deviation (S_r), $\mu\text{g/g}$	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Repeatability limit (r), $\mu\text{g/g}$	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Reproducibility standard deviation (S_R), $\mu\text{g/g}$	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Reproducibility limit (R), $\mu\text{g/g}$	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

Sample types

- A Brandy; blind duplicates.
B Kirsch; blind duplicates.
C Grappa; blind duplicates.
D Whisky; split levels (*).
E Rum; split levels (*).

				Laboratuvarlararası analiz yılı 1997			
				Laboratuvar sayısı 32			
				Numune sayısı 3			
				Analit Propan-1-ol			
				Numuneler		A	B
				Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı		20	22
				Sapma gösteren laboratuvar sayısı		4	4
				Kabul edilen sonuç sayısı		40	44
				Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$		3,79	5,57
				Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r), $\mu\text{g/g}$		0,43	0,20
				Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)		11,2	3,6
				Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$		1,1	0,6
				Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$		0,59	0,55
				Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)		15,7	9,8
				Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$		1,7	1,5
				Numune türleri A Brendi; kör tekrarlar B Kirsch; kör tekrarlar C Grappa; kör tekrarlar (*)			
Year of interlaboratory test	1997						
Number of laboratories	32						
Number of samples	5						
Analyte	propan-1-ol						
Samples	A	B	C				
Number of laboratories retained after eliminating outliers	20	22	22				
Number of outliers (laboratories)	4	4	6				
Number of accepted results	40	44	44				
Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	3,79	5,57	7,54				
Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,43	0,20	0,43				
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	11,2	3,6	5,6				
Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	0,6	1,2				
Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,59	0,55	0,82				
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	15,7	9,8	10,8				
Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3				
Sample types							
A Brandy; blind duplicates.							
B Kirsch; blind duplicates.							
C Grappa; blind duplicates. (*)							

Year of interlaboratory test	1 997				
Number of laboratories	32				
Number of samples	5				
Analyte	2-methylpropan-1-ol				
Samples	A	B	C	D	E
Number of laboratories retained after eliminating outliers	28	31	30	26	25
Number of outliers (laboratories)	3	0	1	5	6
Number of accepted results	56	62	60	52	50
Samples	A	B	C	D	E
Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7	185,0	291,0 246,8 (*)	115,99 133,87 (*)
Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4
Sample types					
A	Brandy; blind duplicates.				
B	Kirsch; blind duplicates.				
C	Grappa; blind duplicates.				
D	Whisky; split levels (*).				
E	Rom; split levels (*).				

Laboratuvarlararası analiz yılı 1997
 Laboratuvar sayısı 32
 Numune sayısı 5
 Analit 2-metilpropan-1-ol

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	28	31
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	3	0
Kabul edilen sonuç sayısı	56	62
Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r), $\mu\text{g/g}$	2,3	1,6
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	1,3	1,4
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	5,1	8,0
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9

Numune türleri
 A Brendi; kör tekrarlar
 B Kirsch; kör tekrarlar
 C Grappa; kör tekrarlar
 D Viski; split oranı (*)
 E Rom; split oranı (*)

Laboratuvarlararası analiz yılı 1997
Laboratuvar sayısı 32
Numune sayısı 5
Analit 3-metil-bütan-1-ol

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	25	26
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	3	2
Kabul edilen sonuç sayısı	50	52
Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	113,0	48,3
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r), $\mu\text{g/g}$	2,1	1,5
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	1,9	3,1
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	6,6	7,9
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7

Numune türleri
A Brendi; kör tekrarlar
B Kirsch; kör tekrarlar
C Grappa; kör tekrarlar
D Viski; split oranı (*)
E Rom; split oranı (*)

Year of interlaboratory test 1997
Number of laboratories 32
Number of samples 5
Analyte 2-methyl-butane-1-ol

Samples	A	B	C	D	E
Number of laboratories retained after eliminating outliers	25	26	25	27	25
Number of outliers (laboratories)	3	2	3	1	2
Number of accepted results	50	52	50	54	50
Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2 (*)	61,5 (*)
Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

Sample types

- A Brandy; blind duplicates.
B Kirsch; blind duplicates.
C Grappa; blind duplicates.
D Whisky; split levels (*).
E Rum; split levels (*).

Laboratuvarlararası analiz yılı 1997
Laboratuvar sayısı 32
Numune sayısı 5
Analit 3-metil-bütan-1-ol

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	23	23
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	5	5
Kabul edilen sonuç sayısı	46	46
Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	459,4	242,7
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r), $\mu\text{g/g}$	5,0	2,4
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	1,1	1,0
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), $\mu\text{g/g}$	13,9	6,6
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), $\mu\text{g/g}$	29,8	13
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	6,5	5,2
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4

Year of interlaboratory test 1997
Number of laboratories 32
Number of samples 5
Analyte 3-methyl-butane-1-ol

Samples	A	B	C	D	E
Number of laboratories retained after eliminating outliers	23	23	24	27	21
Number of outliers (laboratories)	5	5	4	1	6
Number of accepted results	46	46	48	54	42
Mean value (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
Repeatability standard deviation (S_r) $\mu\text{g/g}$	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Repeatability limit (r) $\mu\text{g/g}$	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Reproducibility standard deviation (S_R) $\mu\text{g/g}$	29,8	13	21	8,5	6,7
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Reproducibility limit (R) $\mu\text{g/g}$	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

Sample types

- A Brandy; blind duplicates.
B Kirsch; blind duplicates.
C Grappa; blind duplicates.
D Whisky; split levels (*).
E Rum; split levels (*).

<p>III.3. DETERMINATION OF VOLATILE ACIDITY OF SPIRIT DRINKS</p>	<p>3. Alkollü içkilerde uçucu asitliğin belirlenmesi</p>	
<p>1. Scope The method has been validated in an interlaboratory study for rum, brandy, marc and fruit spirits, at levels ranging from 30 mg/l to 641 mg/l.</p>	<p>3.1. Kapsam Bu metot 30 ile 641 mg/L arası seviyelerde rom, konyak, mark ve meyve içkileri için laboratuvarlar arası çalışmalar ile geçerli kılınmıştır.</p>	
<p>2. Normative references ISO 3696: 1987 Water for analytical use — Specifications and test methods. 3. Definitions 3.1. Volatile acidity is calculated by deducting the fixed acidity from the total acidity. 3.2. Total acidity is the sum of titratable acidities. 3.3. Fixed acidity is the acidity of the residue left after evaporating the spirit to dryness.</p>	<p>3.2. Tanımlar - Analizlerde kullanılacak su, TS EN ISO 3696 (Su - Analitik Laboratuvarında Kullanılan - Özellikler ve Deney Metotları)'da tanımlanmıştır. - Uçucu asitlik, toplam asitlikten sabit asitliğin düşülmesi suretiyle hesaplanır. Toplam asitlik titre edilen asitlik toplamıdır. - Sabit asitlik alkollü içkinin buharlaşmasından sonra kalan kalıntı asitliği ifade eder.</p>	
<p>4. Principle The total acidity and fixed acidity are determined by titration or by potentiometry.</p>	<p>3.3. Prensip Toplam asitlik ile sabit asitlik titrasyon veya potansiyometre ile belirlenir.</p>	
<p>5. Reagents and materials During the analysis, unless otherwise stated, use only reagents of recognised analytical grade and water of at least grade 3 as defined in ISO 3696:1987. 5.1. 0,01 M sodium hydroxide solution (NaOH) 5.2. Mixed indicator solution: Weigh 0,1 g of indigo carmine and 0,1 g of phenol red. Dissolve in 40 ml water and make up to 100 ml with ethanol.</p>	<p>3.4. Reaktifler ve materyaller Analizlerde aksi belirtilmedikçe, yalnızca analitik saflıkta çözeltiler kullanılır. Analizlerde kullanılacak su, TS EN ISO 3696'da tanımlanmıştır. 3.4.1. 0,01 M sodyum hidroksit çözeltisi (NaOH) 3.4.2. Karışık indikatör çözeltisi: İndigo karmin 0,1 g ve fenol kırmızısı 0,1 g tartılır. 40 mL su içinde çözülür ve etanol ile 100 mL' ye tamamlanır.</p>	
<p>6. Apparatus and equipment Indirect laboratory apparatus, grade A glassware and the following: 6.1. Water pump 6.2. Rotary evaporator or ultrasonic bath 6.3. Equipment for potentiometric titration (optional).</p>	<p>3.5. Araç ve gereçler A sınıfı ölçülü cam malzeme ve dolaylı laboratuvar araçları: 3.5.1. Su pompası 3.5.2. Döner buharlaştırıcı 3.5.3. Potansiyometrik titrasyon için gereç (isteğe bağlı).</p>	

<p>7. Sampling and samples Samples are stored at room temperature prior to analysis.</p>	<p>3.6. Numune Numuneler analiz öncesinde oda sıcaklığında muhafaza edilir.</p>	
<p>8. Procedure 8.1. Total acidity 8.1.1. Preparation of sample The spirit is irradiated with ultrasonic (ultrasonication) or stirred two minutes under a vacuum to rid it of carbon dioxide if required. 8.1.2. Titration Pipette 25 ml of the spirit into a 500 ml Erlenmeyer flask. Add about 200 ml of cooled boiled distilled water (prepared fresh daily) and 2-6 drops of the mixed indicator solution (5.2). Titrate with the 0,01 M sodium hydroxide solution (5.1) until the yellow- green colour changes to violet in the case of colourless spirits, the yellow- brown colour to red-brown in the case of brown-coloured spirits respectively. The titration may also be carried out by potentiometry, to pH 7,5. Let n 1 ml be the volume of the 0,01 M sodium hydroxide solution added.</p>	<p>3.7. İşlem 3.7.1. Toplam asitlik 3.7.1.1. Numunenin hazırlanması: Alkollü içki ultrasonik olarak ışınlanır ve gerekirse karbondioksitten kurtulmak için vakum altında iki dakika boyunca karıştırılır. 3.7.1.2. Titrasyon: Pipet yardımıyla 500 mL'lik bir erlenmayer içine 25 mL alkollü içki alınır. Bunun üzerine yaklaşık 200 mL kaynatılmış soğutulmuş damıtık su (günlük taze hazırlanmış) ve karışık indikatör çözeltisinden (3.4.2) 2-6 damla eklenir. Renksiz alkollü içki sarı-yeşil renkten menekşe rengine, kahverengimsi alkollü içki sarı-kahverengi renkten kırmızı-kahverengi rengine dönüşene kadar 0,01 M sodyum hidroksit çözeltisi (3.4.1) ile titre edilir. Ayrıca titrasyon pH 7,5'e kadar potansiyometrik olarak yapılabilir. Titrasyonda harcanan 0,01 M sodyum hidroksit çözeltisi hacminin n_1 mL'dir.</p>	
<p>8.1.3. Calculation The total acidity (TA) expressed in milliequivalents per l of spirit is equal to $0,4 \times n_1$. The total acidity (TA') expressed in mg of acetic acid per l of spirit is equal to $24 \times n_1$.</p>	<p>3.7.1.3. Hesaplama Damıtılmış alkollü içkide toplam asitlik (TA) meq/L olarak ifade edilip $0,4 \times n_1$'e eşittir. Damıtılmış alkollü içkide toplam asitlik (TA') asetik asit cinsinden mg/L olarak ifade edilip $24 \times n_1$'e eşittir.</p>	

<p>8.2. Fixed acidity</p> <p>8.2.1. Preparation of sample</p> <p>Evaporate 25 ml of the spirit to dryness:</p> <p>Pipette 25 ml of the spirit into a flat-bottomed cylindrical evaporating dish 55 mm in diameter.</p> <p>During the first hour of evaporation the evaporating dish is placed on the lid of a boiling water bath so that the liquid will not boil, as this could lead to losses through splattering.</p> <p>Complete the drying by placing the evaporating dish in a drying oven at 105 °C for two hours. Allow the evaporating dish to cool in a desiccator.</p>	<p>3.7.2. Sabit asitlik</p> <p>3.7.2.1. Numunenin hazırlanması:</p> <p>Pipet yardımıyla bir düz tabanlı, 55 mm çapına sahip silindirik evaporasyon kabı içine 25 mL numune alınır. Evaporasyonun birinci saati sırasında, sıçramalar nedeniyle kayıplar olabileceği için sıvının kaynamaması için evaporasyon kabı kaynar su banyosunun kapağının üzerine yerleştirilir. Bir saat daha kaynar su banyosunun buharı ile doğrudan temasa bırakılır. Evaporasyon kabı daha sonra 105 ± 3 °C’de 2 saat etüvde tamamen kurutulur. Evaporasyon kabı desikatörde soğumaya bırakılır.</p>	
<p>8.2.2. Titration</p> <p>Dissolve the residue left after evaporating with cooled boiled distilled water (prepared fresh daily) and make up to a volume to circa 100 ml and add 2-6 drops of the mixed indicator solution (5.2).</p> <p>Titrate with the 0,01 M sodium hydroxide solution (5.1).</p> <p>The titration may also be carried out by potentiometry, to pH 7,5.</p> <p>Let n 2 ml be the volume of the 0,01 M sodium hydroxide solution added.</p>	<p>3.7.2.2. Titrasyon:</p> <p>Kaynatılmış soğutulmuş damıtık su (günlük taze hazırlanmış) ile evaporasyon sonrası kalan artık madde çözülür karışık indikatör çözeltisi (3.4.2) 2-6 damla eklenir ve yaklaşık 100 mL hacme tamamlanır. 0,01 M sodyum hidroksit çözeltisi (3.4.1) ile titre edilir. Ayrıca titrasyon pH 7,5’e kadar potansiyometrik olarak yapılabilir.</p> <p>Titrasyonda harcanan 0,01 M sodyum hidroksit çözeltisi hacminin n2 mL’dir.</p>	
<p>8.2.3. Calculation</p> <p>The fixed acidity (FA) expressed in milliequivalents per l of spirit is equal to $0,4 \times n_2$.</p> <p>The fixed acidity (FA) expressed in mg of acetic acid per l of spirit is equal to $24 \times n_2$.</p>	<p>3.7.2.3. Hesaplama</p> <p>Damıtılmış alkollü içkide toplam asitlik (FA) meq/L olarak ifade edilip $0,4 \times n_2$’e eşittir.</p> <p>Damıtılmış alkollü içkide toplam asitlik (FA) asetik asit cinsinden mg/L olarak ifade edilip $24 \times n_2$’e eşittir.</p>	
<p>9. Calculation of volatile acidity</p> <p>9.1. Expression in milliequivalents per l:</p> <p>Let:</p> <p>TA = total acidity in milliequivalents per l</p> <p>FA = fixed acidity in milliequivalents per l</p> <p>Volatile acidity, VA, in milliequivalents per l is equal to:</p> <p>TA – FA.</p>	<p>3.8. Uçucu asitliğin hesaplanması</p> <p>3.8.1. meq/L olarak ifade edilmesi halinde:</p> <p>TA = Toplam asitlik meq/L cinsinden</p> <p>FA = Sabit asitlik meq/L cinsinden</p> <p>VA= Uçucu asitlik, meq/L cinsinden VA= TA - FA.</p>	

<p>9.2. Expression in mg of acetic acid per l: Let: TA' = total acidity in mg of acetic acid per l FA' = fixed acidity in mg of acetic acid per l Volatile acidity, VA, in mg of acetic acid per l is equal to: TA' – FA'.</p>	<p>3.8.2. Asetik asit cinsinden mg/L olarak ifade edilmesi halinde: TA' = Toplam asitlik asetik asit cinsinden mg/L cinsinden FA' = Sabit asitlik asetik asit cinsinden mg/L cinsinden VA= Uçucu asitlik, asetik asit cinsinden meq/L cinsinden VA= TA' – FA'</p>	
<p>9.3. Expression in g of acetic acid per hl of pure 100 % vol. alcohol is equal to: $\frac{TA' - FA'}{A} \times 10$ where A is the alcoholic strength by volume of the spirit drink.</p>	<p>3.7.2.4. Hacimce % 100 saf alkolün asetik asit cinsinden g/hL ifadesi $\frac{TA' - FA'}{A} \times 10$ eşittir. A: Alkollü içkinin hacmen alkol derecesidir.</p>	
<p>10. Method performance characteristics (Precision) 10.1. Statistical results of the interlaboratory test The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures (1) (2).</p>	<p>3.7.3. Metot performans karakteristikleri (kesinlik) Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları: Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir.</p>	

Year of interlaboratory test	2000
Number of laboratories	18
Number of samples	6

Samples	A	B	C	D	E	F
Number of laboratories retained after eliminating outliers	16	18	18	14	18	18
Number of outliers (laboratories)	2			4		
Number of accepted results	32	36	36	28	36	36
Mean value(\bar{x})(mg/L)	272* 241*	30	591* 641*	46	107	492
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	8,0	3,6	15,0	3,7	6,7	8,5

Samples	A	B	C	D	E	F
Repeatability relative standard deviation, RSD _r (%)	3,1	11,8	2,4	8,0	6,2	1,7
Repeatability limit, r (mg/l)	23	10	42	10	19	24
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	8,5	8,4	25,0	4,55	13,4	24,4
Reproducibility relative standard deviation, RSD _R (%)	3,3	27,8	4,1	9,9	12,5	5,0
Reproducibility limit, R (mg/l)	24	23	70	13	38	68

Sample types:

A Plum spirit, split level *

B Rum I; blind duplicates

C Rum II; split level *

D Slivovitz; blind duplicates

E Brandy; blind duplicates

F Marc spirit, blind duplicates.

(1) 'Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies', Horwitz, W. (1995) *Pure and Applied Chemistry*, 67, 332-343.

(2) Horwitz, W. (1982) *Analytical Chemistry*, 54, 67A-76A.

Laboratuvarlararası analiz yılı 2000
Laboratuvar sayısı 18
Numune sayısı 6

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	16	18
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	2	
Kabul edilen sonuç sayısı	32	36
Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	272(*) 241(*)	30
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) g/L,	8,0	3,6
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD _r) (%)	3,1	11,8
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), g/L	23	10
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), g/L	8,5	8,4
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD _R) (%)	3,3	27,8
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), g/L	24	23

Numune türleri

A Plum (Erik) içkisi; split oranı (*)

B Rum I; kör tekrarlar

<p>V. ANETHOLE. GAS CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF TRANS-ANETHOLE IN SPIRIT DRINKS</p>	<p style="text-align: center;">Ek-4 DİSTİLE ALKOLLÜ İÇKİLERDE TRANS-ANETOL'ÜN GAZ KROMATOĞRAFİSİ İLE BELİRLENMESİ</p>	
<p>1. Scope This method is suitable for the determination of trans-anethole in aniseed-flavoured spirit drinks using capillary gas chromatography.</p>	<p>1. Kapsam Bu metot kapiler GC kullanılarak anason aromalı distile alkollü içkilerdeki trans-anetolün belirlenmesi için kullanılır.</p>	
<p>2. Normative references ISO 3696: 1987 Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.</p>		
<p>3. Principle The trans-anethole concentration of the spirit is determined by gas chromatography (GC). The same quantity of an internal standard, e.g. 4- allylanisole (estragole) when estragole is not naturally present in the sample, is added to the test sample and to a trans-anethole reference solution of known concentration, both of which are then diluted with a 45 % ethanol solution and injected directly into the GC system. An extraction is necessary before sample preparation and analysis for liqueurs that contain large amounts of sugars.</p>	<p>2. Prensip Yüksek alkollü içkilerdeki trans-anetol konsantrasyonu, GC yardımıyla belirlenir. Eşit miktarda bir iç standart [örneğin, numunede doğal olarak estragol bulunmuyorsa 4-allilanol (estragol)], analiz edilecek numuneye ve konsantrasyonu bilinen referans trans-anetol çözeltisine eklenerek % 45'lik etil alkol çözeltisiyle seyreltikten sonra GC sistemine doğrudan enjekte edilir. Yüksek miktarlarda şeker içeren likör numunelerinin hazırlanması ve analizinden önce doğrudan ekstraksiyon gereklidir.</p>	
<p>4. Reagents and materials During the analysis, use only reagents of a purity of at least 98 %. Water of at least grade 3 as defined by ISO 3696 should be used. Reference chemicals should be stored cold (at 4 o C), away from light, in aluminium containers or in tinted (amber) glass reagent bottles. The stoppers should preferably be fitted with an aluminium seal. Trans-anethole will need to be 'thawed' from its crystalline state before use, but in this case its temperature should never exceed 35 o C.</p>	<p>3. Reaktifler ve materyaller Analiz esnasında yalnızca en az %98 saflıkta reaktifler ve en az TS EN ISO 3696'da tanımlanan sınıf 3 su kullanılır. Referans kimyasallar soğukta (4 °C), ışıktan uzakta, alüminyum kaplarda veya amber renkli cam reaktif şişelerinde saklanmalıdır. Alüminyum sızdırmaz conta yerleştirilmiş kapaklar tercih edilmelidir. Kullanmadan önce trans-anetolün kristal halinden ısıtılarak eritilmesi gerekir, fakat bu durumda sıcaklık kesinlikle 35 °C' yi geçmemelidir.</p>	

<p>4.1. Ethanol 96 % vol. (CAS 64-17-5) 4.2. 1-methoxy-4-(1-propenyl) benzene; (trans-anethole) (CAS 4180-23-8) 4.3. 4-allylanisole, (estragole) (CAS 140-67-0), suggested internal standard (IS) 4.4. Ethanol 45 % vol. Add 560 g of distilled water to 378 g of ethanol 96 % vol.</p>	<p>3.1. Hacmen %96'lık etil alkol (CAS 64-17-5) 3.2. 1-metoksi-4-(1-propenil)-benzen; (trans-anetol) (CAS 4180-23-8) 3.3. 4-allilanisol (estragol); iç standart olarak kullanılır. (CAS 140-67-0) 3.4. Hacmen %45'lik etil alkol Hacmen %96'lık etil alkolün 378 g'ına 560 g distile su eklenir.</p>	
<p>4.5. Preparation of standard solutions All standard solutions should be stored at room temperature (15 to 35 o C) away from light in aluminium containers or in tinted (amber) glass reagent bottles. The stopper should preferably be fitted with an aluminium seal. Trans-anethole and 4-allylanisole are practically insoluble in water, and it is therefore necessary to dissolve the trans-anethole and 4-allylanisole in some 96 % ethanol (4.1) before the addition of 45 % ethanol (4.4). The stock solutions must be freshly prepared each week.</p>	<p>3.5. Standart çözeltilerin hazırlanması Tüm standart çözeltiler oda sıcaklığında (15-35 °C), ışıktan uzakta, alüminyum kaplarda veya amber renkli cam reaktif şişelerinde saklanmalıdır. Alüminyum sızdırmaz conta yerleştirilmiş kapaklar kullanılmalıdır. Trans-anetol ve 4-allilanisol pratikte suda çözünmez ve bu nedenle hacmen %45'lik etil alkol (3.4) eklemeyen önce; bir miktar hacmen %96'lık etil alkol (3.1) içerisinde çözülmesi gerekir. Stok çözeltiler her hafta yeniden hazırlanmalıdır.</p>	
<p>4.5.1. Standard solution A Stock solution of trans-anethole (concentration: 2 g/l) Weigh 40 mg of trans-anethole (4.2) in a 20 ml volumetric flask (or 400 mg in 200 ml, etc.). Add some 96 % ethanol (4.1) and make up to volume with 45 % vol. ethanol (4.4), mix thoroughly.</p>	<p>3.5.1. Standart çözelti A Trans-anetolün stok çözeltisi (konsantrasyon 2 g/L) 20 mL hacimli balon jojeye 40 mg trans-anetol (3.2) aktarılır (ya da 200 mL hacimli balon jojeye 400 mg), bir miktar hacmen %96'lık etil alkol (3.1) ilave edilir ve hacmen %45'lik etil alkol (3.4) ile 20 mL'ye tamamlanarak iyice karıştırılır.</p>	
<p>4.5.2. Internal standard solution B Stock solution of internal standard, e.g. estragole (concentration: 2 g/l) Weigh 40 mg of estragole (4.3) in a 20 ml volumetric flask (400 mg in 200 ml etc.). Add some 96 % vol. ethanol (4.1) make up to volume with 45 % vol. ethanol (4.4), mix thoroughly.</p>	<p>3.5.2. İç standart çözeltisi B İç standart stok çözeltisi, örneğin estragol (konsantrasyon 2 g/L) 20 mL hacimli balon jojeye 40 mg estragol (3.3) aktarılır (ya da 200 mL hacimli balon jojeye 400 mg), bir miktar hacmen %96'lık etil alkol (3.1) ilave edilir ve hacmen %45'lik etil alkol (3.4) ile 20 mL'ye tamamlanarak iyice karıştırılır.</p>	

<p>4.5.3. Solutions used to check the linearity response of the flame ionisation detector (FID) The linearity response of the FID must be checked for the analysis taking into account a range of concentrations of trans-anethole in spirits from 0 g/l up to 2.5 g/l. In the procedure of analysis, the unknown samples of spirits to be analysed are diluted 10 times (8.3). For the conditions of the analysis described in the method, stock solutions corresponding to concentrations of 0, 0,05, 0,1, 0,15, 0,2, and 0,25 g/l of trans-anethole in the sample to be analysed are prepared as follows: take 0,5, 1, 1,5, 2, and 2,5 ml of stock solution A (4.5.1) and pipette in separate 20 ml volumetric flasks; pipette into each flask 2 ml of internal standard solution B (4.5.2) and make up to volume with 45 % vol. ethanol (4.4), mix thoroughly. The blank solutions (8.4) is used as the 0 g/l solution.</p>	<p>3.5.3. FID doğrusallık tepkisini kontrol etmek için kullanılan çözeltiler FID doğrusallık tepkisi, yüksek alkollü içkilerde bulunan trans-anetolün 0 ile 2,5 g/L aralığındaki konsantrasyonları dikkate alınarak kontrol edilir. Analiz işleminde, analiz edilecek olan yüksek alkollü içkilerin bilinmeyen numuneleri 10 kat seyreltilir (7.3). Metotta tanımlanan analiz koşulları için, analiz edilecek numunedeki trans-anetolün 0 - 0,05 - 0,1 - 0,15 - 0,2 ve 0,25 g/L konsantrasyonlarına eş değer stok çözeltileri şu şekilde hazırlanır: Stok çözelti A'dan (3.5.1) 0,5 - 1 - 1,5 - 2 ve 2,5 mL alınır ve 20 mL'lik balon jöjeler içerisine aktarılır. Sonra her bir balon jöjeye 2 mL iç standart çözelti B'den (3.5.2) eklenir ve hacmen %45'lik etil alkol (3.4) ile 20 mL'ye tamamlanarak iyice karıştırılır. Kör çözeltisi (7.4), 0 g/L çözelti olarak kullanılır.</p>	
<p>4.5.4. Standard solution C Take 2 ml of standard solution A (4.5.1) and pipette into a 20 ml volumetric flask, then add 2 ml of internal standard solution B (4.5.2) and make up to volume with 45 % vol. ethanol (4.4), mix thoroughly.</p>	<p>3.5.4. Standart çözelti C Standart çözelti A'dan (3.5.1) 2 mL alınır ve 20 mL'lik balon jöjeye aktarılır, sonra 2 mL iç standart çözeltisi B'den (3.5.2) eklenir ve hacmen %45'lik etil alkol (3.4) ile 20 mL'ye tamamlanır, iyice karıştırılır.</p>	
<p>5. Apparatus and equipment 5.1. A capillary gas chromatograph fitted with a flame ionisation detector (FID) and integrator or other data handling system capable of measuring peak heights or areas, and with an automatic sampler or the necessary equipment for manual sample injection.</p>	<p>4. Araç ve gereçler 4.1. FID'a bağlı kapiler GC, piklerin alanını ve yüksekliğini ölçebilen bilgisayar programı ya da veri işleme sistemi ve bir otomatik örnekleyici veya manuel numune enjeksiyonu için gerekli aletler.</p>	

<p>5.2. Split/splitless injector 5.3. Capillary column, for example: Length: 50 m Internal diameter: 0,32 mm Film thickness: 0,2 µm Stationary phase: FFAP — modified TPA polyethylene glycol cross- linked porous polymer. 5.4. Common laboratory equipment: A grade volumetric glassware, analytical balance (precision: ± 0,1 mg).</p>	<p>4.2. Split/splitless enjektörü 4.3. Kapiler kolon, örneğin: Uzunluk 50 m, iç çap: 0,32 mm, film kalınlığı: 0,2 µm, sabit faz: FFAP-poröz polimere çapraz bağlı modifiye TPA polietilen glikol. 4.4. Genel laboratuvar gereçleri: A sınıfı ölçülü cam kap/A sınıfı dereceli ölçü silindiri, analitik terazi (± 0,1 mg hassasiyette)</p>	
<p>6. Chromatography conditions The column type and dimensions, and the GC conditions, should be such that anethole and the internal standard are separated from each other and from any interfering substances. Typical conditions for the column given as an example in 5.3 are:</p>	<p>5. Kromatografi koşulları Kolon tipi ve boyutları ve GC koşulları, anetol ve iç standardın birbirlerinden ve diğer karışan maddelerden en iyi şekilde ayrılmasına olanak sağlayacak özellikte olmalıdır. Madde 4.3'te örnek olarak verilen kolon için tipik koşullar aşağıda verilmiştir:</p>	
<p>6.1. Carrier gas: analytical helium 6.2. Flow rate: 2 ml/min 6.3. Injector temperature: 250 o C 6.4. Detector temperature: 250 o C 6.5. Oven temperature conditions: isothermal, 180 o C, run time 10 minutes 6.6. Injection volume: 1 µl, split 1:40.</p>	<p>5.1. Taşıyıcı gaz: Analitik helyum 5.2. Akış hızı: 2 mL/dk 5.3. Enjeksiyon sıcaklığı: 250 °C 5.4. Dedektör sıcaklığı: 250 °C 5.5. Fırın sıcaklık koşulları: izotermal, 10 dakikada 180 °C'ye erişebilen 5.6. Enjeksiyon hacmi: 1µL, split oranı 1:40</p>	
<p>7. Samples Samples should be stored at room temperature, away from light and cold.</p>	<p>6. Numuneler Numuneler oda sıcaklığında, cam kaplarda, güneş ışığından uzakta (mümkünse karanlıkta soğukta) saklanmalıdır.</p>	

<p>8. Procedure 8.1. Sample screening for estragole To ensure that there is no estragole naturally present in the sample, a blank analysis should be carried out without the addition of any internal standard. If estragole is naturally present then another internal standard must be chosen (for instance menthol). Pipette 2 ml sample into a 20 ml volumetric flask and make up to volume with 45 % vol. ethanol (4.4), mix thoroughly.</p>	<p>7. İşlem 7.1. Estragol için numune taraması - Numunede doğal olarak estragol bulunmadığından emin olmak için, iç standart eklenmeden bir kör analiz gerçekleştirilir. Eğer doğal olarak estragol bulunuyorsa o zaman farklı bir iç standart seçilmelidir (örneğin mentol). - 20 mL'lik balon jöjeye 2 mL numune pipetle aktarılır ve hacmen %45'lik etil alkol (3.4) ile 20 mL'ye tamamlanır ve iyice karıştırılır.</p>	
<p>8.2. Preparation of unknown samples Pipette 2 ml sample into a 20 ml volumetric flask then add 2 ml of internal standard solution B (4.5.2) and make up to volume with 45 % vol. ethanol (4.4), mix thoroughly.</p>	<p>7.2. Bilinmeyen numunelerin hazırlanması - 20 mL'lik balon jöjeye 2 mL numune pipetle aktarılır. Sonra iç standart çözeltisi B (3.5.2)'den 2 mL ilave edilir ve hacmen %45'lik etil alkol (3.4) ile 20 mL'ye tamamlanarak iyice karıştırılır.</p>	
<p>8.3. Blank Pipette 2 ml of internal standard solution B (4.5.2) into a 20 ml volumetric flask and make up to volume with 45 % vol. ethanol (4.4), mix thoroughly.</p>	<p>7.3. Kör - 20 mL'lik balon jöjeye iç standart çözeltisi B (3.5.2)'den 2 mL pipetle aktarılır ve hacmen %45'lik etil alkol (3.4) ile 20 mL'ye tamamlanır ve iyice karıştırılır.</p>	
<p>8.4. Linearity test Prior to the commencement of the analysis the linearity of the response of the FID should be checked by successively analysing in triplicate each of the linearity standard solutions (4.5.3). From the integrator peak areas or peak heights for each injection plot a graph of their mother solution concentration in g/l versus the ratio R for each. $R = \frac{\text{trans-anethole peak height or area}}{\text{estragole peak height or area}}$ A linear plot should be obtained.</p>	<p>7.4. Doğrusallık testi - Analize başlamadan önce FID tepki doğrusallığı, doğrusallık standart çözeltilerinin (3.5.3) her birinin üç kez başarıyla analiz edilmesiyle kontrol edilmelidir. - Her enjeksiyon için, bilgisayar programının pik alanları ve yüksekliklerinden; her biri için R oranına karşılık, onların ana çözeltilerinin g/L olarak konsantrasyonunun grafiği çizilir. $R = \frac{\text{Estragol pik yüksekliği veya alanı}}{\text{trans-anetol pik yüksekliği veya alanı}}$ Doğrusal bir eğri elde edilmelidir.</p>	

<p>8.5. Determination Inject the blank solution (8.3), followed by standard solution C (4.5.4), followed by one of the linearity standards (4.5.3) which will act as a quality control sample (this may be chosen with reference to the probable concentration of trans-anethole in the unknown), followed by five unknowns (8.2); insert a linearity (quality control) sample after every five unknown samples, to ensure analytical stability.</p>	<p>7.5. Belirleme Kör çözelti (7.3) enjekte edilir. Sonra standart çözelti C (3.5.4) enjekte edilir ve bunu kalite kontrol numunesi olarak (Bu numune bilinmeyen numunedeki trans-anetolün muhtemel konsantrasyonunun referansı ile seçilebilir.) hareket eden doğrusallık standart çözeltilerinin birisi (3.5.3) ve 5 tane bilinmeyen numune (7.2) takip eder. Her bilinmeyen numuneden sonra analitik kararlılığı saptamak için bir doğrusallık (kalite kontrol) numunesi enjekte edilir.</p>	
<p>9. Calculation of response factor Measure either peak areas (using an integrator or other data system) or peak heights (manual integration) for trans-anethole and internal standard peaks.</p>	<p>8. Tepki faktörünün hesaplanması Trans-anetol ve iç standart pikleri için; pik alanları (bilgisayar sistemi ya da başka bir veri sistemi kullanarak) ya da pik yükseklikleri (manuel integrasyon) ölçülür.</p>	
<p>9.1. Response factor (RF_i) calculation The response factor is calculated as follows $RF_i = (C_i / \text{area or height } i) \cdot (\text{area or height } is / C_{is})$ where: C_i is the concentration of trans-anethole in the standard solution A (4.5.1) C_{is} is the concentration of internal standard in the standard solution B (4.5.2) area_i is the area (or height) of the trans-anethole peak area_{is} the area (or height) of the internal standard peak RF_i is calculated from the five samples of solution C (4.5.4).</p>	<p>8.1. Tepki faktörü (RF_i) hesaplama Tepki faktörü şu şekilde hesaplanır: $RF_i = (C_i / \text{alan}_i \text{ ya da yükseklik}_i) \times (\text{alan}_{is} \text{ ya da yükseklik}_{is} / C_{is})$ Burada, C_i: Standart çözelti A (3.5.1) içerisindeki trans-anetolün konsantrasyonu C_{is}: İç standart çözeltisi B (3.5.2) içerisindeki iç standardın konsantrasyonu Alan_i: Trans-anetol pikinin alanı (ya da yüksekliği) Alan_{is}: İç standart pikinin alanı (ya da yüksekliği)'ni ifade eder. RF_i, standart çözelti C'nin (3.5.4) 5 numunesinden hesaplanır.</p>	
<p>9.2. Analysis of the linearity response test solutions Inject the linearity response test solutions (4.5.3). 9.3. Analysis of the sample Inject the unknown sample solution (8.2).</p>	<p>8.2. Test çözeltilerinin doğrusallık tepkisinin analizi Doğrusallık tepki test çözeltileri (3.5.3) enjekte edilir. 8.3. Numunenin analizi Bilinmeyen numune çözeltisi enjekte edilir.</p>	

<p>10. Calculation of results</p> <p>The formula for the calculation of the concentration of trans-anethole is the following:</p> $c_i = C_{is} \times (\text{area or height}_i / \text{area or height}_{is}) \times RF_i$ <p>where:</p> <p>c_i is the unknown trans-anethole concentration</p> <p>C_{is} is the concentration of internal standard in the unknown (4.5.2)</p> <p>Area or height_i is the area or height of the trans-anethole peak</p> <p>Area or height_{is} the area or height of the internal standard peak</p> <p>RF_i is the response coefficient (calculated as in 9.1)</p> <p>The trans-anethole concentration is expressed as grams per litre, to one decimal place.</p>	<p>9. Sonuçların hesaplanması</p> <p>Trans-anetol konsantrasyonunun hesaplaması için kullanılan formül şu şekildedir:</p> $C_i = C_{is} \times (\text{alan}_i \text{ ya da yükseklik}_i / \text{alan}_{is} \text{ ya da yükseklik}_{is}) \times RF_i$ <p>C_i: Bilinmeyen trans-anetol konsantrasyonu C_{is}: Bilinmeyen çözelti (3.5.2) içerisindeki iç standardın konsantrasyonu Alan_i ya da yükseklik_i: Trans-anetol pikinin alanı ya da yüksekliği Alan_{is} ya da yükseklik_{is}: İç standart pikinin alanı ya da yüksekliği RF_i: Tepki faktörü (8.1'deki gibi hesaplanır) Trans-anetol konsantrasyonu, g/L şeklinde tek ondalıklı olarak verilir.</p>	
<p>11. Quality assurance and control</p> <p>The chromatograms should be such that anethole and the internal standard are separated from each other and from any interfering substances. The RF_i value is calculated from the results for the five injections of solution C (4.5.4). If the coefficient of variation ($CV\% = (\text{standard deviation}/\text{mean}) \times 100$) is within plus or minus 1 %, the RF_i average value is acceptable. The calculation above should be used to calculate the concentration of trans-anethole in the sample selected for the quality control from the linearity control solutions (4.5.3). If the mean calculated results from analysis of the linearity solution selected for internal quality control sample (IQC) are within plus or minus 2,5 % of their theoretical value, then the results for the unknown samples can be accepted.</p>	<p>10. Kalite güvence ve kontrolü</p> <p>Kromatogramlar anetol ve iç standardın birbirlerinden ve diğer karışan maddelerden en iyi şekilde ayrılmasına olanak sağlayacak nitelikte olmalıdır.</p> <p>RF_i değeri, çözelti C'nin (3.5.4) 5 enjeksiyon tekrarından hesaplanır. Eğer varyasyon katsayısı [$\%CV = (\text{standart sapma}/\text{ortalama}) \times 100$] $\pm \%1$ ise, RF_i ortalama değeri kabul edilebilir.</p> <p>Yukarıdaki hesaplama, doğrusallık kontrol çözeltilerinden (3.5.3) kalite kontrol için seçilmiş numunedeki trans-anetol konsantrasyonunun hesaplanması için kullanılır. İç kalite kontrol numunesi için seçilmiş doğrusallık çözeltilerinin analiz sonuçlarından hesaplanan ortalama; teorik değerlerinin $\pm \%2,5$'u ise, bilinmeyen numunelerin sonuçları kabul edilebilir olarak değerlendirilir.</p>	

<p>12. Treatment of spirits sample containing large amount of sugar and of liqueur sample prior to GC analysis Extraction of alcohol from spirit drink containing a large amount of sugar, in order to be able to determine the trans-anethole concentration using capillary gas chromatography.</p>	<p>11. GC analizinden önce likör numunelerinin ve yüksek miktarlarda şeker içeren yüksek alkollü içki numunesinin analize hazırlanması Kapiler GC kullanılarak, trans-anetol konsantrasyonunun belirlenebilmesi için, yüksek miktarda şeker içeren alkollü içkilerden alkolün ekstraksiyonu:</p>	
<p>12.1. Principle An aliquot of the liqueur sample is taken and to this is added the internal standard, at a concentration similar to that of the analyte (trans-anethole) in the liqueur. To this are added sodium phosphate dodecahydrate and anhydrous ammonium sulphate. The resulting mixture is well shaken and chilled, two layers develop, and the upper alcohol layer is removed. An aliquot of this alcohol layer is taken and diluted with 45 % ethanol solution (4.4) (Note: no internal standard is added at this stage, because it has already been added). The resulting solution is analysed in gas chromatography.</p>	<p>11.1. Prensiip Bir miktar likör numunesi alınır ve likördeki analitin (trans-anetol) konsantrasyonuna benzer konsantrasyonda iç standart eklenir. Buna, sodyum fosfat dodekahidrat ve susuz amonyum sülfat eklenir. Oluşan karışım iyice çalkalanır ve soğutulur. İki tabaka oluşur, üstteki alkol tabakası uzaklaştırılır. Bu alkol tabakasından bir kısım alınır ve % 45'lik etil alkol çözeltisi (3.4) ile seyreltilir (Bu aşamada iç standart eklenmez çünkü daha önce zaten eklenmiştir.). Elde edilen çözelti GC'de analiz edilir.</p>	
<p>12.2. Reagents and materials During the extraction use only reagents of a purity greater than 99 %. 12.2.1. Ammonium sulphate, anhydrous, (CAS 7783-20-2). 12.2.2. Sodium phosphate, dibasic, dodecahydrate, (CAS 10039-32-4).</p>	<p>11.2. Reaktifler ve materyaller Alkolün ekstraksiyonu sırasında yalnızca %99'dan daha yüksek saflıkta reaktifler kullanılır. 11.2.1. Susuz amonyum sülfat, (CAS 7783-20-2) 11.2.2. Dibazik sodyum fosfat, dodekahidrat (CAS 10039-32-4)</p>	
<p>12.3. Apparatus and equipment Conical flasks, separating flasks, refrigerator. 12.4. Procedure 12.4.1. Sample screening for estragole To ensure that there is no estragole naturally present in the sample, a blank extraction (12.6.2) and analysis should be carried out without the addition of any internal standard. If estragole is naturally present then another internal standard must be chosen.</p>	<p>11.3. Araç ve gereçler Erlenler, ayırma hunileri, buzdolabı. 11.4. İşlem 11.4.1. Estragol için numune taraması Numunede doğal olarak estragol bulunmadığından emin olmak için herhangi bir iç standart eklenmeden kör ekstraksiyon ve analiz gerçekleştirilir. Eğer doğal olarak estragol bulunuyorsa o zaman farklı bir iç standart seçilmelidir.</p>	

<p>12.4.2. Extraction</p> <p>Pipette 5 ml of 96 % ethanol (4.1) into a conical flask, weigh into this flask 50 mg of internal standard (4.3), and add 50 ml of the sample. Add 12 g of ammonium sulphate, anhydrous (12.2.1), and 8.6 g of dibasic sodium phosphate, dodecahydrate (12.2.2). Stopper the conical flask.</p> <p>Shake the flask for at least 30 minutes. A mechanical shaking device may be used, but not a Teflon coated magnetic stirring bar, as the Teflon will absorb some of the analyte. Note that the added salts will not dissolve completely.</p> <p>Place the stoppered flask in a refrigerator ($T < 5\text{ C}$) for at least two hours.</p> <p>After this time, there should be two distinct liquid layers and a solid residue. The alcohol layer should be clear; if not, replace in the refrigerator until a clear separation is achieved.</p> <p>When the alcohol layer is clear, carefully take an aliquot (e.g. 10 ml), without disturbing the aqueous layer, place in an amber vial and close securely.</p>	<p>11.4.2. Ekstraksiyon</p> <ul style="list-style-type: none"> - 5 mL hacmen %96'lık etil alkol (3.1) erlene aktarılarak erlen içerisine 50 mg iç standart (3.3) tartılır ve 50 mL numune eklenir. 12 g susuz amonyum sülfat (11.2.1) ve 8,6 g dibazik sodyum fosfat, dodekahidrat (11.2.2) eklenerek erlen kapatılır. - Erlen en az 30 dakika çalkalanır. Mekanik karıştırıcı kullanılabilir ancak teflon kaplamalı manyetik karıştırıcı kullanılmaz. Çünkü teflon analitin bir kısmını absorbe edebilir. Eklenen tuzların bütünüyle çözünmesi beklenmez. - Kapalı erlen buzdolabında $5\text{ }^{\circ}\text{C}$'den düşük sıcaklıkta en az 2 saat bekletilmelidir. - Bu süre sonunda iki ayrı sıvı faz ve katı çöküntü oluşur. Alkol tabakası berrak olmalıdır. Değilse berrak tabaka oluşuncaya kadar buzdolabında bekletilmelidir. - Alkol tabakası berrak olduğunda, sıvı fazını bozmadan dikkatlice bir miktar (örneğin 10 mL) alınır, amber renkli tartı kabına konulur ve sıkı bir şekilde kapatılır. 	
<p>12.4.3. Preparation of the extracted sample to be analysed</p> <p>Allow extract (12.4.2) to reach room temperature. Take 2 ml of the alcohol layer of the attemperated extracted sample and pipette into a 20 ml volumetric flask, make up to volume with 45 % ethanol (4.4), mix thoroughly.</p>	<p>11.4.3. Ekstrakte edilen numunenin analize hazırlanması</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ekstraktın (11.4.2) oda sıcaklığına erişmesi sağlanır. - Ekstrakte edilmiş numunenin alkol fazından 2 mL alınarak 20 mL'lik balon jojeye konulur. %45'lik etil alkol ile (3.4) 20 mL'ye tamamlanır ve iyice karıştırılır. 	
<p>12.5. Determination</p> <p>Follow the procedure as outlined in 8.5.</p>	<p>11.5. Belirleme</p> <p>Madde 7.5'teki işlem takip edilir.</p>	

<p>12.6. Calculation of results</p> <p>Use the following formula to calculate the results:</p> $C_i = (m_{is}/V) + (area_i/area_{is}) \times RF_i$ <p>where:</p> <p>m_{is} is the weight of internal standard (4.3) taken (12.4.2) (in milligrams)</p> <p>V is the volume of unknown sample (50 ml)</p> <p>RF_i is the response factor (9.1)</p> <p>$area_i$ is the area of the trans-anethole peak</p> <p>$area_{is}$ is the area of the internal standard peak</p> <p>The results are expressed in grams per litre, to one decimal place.</p>	<p>11.6. Sonuçların hesaplanması</p> <p>Sonuçların hesaplanması için şu formül kullanılır:</p> $C_i = (m_{is}/V) \times (alan_i/alan_{is}) \times RF_i$ <p>Burada;</p> <p>m_{is}: İç standardın ağırlığı (mg) (11.4.2’de tartılan ağırlık)</p> <p>V: Bilinmeyen numunenin hacmi (50 mL)</p> <p>RF_i: Tepki faktörü (8.1)</p> <p>$alan_i$: Trans-anetol pikinin alanı</p> <p>$alan_{is}$: İç standart pikinin alanı’nı ifade eder.</p> <p>Sonuçlar, g/L şeklinde tek ondalıklı olarak verilir.</p>	
<p>12.7. Quality control and assurance</p> <p>Follow the procedure as outlined in 11 above.</p> <p>13. Method performance characteristics (precision)</p> <p>Statistical results of the interlaboratory test: the following tables give the values for anethole.</p> <p>The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures.</p>	<p>11.7. Kalite kontrol ve güvence</p> <p>Madde 10’daki işlem takip edilir.</p> <p>12. Metot performans karakteristikleri (kesinlik)</p> <p>Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları:</p> <p>Aşağıdaki tablolar anetol için değerleri verir. Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir.</p>	

<p>Year of interlaboratory test 1998</p> <p>Number of laboratories 16</p> <p>Number of samples 10</p> <p>Analyte anethole</p> <p>Pastis:</p>							<p>Laboratuvarlararası analiz yılı 1998</p> <p>Laboratuvar sayısı 16</p> <p>Numune sayısı 10</p> <p>Analit Anetol</p> <p>Pastis:</p>																																																																																																																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Samples</th> <th>A</th> <th>B</th> <th>C</th> <th>D</th> <th>E</th> <th>F</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Number of laboratories retained after eliminating outliers</td> <td>15</td> <td>15</td> <td>15</td> <td>13</td> <td>16</td> <td>16</td> </tr> <tr> <td>Number of outliers (laboratories)</td> <td>1</td> <td>1</td> <td>1</td> <td>3</td> <td>—</td> <td>—</td> </tr> <tr> <td>Number of accepted results</td> <td>30</td> <td>30</td> <td>30</td> <td>26</td> <td>16</td> <td>16</td> </tr> <tr> <td>Mean value g/l</td> <td>1,477</td> <td>1,955</td> <td>1,940</td> <td>1,833</td> <td>1,741</td> <td>1,754</td> </tr> <tr> <td>Repeatability standard deviation (S_r) g/l</td> <td>0,022</td> <td>0,033</td> <td>0,034</td> <td>0,017</td> <td>—</td> <td>—</td> </tr> <tr> <td>Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)</td> <td>1,5</td> <td>1,7</td> <td>1,8</td> <td>0,9</td> <td>—</td> <td>—</td> </tr> <tr> <td>Repeatability limit (r) g/l</td> <td>0,062</td> <td>0,093</td> <td>0,096</td> <td>0,047</td> <td>—</td> <td>—</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility standard deviation (S_R) g/l</td> <td>0,034</td> <td>0,045</td> <td>0,063</td> <td>0,037</td> <td>0,058</td> <td>0,042</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)</td> <td>2,3</td> <td>2,3</td> <td>3,2</td> <td>2,0</td> <td>3,3</td> <td>2,4</td> </tr> <tr> <td>Reproducibility limit (R) g/l</td> <td>0,094</td> <td>0,125</td> <td>0,176</td> <td>0,103</td> <td>0,163</td> <td>0,119</td> </tr> </tbody> </table>							Samples	A	B	C	D	E	F	Number of laboratories retained after eliminating outliers	15	15	15	13	16	16	Number of outliers (laboratories)	1	1	1	3	—	—	Number of accepted results	30	30	30	26	16	16	Mean value g/l	1,477	1,955	1,940	1,833	1,741	1,754	Repeatability standard deviation (S_r) g/l	0,022	0,033	0,034	0,017	—	—	Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	1,5	1,7	1,8	0,9	—	—	Repeatability limit (r) g/l	0,062	0,093	0,096	0,047	—	—	Reproducibility standard deviation (S_R) g/l	0,034	0,045	0,063	0,037	0,058	0,042	Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	2,3	2,3	3,2	2,0	3,3	2,4	Reproducibility limit (R) g/l	0,094	0,125	0,176	0,103	0,163	0,119	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Numuneler</th> <th>A</th> <th>B</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı</td> <td>15</td> <td>15</td> </tr> <tr> <td>Sapma gösteren laboratuvar sayısı</td> <td>1</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>Kabul edilen sonuç sayısı</td> <td>30</td> <td>30</td> </tr> <tr> <td>Ortalama değer, g/L</td> <td>1,477</td> <td>1,955</td> </tr> <tr> <td>Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) g/L,</td> <td>0,022</td> <td>0,033</td> </tr> <tr> <td>Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)</td> <td>1,5</td> <td>1,7</td> </tr> <tr> <td>Tekrar edilebilirlik sınırı (r), g/L</td> <td>0,062</td> <td>0,093</td> </tr> <tr> <td>Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), g/L</td> <td>0,034</td> <td>0,045</td> </tr> <tr> <td>Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)</td> <td>2,3</td> <td>2,3</td> </tr> <tr> <td>Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), g/L</td> <td>0,094</td> <td>0,125</td> </tr> </tbody> </table>			Numuneler	A	B	Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	15	15	Sapma gösteren laboratuvar sayısı	1	1	Kabul edilen sonuç sayısı	30	30	Ortalama değer, g/L	1,477	1,955	Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) g/L,	0,022	0,033	Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	1,5	1,7	Tekrar edilebilirlik sınırı (r), g/L	0,062	0,093	Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), g/L	0,034	0,045	Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	2,3	2,3	Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), g/L	0,094	0,125		
Samples	A	B	C	D	E	F																																																																																																																			
Number of laboratories retained after eliminating outliers	15	15	15	13	16	16																																																																																																																			
Number of outliers (laboratories)	1	1	1	3	—	—																																																																																																																			
Number of accepted results	30	30	30	26	16	16																																																																																																																			
Mean value g/l	1,477	1,955	1,940	1,833	1,741	1,754																																																																																																																			
Repeatability standard deviation (S_r) g/l	0,022	0,033	0,034	0,017	—	—																																																																																																																			
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	1,5	1,7	1,8	0,9	—	—																																																																																																																			
Repeatability limit (r) g/l	0,062	0,093	0,096	0,047	—	—																																																																																																																			
Reproducibility standard deviation (S_R) g/l	0,034	0,045	0,063	0,037	0,058	0,042																																																																																																																			
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	2,3	2,3	3,2	2,0	3,3	2,4																																																																																																																			
Reproducibility limit (R) g/l	0,094	0,125	0,176	0,103	0,163	0,119																																																																																																																			
Numuneler	A	B																																																																																																																							
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	15	15																																																																																																																							
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	1	1																																																																																																																							
Kabul edilen sonuç sayısı	30	30																																																																																																																							
Ortalama değer, g/L	1,477	1,955																																																																																																																							
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) g/L,	0,022	0,033																																																																																																																							
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	1,5	1,7																																																																																																																							
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), g/L	0,062	0,093																																																																																																																							
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), g/L	0,034	0,045																																																																																																																							
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	2,3	2,3																																																																																																																							
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), g/L	0,094	0,125																																																																																																																							
<p>Sample types:</p> <p>A pastis, blind duplicates</p> <p>B pastis, blind duplicates</p> <p>C pastis, blind duplicates</p> <p>D pastis, blind duplicates</p> <p>E pastis, single duplicates</p> <p>F pastis, single duplicates</p>							<p>Numune türleri</p> <p>A pastis, kör tekrarlar</p> <p>B pastis, kör tekrarlar</p> <p>C pastis, kör tekrarlar</p> <p>D pastis, kör tekrarlar</p> <p>E pastis, tek tekrar</p> <p>F pastis, tek tekrar</p>																																																																																																																		

Diğer anason aromalı distile alkollü içkiler:

Numuneler	G	H
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	16	14
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	–	2
Kabul edilen sonuç sayısı	32	28
Ortalama değer, g/L	0,778 0,530(*)	1,742
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_f) g/L,	0,020	0,012
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_f) (%)	3,1	0,7
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), g/L	0,056	0,033
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), g/L	0,031	0,029
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	4,8	1,6
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), g/L	0,088	0,080
Numune türleri G ouzo, split oranı (*) H anis, kör tekrarlar I anason aromalı likör, tekrarlar J anason aromalı likör, tekrarlar		

Other aniseed-flavoured spirit drinks:

Samples	G	H	I	J
Number of laboratories retained after eliminating outliers	16	14	14	14
Number of outliers (Laboratories)	–	2	1	1
Number of accepted results	32	28	28	28
Mean value g/l	0,778 0,530(*)	1,742	0,351	0,599
Repeatability standard deviation (S_r) g/l	0,020	0,012	0,013	0,014
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	3,1	0,7	3,8	2,3
Repeatability limit (r) g/l	0,056	0,033	0,038	0,038
Reproducibility standard deviation (S_R) g/l	0,031	0,029	0,021	0,030
Repeatability relative standard deviation (RSD_R) (%)	4,8	1,6	5,9	5,0
Reproducibility limit (R) g/l	0,088	0,080	0,058	0,084

Sample types:

G ouzo, split levels (*)

H anis, blind duplicates

I aniseed-flavoured liqueur, duplicates

J aniseed-flavoured liqueur, duplicates

VI. GLYCYRRHIZIC ACID. DETERMINATION OF GLYCYRRHIZIC ACID USING HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY	Ek-5 YÜKSEK PERFORMANSLI SIVI KROMATOĞRAFİSİ KULLANILARAK GLİSİRİZİK ASİTİN BELİRLENMESİ	
<p>1. Scope This method is suitable for the determination of glycyrrhizic acid in aniseed-flavoured spirit drinks using high performance liquid chromatography (HPLC). Regulation (EEC) No 1576/89 specifies that any aniseed-flavoured spirit called 'pastis' must contain between 0,05 and 0,5 g of glycyrrhizic acid per litre.</p>	<p>1. Kapsam Bu metot, anason aromalı distile alkollü içkilerde glisirhizik asitin HPLC kullanılarak belirlenmesi için kullanılır. Distile Alkollü İçkiler Tebliği'nde "pastis" olarak adlandırılan anason aromalı distile alkollü içkilerde glisirhizik asit miktarının 0,05 g/L'den az, 0,5 g/L'den çok olmaması gerektiği belirtilmektedir.</p>	
<p>2. Normative references ISO 3696: 1987 Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.</p>		
<p>3. Principle The glycyrrhizic acid concentration is determined using high-performance liquid chromatography (HPLC) with UV detection. A standard solution and the test sample are filtered and they are separately injected directly into the HPLC system.</p>	<p>2. Prensi Glisirhizik asit konsantrasyonu, UV detektörlü HPLC kullanılarak belirlenir. Standart çözelti ve test numunesi filtre edildikten sonra HPLC'ye ayrı ayrı doğrudan enjekte edilir.</p>	
<p>4. Reagents and materials During the analysis, use only reagents of HPLC grade, absolute ethanol and water of grade 3 as defined by ISO 3696.</p> <p>4.1. Ethanol 96 % vol. (CAS 64-17-5).</p> <p>4.2. Ammonium glycyrrhizinate, C₄₂H₆₂O₁₆.NH₃ (Glycyrrhizic acid ammonium salt) (Mol. Wt.: 839,98)(CAS 53956-04-0): purity at least 90 % (Mol. Wt.: glycyrrhizic acid 822,94).</p> <p>4.3. Glacial acetic acid, CH₃COOH, (CAS 64-19-7).</p> <p>4.4. Methanol, CH₃OH (CAS 67-56-1).</p>	<p>3. Reaktifler ve materyaller Analiz sırasında sadece HPLC saflığında reaktifler ve TS EN ISO 3696'da tanımlanan sınıf 3 su kullanılır.</p> <p>3.1. Hacmen %96'lık etil alkol, (CAS 64-17-5)</p> <p>3.2. Amonyum glisirhizinat, C₄₂H₆₂O₁₆.NH₃ (Glisirhizik asit amonyum tuzu) (Molekül ağırlığı: 839,98)(CAS 53956-04-0): en az %90 saflıkta (Molekül ağırlığı: glisirhizik asit 822,94)</p> <p>3.3. Buzlu asetik asit, CH₃COOH, (CAS 64-19-7)</p> <p>3.4. Metil alkol, CH₃OH (CAS 67-56-1)</p>	
<p>4.5. Ethanol 50 % vol. For 1 000 ml at 20 °C: — 96 % vol. ethanol (4.1): 521 ml — Water (2.0): 511 ml.</p>	<p>3.5. Hacmen %50'lik etil alkol, 20 °C'de 1000 mL için: - Hacmen %96'lık etil alkol (3.1): 521 mL - Su: 511 mL</p>	

<p>4.6. Preparation of the HPLC elution solutions</p> <p>4.6.1. Elution solvent A (example) 80 parts (by volume) of water (2.0) 20 parts (by volume) of acetic acid (4.3). Degas the elution solvent for five minutes. Note: If the water being used has not been microfiltered, it is advisable to filter the prepared elution solvent on a filter for organic solvents with a pore size less than or equal to 0,45 µm.</p> <p>4.6.2. Elution solvent B Methanol (4.4).</p>	<p>3.6. HPLC elüsyon çözeltilerinin hazırlanması</p> <p>3.6.1. Elüsyon çözücü A (örnek) Hacimce 80 birim su, 20 birim asetik asit (3.3). Elüsyon çözücünün 5 dakika süresince gazı alınır. <i>Not:</i> Eğer kullanılan su mikrofiltre edilmemiş ise hazırlanan elüsyon çözücünün filtrasyonunda, gözenek büyüklüğü en fazla 0,45 µm olan, organik çözücüler için kullanılan filtreler tavsiye edilir.</p>	
<p>4.7. Preparation of standard solutions All standard solutions must be freshly prepared after two months.</p> <p>4.7.1. Reference solution C Weigh to the nearest 0,1 mg, 25 mg of ammonium glycyrrhizinate (4.2) in a 100 ml volumetric flask. Add some 50 % vol. ethanol (4.5) and dissolve the ammonium glycyrrhizinate. When it has dissolved make up to the mark with 50 % vol. ethanol (4.5). Filter through a filter for organic solvents.</p>	<p>3.6.2. Elüsyon çözücü B Metil alkol (3.4)</p> <p>3.7. Standart çözeltilerin hazırlanması Tüm standart çözeltiler her 2 ayda bir yeniden hazırlanmalıdır.</p> <p>3.7.1. Referans çözelti C - 100 mL'lik balon jöjeye 0,1 mg hassasiyetle 25 mg amonyum glisirhizinat (3.2) tartılır. Bir miktar %50'lik etil alkol (3.5) eklenir ve amonyum glisirhizinat çözündürülür. Çözünmesinin ardından %50'lik etil alkol ile (3.5) hacmi tamamlanır ve organik çözücüler için kullanılan filtre ile filtre edilir.</p>	

<p>4.7.2. Standard solutions used to check the linearity of the response of the instrumentation A 1,0 g/l stock solution is prepared by weighing, to the nearest 0,1 mg, 100 mg of ammonium glycyrrhizinate in a 100 ml volumetric flask. Add some 50 % vol. ethanol (4.5) and dissolve the ammonium glycyrrhizinate. When it has dissolved make up to the mark with 50 % vol. ethanol (4.5). At least four other solutions corresponding to 0,05, 0,1, 0,25 and 0,5 g/l of ammonium glycyrrhizinate are prepared by pipetting respectively 5 ml, 10 ml, 25 ml and 50 ml of the 1,0 g/l stock solution in separate 100 ml volumetric flasks. Then make up to the mark with 50 % vol. ethanol (4.5) and mix up thoroughly. Filter all solutions through a filter for organic solvents.</p>	<p>3.7.2. Cihazın doğrusallık tepkisini kontrol etmek için kullanılan standart çözeltiler - 1,0 g/L stok çözelti hazırlamak için 100 mL'lik balon jofeye 0,1 mg hassasiyetle 100 mg amonyum glisirhizinat tartılır. Bir miktar %50'lik etil alkol (3.5) eklenir ve amonyum glisirhizinat çözündürülür. Çözünmesinin ardından %50'lik etil alkol ile (3.5) hacmi tamamlanır. - 0,05 - 0,1 - 0,25 ve 0,5 g/L amonyum glisirhizinata karşılık gelen en az dört başka çözelti, 100 mL'lik balon jofelere ayrı ayrı 1,0 g/L stok çözeltilerden sırasıyla 5 mL, 10 mL, 25 mL ve 50 mL aktararak hazırlanır. Hacimleri %50'lik etil alkol ile (3.5) tamamlanır ve iyice karıştırılır. Tüm çözeltiler organik çözücüler için kullanılan filtre ile filtre edilir.</p>	
<p>5. Apparatus and equipment 5.1. Separation system 5.1.1. High-performance liquid chromatograph. 5.1.2. Pumping system enabling one to achieve and maintain a constant or programmed rate of flow with great precision. 5.1.3. UV spectrophotometric detection system: to be set at 254 nm. 5.1.4. Solvent degassing system.</p>	<p>4. Araç ve gereçler 4.1. Ayırma sistemi 4.1.1. HPLC 4.1.2. Bir kez ayarlandığı akış hızında sabit kalabilen ya da yüksek duyarlılıkta akış hızına programlanabilen pompalama sistemi 4.1.3. 254 nm'ye ayarlı UV spektrofotometrik tespit/saptama sistemi 4.1.4. Çözücüdeki gazı giderici sistem</p>	
<p>5.2. Computational integrator or recorder, the performance of which is compatible with the rest of the system. 5.3. Column (example): Material: stainless steel or glass Internal diameter: 4 to 5 mm Length: 100 to 250 mm Stationary phase: cross-linked silica with a (preferably spherical) octadecyl functional group (C18), maximum particle size: 5 µm.</p>	<p>4.2. Sayısal bilgisayar programı ya da kaydedici, sistemin geri kalanı ile uyumlu bir performansla sahip. 4.3. Kolon (örnek); Paslanmaz çelik ya da cam materyalden yapılmış, iç çapı 4-5 mm, uzunluğu 100-250 mm, sabit fazı partikül boyutu en fazla 5 µm, (tercihen küresel) oktadesil fonksiyonel grup (C18) ile çapraz bağlı silika olan.</p>	

<p>5.4. Laboratory equipment</p> <p>5.4.1. Analytical balance with a precision of 0,1 mg</p> <p>5.4.2. A-grade volumetric glassware</p> <p>5.4.3. Micromembrane filtration arrangement for small volumes.</p>	<p>4.4. Laboratuvar gereçleri</p> <p>4.4.1. 0,1 mg hassasiyetinde analitik terazi,</p> <p>4.4.2. A sınıfı ölçülü cam kap/A sınıfı dereceli ölçü silindiri</p> <p>4.4.3. Küçük hacimler için mikromembran filtrasyon düzeneği</p>	
<p>6. Chromatography conditions</p> <p>6.1. Elution characteristics: (example)</p> <p>— flow rate: 1 ml/minute,</p> <p>— solvent A = 30 %,</p> <p>— solvent B = 70 %.</p> <p>6.2. Detection:</p> <p>— UV = 254 nm</p>	<p>5. Kromatografi koşulları</p> <p>5.1. Elüsyon karakteristikleri (örnek)</p> <p>- Akış hızı: 1 mL/dk</p> <p>- Çözücü A = %30</p> <p>- Çözücü B = %70</p> <p>5.2. Tespit/Saptama</p> <p>- UV = 254 nm</p>	
<p>7. Procedure</p> <p>7.1. Preparation of the spirit sample</p> <p>Filter, if necessary, through a filter for organic solvents (pore diameter: 0,45 µm).</p>	<p>6. İşlem</p> <p>6.1. Yüksek alkollü içki numunesinin hazırlanması</p> <p>Eğer gerekli ise gözenek büyüklüğü en fazla 0,45 µm olan ve organik çözücüler için kullanılan filtre ile filtre edilir.</p>	

<p>7.2. Determination</p> <p>Once the chromatography conditions have stabilised,</p> <ul style="list-style-type: none"> — inject 20 µl of the reference solution C (4.7.1), — inject 20 µl of the sample solution, — compare the two chromatograms. Identify the glycyrrhizic acid peaks from their retention times. Measure their areas (or heights) and calculate the concentration in g/l to two decimal figures using the following equation: $c = c \times \frac{h \times P \times 823}{H \times 100 \times 840}$ <p>where:</p> <ul style="list-style-type: none"> c is the concentration in grams per litre of glycyrrhizic acid in the spirit being analysed C is the concentration in grams per litre of ammonium glycyrrhizinate in the reference solution h is the area (or height) of the glycyrrhizic acid peak of the spirit being analysed H is the area (or height) of the glycyrrhizic acid peak of the reference solution P is the purity of the reference ammonium glycyrrhizinate (in %) 823 is the mass of one mole of glycyrrhizic acid 840 is the mass of one mole of ammonium glycyrrhizinate. 	<p>6.2. Belirleme</p> <p>Öncelikle kromatografi koşulları sabitlenir.</p> <ul style="list-style-type: none"> - 20 µL referans çözeltisi C (3.7.1) enjekte edilir, - 20 µL numune çözeltisi enjekte edilir, - İki kromatogram karşılaştırılır. Alıkonma sürelerinden glisirhizik asidin pikleri tanımlanır. Alanları ya da yükseklikleri ölçülür ve aşağıdaki eşitlik kullanılarak iki ondalıklı olarak g/L şeklinde konsantrasyon hesaplanır: $c = C$ <p>Burada;</p> <p>c: Analiz edilen numunedeki glisirhizik asidin konsantrasyonu (g/L),</p> <p>C: Referans çözeltideki amonyum glisirhizinatin konsantrasyonu (g/L),</p> <p>h: Analiz edilen numunedeki glisirhizik asit pikinin alanı ya da yüksekliğini,</p> <p>H: Referans çözeltideki glisirhizik asit pikinin alanı ya da yüksekliğini,</p> <p>P: Referans amonyum glisirhizinatin % olarak saflığını,</p> <p>823: Bir mol glisirhizik asitin kütleini,</p> <p>840: Bir mol amonyum glisirhizinatin kütleini ifade eder.</p>	
<p>8. Method performance characteristics (precision)</p> <p>Statistical results of the interlaboratory test: the following table give the values for glycyrrhizic acid.</p> <p>The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures.</p>	<p>7. Metot performans karakteristikleri (kesinlik)</p> <p>Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları:</p> <p>Aşağıdaki tablo glisirhizik asit için değerleri verir. Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir.</p>	

Laboratuvarlararası analiz yılı 1998
 Laboratuvar sayısı 16
 Numune sayısı 5
 Analit Glisirhizik asit

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	13	14
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	3	2
Kabul edilen sonuç sayısı	26	28
Ortalama değer, g/L	0,046	0,092 (*),099
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) g/L,	0,001	0,001
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	1,5	1,3
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), g/L	0,002	0,004
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), g/L	0,004	0,007
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	8,6	7,2
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), g/L	0,011	0,019

Numune türleri

Year of interlaboratory test 1998
 Number of laboratories 16
 Number of samples 5
 Analyte glycyrrhizic acid

Samples	A	B	C	D	F
Number of laboratories retained after eliminating outliers	13	14	15	16	16
Number of outliers (laboratories)	3	2	1	—	—
Number of accepted results	26	28	30	32	32
Mean value g/l	0,046	0,092 (*),099	0,089	0,249	0,493
Repeatability standard deviation (S_r) g/l	0,001	0,001	0,001	0,002	0,003
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	1,5	1,3	0,7	1,0	0,6
Repeatability limit (r) g/l	0,002	0,004	0,002	0,007	0,009
Reproducibility standard deviation (S_R) g/l	0,004	0,007	0,004	0,006	0,013
Samples	A	B	C	D	F
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	8,6	7,2	4,0	2,5	2,7
Reproducibility limit (R) g/l	0,011	0,019	0,010	0,018	0,037

Sample types:
 A pastis, blind duplicates
 B pastis, split levels (*)
 C pastis, blind duplicates
 D pastis, blind duplicates
 E pastis, blind duplicates

<p>VII. CHALCONES. HIGH-PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY METHOD FOR VERIFYING THE PRESENCE OF CHALCONES IN PASTIS</p>	<p style="text-align: center;">Ek-6 PASTİSTE KALKONLARIN VARLIĞINI KANITLAMAK İÇİN YÜKSEK PERFORMANS SIVI KROMATOĞRAFİ METODU</p>	
<p>1. Scope This method is suitable for determining whether chalcones are present in aniseed-flavoured drinks or not. Chalcones are natural colorants of the flavonoid family that are present in liquorice root (<i>Glycyrrhiza glabra</i>). For an aniseed-flavoured spirit to be called ‘pastis’, it must contain chalcones (Regulation (EEC) No 1576/89).</p>	<p>1. Kapsam Bu metot, anason aromalı içkilerde kalkonların bulunup bulunmadığını belirlemek amacıyla kullanılır. Kalkonlar, meyan kökünde (<i>Glycyrrhiza glabra</i>) bulunan flavonoid ailesinin doğal renklendiricileridir. Anason aromalı bir distile içkinin “pastis” olarak adlandırılabilmesi için, kalkonlar içermesi gerekir.</p>	
<p>2. Normative references ISO 3696: 1987, Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.</p>		
<p>3. Principle A reference liquorice extract solution is prepared. The presence or absence of chalcones is determined using high-performance liquid chromatography (HPLC) with UV detection.</p>	<p>2. Prensi Referans meyan kökü ekstrakt çözeltisi hazırlanır. Kalkonların bulunup bulunmadığı; UV detektörlü HPLC kullanılarak belirlenir.</p>	
<p>4. Reagents and materials During the analysis, use only reagents of HPLC grade. The ethanol should be 96 % vol. Only water of grade 3 as defined by ISO 3696 should be used.</p>	<p>3. Reaktifler ve materyaller Analiz sırasında, yalnızca HPLC saflığında reaktifler ve TS EN ISO 3696’da tanımlanan sınıf 3 su kullanılır. Etil alkol hacmen %96’lık olmalıdır.</p>	
<p>4.1. Ethanol 96 % vol. (CAS 64-17-5) 4.2. Acetonitrile, CH₃ CN, (CAS 75-05-8) 4.3. Reference substance: <i>Glycyrrhiza glabra</i>: liquorice, ‘sweet root’ Coarsely ground liquorice roots (<i>Glycyrrhiza glabra</i>). Average dimensions of the rodlike particles: length: 10 to 15 mm, thickness: 1 to 3 mm. 4.4. Sodium acetate, CH₃ COONa, (CAS 127-09-3) 4.5. Glacial acetic acid, CH₃ COOH, (CAS 64-19-7)</p>	<p>3.1. Hacmen %96’lık etil alkol (CAS 64-17-5) 3.2. Asetonitril, CH₃CN, (CAS 75-05-8) 3.3. Referans madde: Meyan kökü (<i>Glycyrrhiza glabra</i>) Kabaca öğütülmüş meyan kökü. Çubuk şeklindeki taneciklerin/parçacıkların ortalama boyutları; 10-15 mm uzunluğunda, 1-3 mm kalınlığında. 3.4. Sodyum asetat, CH₃COONa, (CAS 127-09-3) 3.5. Buzlu asetik asit, CH₃COOH, (CAS 64-19-7)</p>	

<p>4.6. Preparation of solutions</p> <p>4.6.1. Ethanol 50 % volume For 1 000 ml at 20 °C: — 96 % vol. ethanol (4.1): 521 ml, — Water (2.0): 511 ml.</p> <p>4.6.2. Solvent A: acetonitrile Acetonitrile (4.2) of HPLC analytical purity. Degas</p> <p>4.6.3. Solvent B: 0,1 M sodium acetate buffer solution, pH 4,66. Weigh 8,203 g of sodium acetate (4.4), add 6,005 g of glacial acetic acid (4.5) and make up to 1 000 ml with water (2) in a volumetric flask.</p>	<p>3.6. Çözeltilerin hazırlanması</p> <p>3.6.1. Hacmen %50'lik etil alkol 20 °C'de 1000 mL için: - Hacmen %96'lık etil alkol (3.1): 521 mL - Su: 511 mL</p> <p>3.6.2. Çözücü A: asetonitril HPLC analitik saflığında, gazı alınmış asetonitril (3.2.)</p> <p>3.6.3. Çözücü B: 0,1 M sodyum asetat tampon çözeltisi, pH 4,66. 8,203 g sodyum asetat (3.4) tartılır, 6,005 g buzlu asetik asit (3.5) eklenir ve balon jodede su ile 1000 mL'ye tamamlanır.</p>	
<p>5. Preparation of the reference extract from <i>Glycyrrhiza glabra</i> (4.3)</p> <p>5.1. Weigh 10 g of ground liquorice root (<i>Glycyrrhiza glabra</i>) (4.3) and place in a round-bottomed distillation flask — add 100 ml of 50 % vol. ethanol (4.6.1), — boil under reflux for one hour, — filter, — set the filtrate aside for later use.</p>	<p>4. <i>Glycyrrhiza glabra</i>'dan (3.3) referans ekstraktın hazırlanması</p> <p>4.1. 10 g öğütülmüş meyan kökü (<i>Glycyrrhiza glabra</i>) (3.3) tartılır ve tabanı yuvarlak distilasyon balonuna aktarılır. - Hacmen %50'lik etil alkolden (3.6.1) 100 mL eklenir. - 1 saat süresince geri akışta kaynatılır. - Filtre edilir. - Sonraki kullanım için filtrat bir tarafa alınır.</p>	
<p>5.2. Recover the liquorice extract from the filter — place in a round-bottomed distillation flask, — add 100 ml of 50 % vol. ethanol (4.6.1), — boil under reflux for one hour, — filter. Set aside the filtrate for later use.</p>	<p>4.2. Filtreden meyan kökü ekstraktının geri eldesi - Yuvarlak tabanlı distilasyon balonuna yerleştirilir. - Hacmen %50'lik etil alkolden (3.6.1) 100 mL eklenir. - 1 saat süresince geri akışta kaynatılır. - Filtre edilir, sonraki kullanım için filtrat bir tarafa alınır.</p>	
<p>5.3. The liquorice root extraction must be performed three times in succession.</p> <p>5.4. Combine the three filtrates.</p> <p>5.5. Evaporate the solvent phase (of 5.4) on a rotary evaporator.</p> <p>5.6. Take up the residual extract (of 5.5) with 100 ml 50 % vol. ethanol (4.6.1).</p>	<p>4.3. Meyan kökü ekstraksiyonu ardışık olarak 3 kez yapılır.</p> <p>4.4. Üç filtrat birleştirilir.</p> <p>4.5. Çözücü faz, döner buharlaştırıcıda uçurulur.</p> <p>4.6. Çöküntü ekstrakt, 100 mL hacmen %50'lik etil alkol (3.6.1) ile alınır.</p>	

<p>6. Apparatus and equipment</p> <p>6.1. Separation system.</p> <p>6.1.1. High-performance liquid chromatograph.</p> <p>6.1.2. Pumping system capable of achieving and maintaining a constant or programmed rate of flow at high pressure.</p> <p>6.1.3. UV/visible spectrophotometric detection system that can be set at 254 and 370 nm.</p> <p>6.1.4. Solvent degassing system:</p> <p>6.1.5. Column oven that can be set at a temperature of $40 \pm 0,1$ °C.</p>	<p>5. Araç ve gereçler</p> <p>5.1. Ayırma sistemi</p> <p>5.1.1. HPLC</p> <p>5.1.2. Bir kez ayarlandığı akış hızında sabit kalabilen ya da yüksek duyarlılıkta akış hızına programlanabilen pompalama sistemi</p> <p>5.1.3. UV/görünür spektrofotometrik tespit/saptama sistemi, 254 nm ve 370 nm'ye ayarlanabilen</p> <p>5.1.4. Çözücüdeki gazı giderici sistem</p> <p>5.1.5. $40 \pm 0,1$ °C sıcaklığa ayarlanabilen kolon fırını.</p>	
<p>6.2. Computational integrator or recorder, the performance of which is compatible with the rest of the separation system.</p> <p>6.3. Column</p> <p>Material: stainless steel or glass</p> <p>Internal diameter: 4 to 5 mm</p> <p>Stationary phase: cross-linked silica with an octadecyl derived functional group (C18), particle size: 5 µm at most (cross-linked phase).</p>	<p>5.2. Sayısal bilgisayar programı ya da kaydedici, sistemin geri kalanı ile uyumlu bir performansa sahip.</p> <p>5.3. Kolon</p> <p>Paslanmaz çelik ya da cam materyalden yapılmış, iç çapı 4-5 mm, sabit fazı partikül boyutu en fazla 5 µm, oktadesil fonksiyonel grup (C18) ile çapraz bağlı silika olan.</p>	
<p>6.4. Common laboratory equipment, including:</p> <p>6.4.1. analytical balance. (precision: $\pm 0,1$ mg);</p> <p>6.4.2. distillation apparatus with a reflux condenser, comprising, for example:</p> <ul style="list-style-type: none"> — a 250 ml round-bottomed flask with a standardised ground-glass joint, — a 30 cm long reflux condenser, and — a heat source (any pyrogenic reaction involving the extractive matter must be avoided by using an appropriate arrangement). 	<p>5.4. Genel laboratuvar gereçleri</p> <p>5.4.1. $\pm 0,1$ mg hassasiyetinde analitik terazi</p> <p>5.4.2. Geri soğutuculu distilasyon düzeneği, örneğin aşağıdakileri içeren;</p> <ul style="list-style-type: none"> - Küresel şilifli 250 mL'lik yuvarlak tabanlı balon - 30 cm uzunluğunda geri soğutucu ve - Termostatlı ısı kaynağı (Uygun bir düzenek ile alkollü içki içerisindeki ekstrakte edilebilen maddenin herhangi bir pirojenik reaksiyonu önlenmelidir.) 	
<p>6.4.3. Rotary evaporation apparatus.</p> <p>6.4.4. Filtration set-up (i.e. Buchner funnel).</p>	<p>5.4.3. Döner buharlaştırıcı (Rotary evaporatör)</p> <p>5.4.4. Filtrasyon düzeneği (Buchner hunisi gibi)</p>	

<p>6.5. Chromatography conditions (example). 6.5.1. Elution characteristics of solvents A (4.6.2) and B (4.6.3): — shift from 20/80 (v/v) to 50/50 (v/v) gradient in 15 minutes, — shift from 50/50 (v/v) to 75/25 (v/v) gradient in five minutes, — equal strength at 75/25 (v/v) for five minutes, — stabilisation of the column between injections, — equal strength at 20/80 (v/v) for five minutes.</p>	<p>5.5. Kromatografi koşulları (örnek) 5.5.1. Çözelti A (3.6.2) ve Çözelti B (3.6.3)'nin elüsyon karakteristikleri: - 15 dakika içerisinde 20/80 (hacim/hacim)'den 50/50 (hacim/hacim) değerine ulaştıran - 5 dakika içerisinde 50/50 (hacim/hacim)'den 75/25 (hacim/hacim) değerine ulaştıran - 5 dakika için 75/25 (hacim/hacim)'de sabit - Enjeksiyonlar arasında stabil kalabilen kolon - 5 dakika için 20/80 (hacim/hacim)'de sabit</p>	
<p>6.5.2. Flow rate: 1 ml/minute. 6.5.3. UV detector settings: the detector must be set at 370 nm to detect the presence of chalcones and then at 254 nm to detect glycyrrhizic acid. Note: the change of wavelength (from 370 nm to 254 nm) must be carried out 30 seconds before the beginning of the peak of elution of glycyrrhizic acid.</p>	<p>5.5.2. Akış hızı: 1 mL/dk 5.5.3. UV detektör ayarları: Detektör, kalkonların varlığının tespiti için 370 nm'ye ve daha sonra glisirhizik asidin tespiti için 254 nm'ye ayarlanmalıdır. <i>Not:</i> Dalga boyunun değişimi (370 nm'den 254 nm'ye), glisirhizik asidin elüsyon pikinin başlangıcından 30 saniye önce gerçekleştirilmelidir.</p>	
<p>7. Procedure 7.1. Preparation of the spirit sample Filter through a filter for organic solvents (pore diameter: 0,45 µm). 7.2. Preparation of the residual liquorice extract (5.6) Make a one in ten dilution with 50 % vol. ethanol (4.6.1) before analysis.</p>	<p>6. İşlem 6.1. Yüksek alkollü içki numunesinin hazırlanması Gözenek büyüklüğü en fazla 0,45 µm olan ve organik çözücüler için kullanılan filtre ile filtre edilir. 6.2. Çöküntü meyan kökü ekstraktının (4.6) hazırlanması Analiz öncesinde hacmen %50'lik etil alkol (3.6.1) ile 1:10 oranında seyreltilir.</p>	

7.3. Determination

7.3.1. Inject 20 µl of the prepared liquorice extract (7.2). Perform the analysis using the chromatography conditions described above (6.5).

7.3.2. Inject 20 µl of the sample (7.1) (aniseed-flavoured spirit sample). Perform the analysis using the chromatography conditions described above (6.5).

7.3.3. Compare the two chromatograms. There must be a great similarity between the two chromatograms in the chalcone exit zone (during the detection at 370 nm under the analysis conditions described above) (see Figure 1).

6.3. Belirleme

6.3.1. Hazırlanan meyan kökü ekstraktından (6.2) 20 µL enjekte edilir. Madde 5.5'te tanımlanan kromatografi koşullarında analiz gerçekleştirilir.

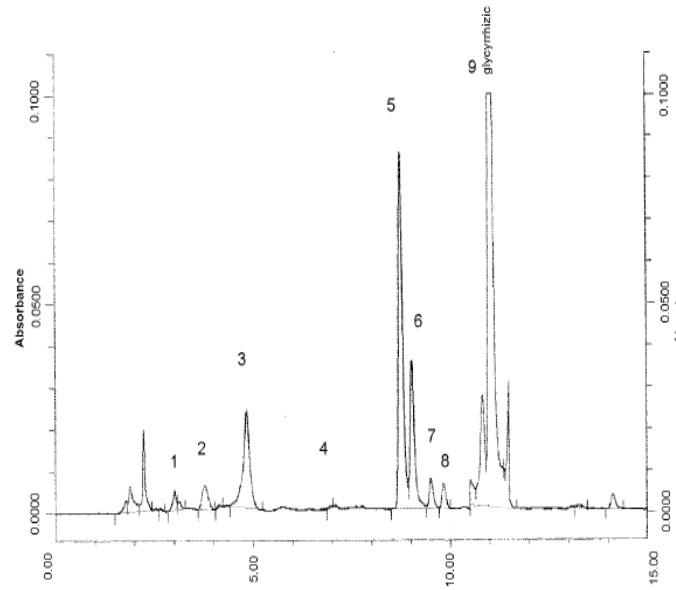
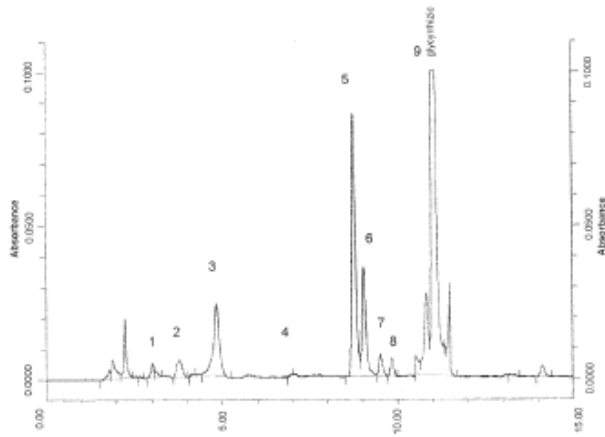
6.3.2. 20 µL numune (6.1) (anason aromalı yüksek alkollü içki) enjekte edilir. Madde 5.5.'te tanımlanan kromatografi koşullarında analiz gerçekleştirilir.

6.3.3. İki kromatogram karşılaştırılır. Kalkonun çıkış bölgesinde iki kromatogram arasında büyük benzerlik olmalıdır (Bu benzerlik yukarıda tanımlanan analiz koşullarında 370 nm'de tespit sırasında görülebilir.) (Şekil 1'e bakınız).

8. Characteristic chromatogram for a pastis

Figure 1

Chromatogram obtained by the method described above, showing the presence of chalcones in a 'pastis'. Peaks 1 to 8 are chalcones and peak 9 is glycyrrhizic acid.



<p>9. Method performance characteristics (precision) Results of the interlaboratory test: the following table gives the performance for recognition of presence or absence of chalcones in pastis and aniseed-flavoured spirits. The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures.</p>	<p>8. Metot performans karakteristikleri (kesinlik) Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları: Aşağıdaki tablo, pastis ve anason aromalı yüksek alkollü içkilerde kalkonların bulunup bulunmadığını belirlemek için performansı verir. Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir.</p>	
--	---	--

Laboratuvarlararası analiz yılı 1998

Laboratuvar sayısı 14

Numune sayısı 11

Analit Kalkonlar

Numuneler	A	B
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	14	14
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	—	—
Kabul edilen sonuç sayısı	28	14
Kalkonların varlığını gösteren sonuçların sayısı	28	14
Kalkonların yokluğunu gösteren sonuçların sayısı	0	0
Doğru sonuçların yüzdesi (%)	100	100
(*) İki tekrar arasındaki tutarsız sonuçlar, numune alma		

Numuneler	G	H
Sapma gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	14	14
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	—	—
Kabul edilen sonuç sayısı	28	14
Kalkonların varlığını gösteren sonuçların sayısı	0	0
Kalkonların yokluğunu gösteren sonuçların sayısı	28	14
Doğru sonuçların yüzdesi (%)	100	100

Numune türleri

A pastis, kör tekrarlar

B pastis, tek numune

Year of interlaboratory test 1998

Number of laboratories 14

Number of samples 11

Analyte chalcones

Samples	A	B	C	D	E	F
Number of laboratories retained after eliminating outliers	14	14	14	14	14	13
Number of outliers (laboratories)	—	—	—	—	—	1 (*)
Number of accepted results	28	14	14	28	28	26
Number of results for presence of chalcones	28	14	14	0	28	0
Number of results for absence of chalcones	0	0	0	28	0	26
Percentage of correct results (%)	100	100	100	100	100	100

(*) Inconsistent results between the two duplicates, attributed to a sampling error

Samples	G	H	I	J	K
Number of laboratories retained after eliminating outliers	14	14	14	14	14
Number of outliers (laboratories)	—	—	—	—	—
Number of accepted results	28	14	14	28	28
Number of results for presence of chalcones	0	0	0	0	0
Number of results for absence of chalcone	28	14	14	28	28
Percentage of correct results (%)	100	100	100	100	100

Sample types:

A pastis, blind duplicates

B pastis, single sample

C pastis, single sample

D 'pastis' (not containing chalcones), blind duplicates

E 'pastis' (not containing chalcones), blind duplicates

F unisced-flavoured liquor (not containing chalcones), blind duplicates

VIII. TOTAL SUGARS	Ek-7 DİSTİLE ALKOLLÜ İÇKİLERDE TOPLAM ŞEKERLERİN BELİRLENMESİ	
<p>1. Scope The HPLC–RI method is applicable for the determination of total sugars (expressed as invert sugar) in spirit drinks, with the exclusion of liqueurs containing egg and milk products. The method has been validated in an interlaboratory study for pastis, distilled anis, cherry liqueur, crème de (followed by the name of a fruit or the raw material used) and crème de cassis, at levels ranging from 10,86 g/l to 509,7 g/l. However, linearity of the instrument response was proven for the concentration range 2,5 g/l to 20,0 g/l. This method is not intended for determining low levels of sugars.</p>	<p>1. Kapsam Bu HPLC-RI metodu, yumurta ve süt ürünleri içeren likörler hariç olmak üzere, alkollü içkilerde (invert şeker cinsinden) toplam şeker tayini için geçerlidir. Bu metot pastis, distile anason, kiraz likörü, krem likörü (meyve veya kullanılan hammaddenin adını takip eder) ve cassis likörü için 10,86-509,7 g/L arası seviyelerde laboratuvarlararası çalışmada onaylanmıştır. Bununla birlikte, cihaz yanıtının doğrusallık konsantrasyon aralığı 2,5-20,0 g/L arasında kanıtlanmıştır. Bu metod, düşük şeker seviyelerinin saptanması için uygun değildir.</p>	
<p>2. Normative references ISO 3696:1987 Waters for analytical use — Specifications and test methods.</p>	<p>2. Tanımlar Analizlerde kullanılacak su, TS EN ISO 3696 (Su - Analitik Laboratuvarında Kullanılan - Özellikler ve Deney Metotları)'da tanımlanmıştır.</p>	
<p>3. Principle High-performance liquid chromatography assays of sugar solutions, in order to determine their glucose, fructose, sucrose, maltose and lactose concentrations. This method uses an alkylamine stationary phase and differential refractometry detection and is given as an example. The use of anion exchange resins as stationary phase would also be possible.</p>	<p>3. Prensipte Şeker çözeltilerinin yüksek performanslı sıvı kromatografisi ölçümleri ile glukoz, fruktoz, sakaroz, maltoz, laktoz konsantrasyonlarını belirlemesidir. Bu metotta, bir alkilaminin sabit fazı ve diferansiyel refraktometri belirleme kullanılır ve bir örnek olarak verilmektedir. Sabit faz olarak anyon değiştirme reçinelerinin kullanılması da mümkün olabilir.</p>	

<p>4. Reagents and materials</p> <p>4.1. Glucose (CAS 50-99-7), at least 99 % pure.</p> <p>4.2. Fructose (CAS 57-48-7), at least 99 % pure.</p> <p>4.3. Sucrose (CAS 57-50-1), at least 99 % pure.</p> <p>4.4. Lactose (CAS 5965-66-2), at least 99 % pure.</p> <p>4.5. Maltose monohydrate (CAS 6363-53-7), at least 99 % pure.</p> <p>4.6. Pure acetonitrile (CAS 75-05-8) for HPLC analysis.</p> <p>4.7. Distilled or demineralised water, preferably microfiltered.</p>	<p>4. Reaktifler ve materyaller</p> <p>4.1. Glukoz (CAS 50-99-7), en az % 99 saflıkta.</p> <p>4.2. Fruktoz (CAS 57-48-7), en az % 99 saflıkta.</p> <p>4.3. Sakaroz (CAS 57-50-1), en az % 99 saflıkta.</p> <p>4.4. Laktoz (CAS 5965-66-2), en az % 99 saflıkta.</p> <p>4.5. Maltoz monohidrat (CAS 6363-53-7), en az % 99 saflıkta.</p> <p>4.6. Saf asetonitril HPLC analizi için (CAS 75-05-8).</p> <p>4.7. Damıtılmış veya demineralize su, tercihen mikrofiltre edilmiş.</p>	
<p>4.8. Solvents (example)</p> <p>The elution solvent is composed of:</p> <p>75 parts by volume of acetonitrile (4.6),</p> <p>25 parts by volume of distilled water (4.7).</p> <p>Pass helium through at a slow rate for 5-10 minutes prior to use to degas.</p> <p>If the water being used has not been microfiltered, the solvent should be filtered with a filter for organic solvents with a pore size less than or equal to 0,45 µm.</p>	<p>4.8. Solventler (örnek)</p> <p>Elüsyon solventi hacimce 75 kısım asetonitril (4.6), hacimce 25 kısım damıtılmış su (4.7)' dan oluşmaktadır.</p> <p>Gaz giderilmeden önce 5-10 dakika yavaş bir hızda helyum geçmektedir.</p> <p>Kullanılan su, mikrofiltre edilmiş değilse, solvent 0,45 µm veya daha küçük bir gözenek boyutuna sahip, organik çözücüler için bir filtre ile filtre edilmelidir.</p>	
<p>4.9. Ethanol absolute (CAS 64-17-5).</p> <p>4.10. Ethanol solution (5 %, v/v).</p> <p>4.11. Preparation of stock standard solution (20 g/l)</p> <p>Weigh 2 g each of the sugars to be analysed (4.1 to 4.5), transfer them without loss to a 100 ml volumetric flask. (NB 2,11 g of maltose monohydrate is equivalent to 2 g of maltose).</p> <p>Adjust to 100 ml with a 5 % vol. alcohol solution (4.10), shake and store at around + 4 °C. Prepare a new stock solution once a week.</p>	<p>4.9. Mutlak etanol</p> <p>4.10. Etanol çözeltisi (% 5, v/v)</p> <p>4.11. Stok standart çözeltinin hazırlanması (20 g / L)</p> <p>Analiz edilecek her bir şekerden (4.1 ile 4.5 arası) 2 g (NB 2,11 g maltoz monohidrat, 2 g maltoza eşdeğerdir) tartılarak 100 mL'lik bir balon jöjeye kayıpsız olarak aktarılır. % 5'lik Alkol çözeltisi ile çözülerek hacim 100 mL'ye alkol çözeltisi (4.10) ile tamamlanır ve yaklaşık +4°C'de muhafaza edilir. Haftada bir kez yeni bir stok çözeltisi hazırlanır.</p>	

<p>4.12. Preparation of working standard solutions (2,5, 5,0, 7,5, 10,0 and 20,0 g/L) Dilute the stock solution, 20 g/l (4.11) appropriately with a 5 % vol. alcohol solution (4.10) to give five working standards of 2,5, 5,0, 7,5, 10,0 and 20,0 g/l. Filter with a filter of a pore size less than or equal to 0,45 µm (5.3).</p>	<p>4.12. Standart çözeltilerin (2,5, 5,0, 7,5, 10,0 ve 20,0 g / L) hazırlanması. Stok çözeltisi % 5'lik alkol çözeltisi (4.10) ile seyreltilerek uygun 2,5, 5,0, 7,5, 10,0 ve 20,0 g /L olmak üzere beş adet standart çözelti hazırlanır. 0,45 µm' den (5.3) daha az veya eşit bir gözenek büyüklüğüne sahip bir filtre ile filtre edilir.</p>									
<p>5. Apparatus and Equipment 5.1. HPLC system capable of achieving baseline resolution of all of the sugars. 5.1.1. High-performance liquid chromatograph with a six-way injection valve fitted with a 10 µl loop or any other device, whether automatic or manual, for the reliable injection of microvolumes. 5.1.2. Pumping system enabling one to achieve and maintain a constant or programmed rate of flow with great precision.</p>	<p>5. Araç ve gereçler 5.1. Tüm şekerlerin başarılı taban çizgisi çözünürlüğünü sağlayan HPLC sistemi. 5.1.1. Micro hacimde güvenilir enjeksiyon için; altı yollu enjeksiyon valfi ile donatılmış 10 µL döngüye sahip veya başka bir cihaza otomatik veya manuel olarak bağlı yüksek performanslı sıvı kromatografisi. 5.1.2. Büyük hassasiyete sahip akış oranını sabit ya da programlı elde etmek ve sürdürmek için pompa sistem.</p>									
<p>5.1.3. Differential refractometer. 5.1.4. Computational integrator or recorder, the performance of which is compatible with the rest of the set-up. 5.1.5. Pre-column: It is recommended that a suitable pre-column is attached to the analytical column.</p>	<p>5.1.3. Diferansiyel refraktometre. 5.1.4. Hesaplamalı entegratör ya da kaydedici, performans kurulumu geri kalanı ile uyumludur. 5.1.5. Ön kolon: Uygun ön kolonun analitik kolona bağlı olması önerilir.</p>									
<p>5.1.6. Column (example):</p> <table border="0" data-bbox="145 1109 705 1332"> <tr> <td>Material:</td> <td>stainless steel or glass.</td> </tr> <tr> <td>Internal diameter:</td> <td>2-5 mm.</td> </tr> <tr> <td>Length:</td> <td>100-250 mm (depending on the packing particle size), for example, 250 mm if the particles are 5 µm in diameter.</td> </tr> <tr> <td>Stationary phase:</td> <td>alkylamine functional groups bonded to silica, maximum particle size 5 µm.</td> </tr> </table>	Material:	stainless steel or glass.	Internal diameter:	2-5 mm.	Length:	100-250 mm (depending on the packing particle size), for example, 250 mm if the particles are 5 µm in diameter.	Stationary phase:	alkylamine functional groups bonded to silica, maximum particle size 5 µm.	<p>5.1.6. Kolon (örnek): Malzeme: Paslanmaz çelik veya cam. İç çap:2,5 mm Uzunluk: 100-250 mm (paketleme partikül boyutuna bağlı olarak), örneğin parçacıklar çapı 5 µm ise 250 mm'dir. Sabit faz: En büyük partikül büyüklüğü 5 µm olan silikaya bağlanmış alkilamin işlevsel gruplar.</p>	
Material:	stainless steel or glass.									
Internal diameter:	2-5 mm.									
Length:	100-250 mm (depending on the packing particle size), for example, 250 mm if the particles are 5 µm in diameter.									
Stationary phase:	alkylamine functional groups bonded to silica, maximum particle size 5 µm.									

<p>5.1.7. Chromatography conditions (example):</p> <p>Elution solvent (4.8), flow rate: 1 ml/minute.</p> <p>Detection: Differential refractometry.</p> <p>To make certain that the detector is perfectly stable, it should be switched on a few hours before use. The reference cell must be filled with the elution solvent.</p>	<p>5.1.7. Kromatografi koşulları (örnek):</p> <p>Elüsyon solventi (4.8); akış hızı: 1 ml / dakika</p> <p>Tespit: Diferansiyel Refraktometri.</p> <p>Dedektörün tamamen kararlı olduğundan emin olmak için, kullanmadan önce birkaç saat açık olmalıdır.</p> <p>Referans hücresi elüsyon solventi ile doldurulmalıdır.</p>	
<p>5.2. Analytical balance accurate to 0,1 mg.</p> <p>5.3. Filtration set-up for small volumes using a 0,45 µm micromembrane.</p>	<p>5.2. Analitik terazi: 0,1 mg hassasiyette.</p> <p>5.3. Küçük hacimler için 0,45 µm mikromembran filtrasyon düzeneği.</p>	
<p>6. Sample storage</p> <p>On receipt, samples are to be stored at room temperature prior to analysis.</p>	<p>6. Numune depolama</p> <p>Numuneler alındıktan sonra analiz öncesi oda sıcaklığında saklanır.</p>	
<p>7. Procedure</p> <p>7.1. PART A: Sample preparation</p> <p>7.1.1. Shake the sample.</p> <p>7.1.2. Filter the sample through a filter with a pore size less than or equal to 0,45 µm (5.3).</p>	<p>7. İşlem</p> <p>7.1. BÖLÜM A: Numune Hazırlama</p> <p>7.1.1. Numune sallanır.</p> <p>7.1.2. 0,45 µm'den (5.3) daha az veya eşit bir gözenek büyüklüğüne sahip bir filtre ile filtre edilir.</p>	
<p>7.2. PART B: HPLC</p> <p>7.2.1. Determination</p> <p>Inject 10 µl of the standard solutions (4.12) and samples (7.1.2). Perform the analysis under suitable chromatography conditions, for example those described above.</p> <p>7.2.2. Should any peak of a sample have a greater area (or height) than the corresponding peak in the most concentrated standard, then the sample should be diluted with distilled water and reanalysed.</p>	<p>7.2. BÖLÜM B: HPLC</p> <p>7.2.1. Belirleme</p> <p>Standart çözeltiler (4.12) ve numunelerden (7.1.2) 10 µL enjekte edilir. Yukarıda tarif edilen numune uygun bir kromatografi koşulları altında analiz edilir.</p> <p>7.2.2. Numune de herhangi bir pikin en yoğun standarda karşılık gelen pikten daha büyük bir alana (veya yüksekliğe) sahip olması halinde numune damıtılmış su ile seyreltilir ve yeniden analize alınır.</p>	

<p>8. Calculation</p> <p>Compare the two chromatograms obtained for the standard solution and spirit. Identify the peaks by their retention times. Measure their areas (or heights) to calculate the concentrations by the external standard method. Take into account any dilutions made to the sample.</p> <p>The final result is the sum of sucrose, maltose, lactose, glucose and fructose, expressed as invert sugar in g/l. Invert sugar is calculated as the sum of all monosaccharides and reducing disaccharides present, plus the stoichiometric amount of glucose and fructose calculated from the sucrose present.</p> $\text{Invert sugar (g/l)} = \text{glucose (g/l)} + \text{fructose (g/l)} + \text{maltose (g/l)} + \text{lactose (g/l)} + (\text{sucrose (g/l)} \times 1,05)$ $1,05 = \frac{(\text{molecular weight of fructose} + \text{molecular weight of glucose})}{\text{molecular weight of sucrose}}$	<p>8. Hesaplama</p> <p>Standart çözelti ve alkollü içkiden elde edilen iki kromatogram karşılaştırılır. Alıkonma süreleriyle pikleri belirlenir. Dış standart yöntemiyle konsantrasyonları hesaplamak için kendi alanları (veya yükseklikleri) ölçülür. Numune de yapılan dilüsyonlar dikkate alınır.</p> <p>Nihai sonuçlar sakaroz, maltoz, laktoz, glikoz ve fruktoz toplamıdır ve g/L invert şeker olarak ifade edilir.</p> <p>Invert şeker; tüm monosakaritler ve indirgen disakaritlerin toplamıdır, ayrıca glukoz ve fruktozun stokiyometrik miktarından hesaplanan mevcut sakarozdur.</p> $\text{Invert şeker(g/L)} = \text{glukoz (g/L)} + \text{fruktoz(g/L)} + \text{maltoz (g/L)} + \text{laltoz (g/L)} + (\text{sakaroz (g/L)} \times 1,05)$	
<p>9. Method performance characteristics (precision)</p> <p>9.1. Statistical results of the interlaboratory test</p> <p>The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures (1) (2).</p>	<p>9. Metot performans karakteristikleri (kesinlik)</p> <p>Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları:</p> <p>Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir.</p>	

Laboratuvarlararası analiz yılı 2000
 Laboratuvar sayısı 24
 Numune sayısı 8

Tablo 1
Fruktoz, glukoz, maltoz

Analitler	Fruktoz		Anasonlu alkollü içkiler
	Cassis likörü	Standart (50 g/L)	
Numuneler (× 2)			
Ortalama değer (\bar{x}), g/L	92,78	50,61	15,12
Sapma gösteren laboratuvar sayısı	21	22	21
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) g/L,	2,34	2,12	0,43
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	2,53	4,2	2,76
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r =$ $2,8 \times s_r$)	6,56	5,95	1,21
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında	7,72	3,13	0,84

Year of interlaboratory test 2000
 Number of laboratories 24
 Number of samples 8

(1) Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies', Horwitz, W. (1995) *Pure and Applied Chemistry*, 67, 332-343.

(2) Horwitz, W. (1982) *Analytical Chemistry*, 54, 67A-76A.

Table 1

Fructose, glucose, maltose

Analyte	Fructose		Glucose			Maltose	
	Creme de Cassis	Standard (50 g/l)	Aniseed- flavoured spirit drink	Creme de Cassis	Standard (50 g/l)	Aniseed- flavoured spirit drink	Standard (10 g/l)
Samples (× 2)							
Mean value (g/l)	92,78	50,61	15,62	93,16	50,06	15,81	9,32
No of labs without outliers	21	22	21	23	19	21	22

Analyte	Fructose		Glucose			Maltose	
	Creme de Cassis	Standard (50 g/l)	Aniseed- flavoured spirit drink	Creme de Cassis	Standard (50 g/l)	Aniseed- flavoured spirit drink	Standard (10 g/l)
Repeatability standard deviation, s_r (g/l)	2,34	2,12	0,43	3,47	1,01	0,48	0,54
Repeatability relative deviation, RSD_r (%)	2,53	4,2	2,76	3,72	2,03	3,02	5,77
Repeatability limit, r (g/ l) ($r = 2,8 \times s_r$)	6,56	5,95	1,21	9,71	2,84	1,34	1,51
Reproducibility standard deviation, s_m (g/l)	7,72	3,13	0,84	9,99	2,7	0,88	1,4

Table 2
Sucrose

Analyte	Sucrose					
	Pastis	Ouzo	Cherry liqueur	Crème de Menthe	Crème de Cassis	Standard (100 g/l)
Mean value (g/l)	10,83	29,2 19,7 (*)	103,33	349,96	319,84	99,83
No of labs without outliers	19	19	20	18	18	18
Repeatability standard deviation, s_r (g/l)	0,09	0,75	2,17	5,99	4,31	1,25
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	0,81	3,07	2,1	1,71	1,35	1,25
Repeatability limit, r (g/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,25	2,1	6,07	16,76	12,06	3,49
Reproducibility standard deviation, s_R (g/l)	0,79	0,92	4,18	9,94	16,11	4,63
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	7,31	3,76	4,05	2,84	5,04	4,64
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	2,22	2,57	11,7	27,84	45,12	12,97

(*) split level.

Tablo 2
Sakaroz

Analit		
Numuneler ($\times 2$)	Pastis	Uzo
Ortalama deęer (\bar{x}), g/L	10,83	29,2 19,7(*)
Sapma gsteren laboratuvar sayısı	19	19
Tekrar edilebilirlik kořulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) g/L,	0,09	0,75
Tekrar edilebilirlik kořulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	0,81	3,07
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,25	2,1
Yeniden üretilebilirlik kořulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,79	0,92
Yeniden üretilebilirlik kořulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	7,31	3,76
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	2,22	2,57
Split oranı (*)		

Tablo 3
Toplam Şekerler

Not: Bu veriler yukarıda bölüm 8'de tanımlanan invert şeker olmayan toplam şeker olarak hesaplandı.

Numuneler	Pastis	Uzo	Anasonlu alkollü içkiler
Ortalama değer (\bar{x}), g/L	10,86	29,2 19,7(*)	31,59
Aykırı değer gösteren laboratuvar sayısı	20	19	20
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) g/L,	0,13	0,75	0,77
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	1,16	3,07	2,45
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,35	2,1	2,17
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,79	0,92	1,51
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi	7,25	3,76	4,79

Table 3
Total Sugars

(Note: this data was calculated for total sugars, not invert sugar as defined in Section 8 above.)

Samples	Pastis	Ouzo	Aniseed-flavoured spirit drink	Cherry liqueur	Creme de Menthe	Creme de Cassis	Standard (220 g/l)
Mean value (g/l)	10,86	29,2 19,7(*)	31,59	103,33	349,73	509,69	218,78
No of Labs without outliers	20	19	20	20	18	18	19
Repeatability standard deviation, s_r (g/l)	0,13	0,75	0,77	2,17	5,89	5,59	2,71
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	1,16	3,07	2,45	2,1	1,69	1,1	1,24
Repeatability limit, r (g/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,35	2,1	2,17	6,07	16,5	15,65	7,59
Reproducibility standard deviation s_R (g/l)	0,79	0,92	1,51	4,18	9,98	14,81	8,53
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	7,25	3,76	4,79	4,04	2,85	2,91	3,9
Reproducibility limit R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	2,21	2,57	4,24	11,7	27,94	41,48	23,89

(*) split level.

<p>IX. EGG YOLK. DETERMINATION OF EGG YOLK CONCENTRATION IN SPIRIT DRINKS — PHOTOMETRIC METHOD</p>	<p style="text-align: center;">Ek-8 DİSTİLE ALKOLLÜ İÇKİLERDE YUMURTA SARISI KONSANTRASYONUNUN BELİRLENMESİ - FOTOMETRİK METOT</p>	
<p>1. Scope This method is suitable for the determination of egg yolk concentration in the range of 40 to 250 g/l in egg liqueur and liqueur with egg.</p>	<p>1. Kapsam Bu metot, yumurta likörü ve yumurtalı likörde 40-250 g/L arasındaki yumurta sarısı konsantrasyonunun belirlenmesi için kullanılır.</p>	
<p>2. Normative references ISO 3696:1897 Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.</p>	<p>Analizlerde kullanılacak su, TS EN ISO 3696'da tanımlanmıştır</p>	
<p>3. Principle The ethanol-soluble phosphorus compounds found in egg yolk are extracted and assayed photometrically as a phosphorus molybdate complex.</p>	<p>2. Prensi Yumurta sarısında bulunan, etil alkolde çözünebilen fosfor bileşikleri ekstrakte edilir ve fosfor molibdat bileşiği olarak fotometrik metot ile analiz edilir.</p>	
<p>4. Reagents and materials 4.1. Double-distilled water 4.2. Diatomaceous earth 4.3. Ethanol 96 % vol. (CAS 64-17-5) 4.4. 15 % magnesium acetate (CAS 16674-78-5) solution 4.5. 10 % sulphuric acid (CAS 7664-93-9) 4.6. 1 N sulphuric acid. 4.7. 0,16 g/l potassium dihydrogen phosphate (CAS 778-77-0), KH₂PO₄ solution</p>	<p>3. Reaktifler ve materyaller Analizlerde kullanılacak su, TS EN ISO 3696'da tanımlanmıştır. 3.1. İki kere distile edilmiş su 3.2. Diyatome toprağı 3.3. Hacimce %96'lık etil alkol (CAS 64-17-5) 3.4. %15'lik magnezyum asetat (CAS 16674-78-5) çözeltisi 3.5. %10'luk sülfirik asit (CAS 7664-93-9) 3.6. 1 N sülfirik asit 3.7. 0,16 g/L potasyum dihidrojen fosfat (CAS 778-77-0) çözeltisi, KH₂PO₄</p>	

<p>4.8. Reagent for phosphate determination: dissolve 20 g of ammonium molybdate (CAS 12054-85-2), $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ in 400 ml water at 50 °C; dissolve, in another vessel, 1 g of ammonium vanadate (CAS 7803-55-6), NH_4VO_3, in 300 ml hot water, allow to cool, then add 140 ml of concentrated nitric acid (CAS 7697-37-2). Combine the cooled solutions in a 1 000 ml volumetric flask and make up to the 1 000 ml mark.</p>	<p>3.8. Fosfat belirleme reaktifi: 20 g amonyum molibdat (CAS 12054-85-2) $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, 50 °C’de 400 mL su içerisinde çözümlenir. Başka bir kaptaki, 1 g amonyum vanadat (CAS 7803-55-6) (NH_4VO_3), 300 mL sıcak su içerisinde çözümlenir, soğutulur ve sonra 140 mL derişik nitrik asit (CAS 7697-37-2) eklenir. Soğumuş olan çözeltiler 1000 mL’lik balon jodede birleştirilir ve hacim 1000 mL’ye tamamlanır.</p>	
<p>5. Apparatus and equipment 5.1. 100 ml conical flask 5.2. Ultrasonic bath (or magnetic stirrer) 5.3. 100 ml volumetric flask 5.4. 20 °C water bath 5.5. Filter (Whatman No 4 or equivalent) 5.6. Porcelain (or platinum) crucible 5.7. Boiling water bath 5.8. Hot plate 5.9. Muffle furnace 5.10. 50 ml volumetric flask 5.11. 20 ml volumetric flask 5.12. Spectrophotometer set at 420 nm 5.13. 1 cm cuvette.</p>	<p>4. Araç ve gereçler 4.1. Erlen, 100 mL’lik 4.2. Ultrasonik banyo ya da magnetik karıştırıcı 4.3. Balon joje, 100 mL’lik 4.4. Su banyosu, 20 °C’ye ayarlanabilir 4.5. Filtre (Whatman No 4 ya da eşdeğer) 4.6. Porselen (ya da platin) kroze 4.7. Kaynar su banyosu 4.8. Isı plakası 4.9. Kül fırını 4.10. 50 mL’lik balon joje 4.11. 20 mL’lik balon joje 4.12. 420 nm’de ölçüm yapabilen spektrofotometre 4.13. 1 cm’lik küvet</p>	
<p>6. Samples Samples are stored at room temperature prior to analysis.</p>	<p>5. Numune Numuneler, analiz öncesi oda sıcaklığında saklanır.</p>	

<p>7. Procedure</p> <p>7.1. Sample preparation</p> <p>7.1.1. Weigh 10 g of the sample into a 100 ml conical flask (5.1).</p> <p>7.1.2. Add gradually 70 ml of ethanol (4.3) in small portions, swirling with each addition, and place in an ultrasonic bath (5.2) for 15 minutes (or stir the mixture with a magnetic stirrer (5.2) for 10 minutes at room temperature).</p> <p>7.1.3. Transfer the contents of the flask to a 100 ml volumetric flask (5.3) with washings of ethanol (4.3). Adjust to the calibration mark with ethanol (4.3) and place the flasks in a 20 °C water bath (5.4). Adjust to the calibration mark at 20 °C.</p> <p>7.1.4. Add a small amount of diatomaceous earth (4.2) and filter (5.5), discarding the first 20 ml.</p> <p>7.1.5. Transfer 25 ml of the filtrate to a porcelain (or platinum) crucible (5.6). The filtrate must then be concentrated by gentle evaporation in a boiling water bath (5.7), with the addition of 5 ml of 15 % magnesium acetate solution (4.4).</p> <p>7.1.6. Place the crucibles on a hot plate (5.8) and heat until just dry.</p> <p>7.1.7. Ash the residue by heating to incandescence at 600 °C in a muffle furnace (5.9) until the ash is white, minimum of one and a half hours but can be left overnight.</p> <p>7.1.8. Take up the ash with 10 ml of 10 % sulphuric acid (4.5) and transfer it with washings of distilled water (4.1) to a 50 ml volumetric flask (5.10), and fill to the mark at room temperature with distilled water (4.1). A 5 ml aliquot of this ash solution is to be used to prepare the sample solution of the photometric phosphate assay.</p>	<p>6. İşlem</p> <p>6.1. Numune hazırlama</p> <p>6.1.1. 100 mL'lik erlen (4.1) içerisinde 10 g numune tartılır.</p> <p>6.1.2. 70 mL etil alkol (3.3) küçük miktarlarda yavaş yavaş eklenir, her bir eklemede döndürülerek karıştırılır ve 15 dakika süresince ultrasonik banyoya (4.2) yerleştirilir (ya da oda sıcaklığında 10 dakika süresince magnetik karıştırıcı ile karıştırılır).</p> <p>6.1.3. Erlenin içeriği etil alkol (3.3) ile yıkanarak 100 mL'lik balon jöjeye (4.3) aktarılır. Etil alkol ile hacmi tamamlanır ve 20 °C'deki su banyosuna (4.4) yerleştirilir. 20°C'de hacmi tamamlanır.</p> <p>6.1.4. Az miktarda diyatome toprağı (3.2) eklenir ve ilk 20 mL atılmak suretiyle filtre (4.5) edilir.</p> <p>6.1.5. Süzütünün 25 mL'si porselen (ya da platin) krozeeye (4.6) aktarılır. Daha sonra filtrat, %15'lik magnezyum asetat çözeltisinden (3.4) 5 mL eklenerek kaynar su banyosunda (4.7) yavaş yavaş evapore edilerek konsantre edilmelidir.</p> <p>6.1.6. Krozeler ısı plakası (4.8) üzerine yerleştirilir ve kuruyana kadar ısıtılır.</p> <p>6.1.7. Isıtma sonucu kalan kısım, beyaz renkte kül elde edilene kadar akkor hale gelmiş kül fırınında (4.9) 600 °C'de bekletilir (En az 1,5 saat ancak bir gece boyunca bırakılabilir).</p> <p>6.1.8. Kül, 10 mL %10'luk sülfürik asit (3.5) ile alınır ve distile su (3.1) ile yıkanarak 50 mL'lik balon jöjeye (4.10) aktarılır ve distile su ile oda sıcaklığında hacmi tamamlanır. Bu kül çözeltisinin 5 mL'si, fotometrik fosfat analizi için numune çözeltisi hazırlamada kullanılır.</p>	
--	---	--

<p>7.2. Photometric phosphate assay</p> <p>7.2.1. Comparative solution</p> <p>7.2.1.1. Place 10 ml of 10 % sulphuric acid (4.5) in a 50 ml volumetric flask (5.10) and fill to the mark with distilled water (4.1).</p> <p>7.2.1.2. Add to a 5 ml aliquot of this solution (7.2.1.1), contained in a 20 ml volumetric flask (5.11), 1 ml of 1 N sulphuric acid (4.6) and 2 ml of the phosphate reagent (4.8) and make up to 20 ml with distilled water (4.1).</p> <p>7.2.1.3. Stopper with a loosely inserted stopper, shake, and heat in a boiling water bath (5.7) for 10 minutes, then cool in a 20 o C water bath (5.4) for 20 minutes.</p> <p>7.2.1.4. Fill a 1 cm cuvette (5.13) with this comparative solution.</p>	<p>6.2. Fotometrik fosfat analizi</p> <p>6.2.1. Karşılaştırma çözeltisi</p> <p>6.2.1.1. % 10'luk sülfürik asit (3.5) çözeltisinden 10 mL alınarak, 50 mL'lik balon jojeye (4.10) aktarılır ve distile su (3.1) ile hacmi tamamlanır.</p> <p>6.2.1.2. Bu çözeltiden 5 mL alınarak 20 mL'lik balon jojeye (4.11) aktarılır, 1 mL 1 N sülfürik asit (3.6) ve 2 mL fosfat reaktifi (3.8) eklenir ve distile su (3.1) ile 20 mL'ye tamamlanır.</p> <p>6.2.1.3. Kapağı gevşek bir biçimde kapatılır, çalkalanır ve kaynar su banyosunda (4.7) 10 dakika süresince ısıtılır. Daha sonra 20 °C'deki su banyosunda (4.4) 20 dakika soğutulur.</p> <p>6.2.1.4. 1 cm'lik küvet (4.13), bu karşılaştırma çözeltisi ile doldurulur.</p>	
--	--	--

<p>7.2.2. Sample solution</p> <p>7.2.2.1. Add to a 5 ml aliquot of the ash solution (7.1.8), contained in a 20 ml volumetric flask (5.11), 1 ml of 1 N sulphuric acid (4.6) and 2 ml of the phosphate reagent (4.8) and make up to 20 ml with distilled water (4.1).</p> <p>7.2.2.2. Stopper with a loosely inserted stopper, shake, and heat in a boiling water bath (5.7) for 10 minutes, then cool in a 20 °C water bath (5.4) for 20 minutes.</p> <p>7.2.2.3. The yellow solution that develops is immediately analysed spectrophotometrically (5.12) in a 1 cm cuvette (5.13) at 420 nm against the comparative solution (7.2.1.4).</p> <p>7.2.3. Calibration curve</p> <p>7.2.3.1. To construct the calibration curve, add 2 ml aliquots of the phosphate reagent (4.8) to 20 ml volumetric flasks (5.11) each containing 1 ml of 1 N sulphuric acid (4.6) and 0, 2, 4, 6, 8, and 10 ml of the potassium dihydrogen phosphate solution (4.7) respectively, and make up to the 20 ml mark with distilled water (4.1).</p> <p>7.2.3.2. Stopper with a loosely inserted stopper, shake, and heat in a boiling water bath (5.7) for 10 minutes, then cool in a 20 °C water bath (5.4) for 20 minutes and analyse spectrophotometrically (5.12) in a 1 cm cuvette (5.13) at 420 nm against the comparative solution (7.2.1.4).</p>	<p>6.2.2. Numune çözeltisi</p> <p>6.2.2.1. Kül çözeltisinden (6.1.8) 5 mL alınır ve 20 mL'lik balon jøjeye (4.11) aktarılır. 1 mL 1 N sülfürik asit (3.6) ve 2 mL fosfat reaktifi (3.8) eklenir ve distile su (3.1) ile 20 mL'ye tamamlanır.</p> <p>6.2.2.2. Kapağı kapatılır, çalkalanır ve kaynar su banyosunda (4.7) 10 dakika süresince ısıtılır. Daha sonra 20 °C'deki su banyosunda (4.4) 20 dakika soğutulur.</p> <p>6.2.2.3. Oluşan sarı çözeltinin, karşılaştırma çözeltisine karşılık 420 nm'de 1 cm'lik küvette hemen spektrofotometrik (4.12) okuması yapılır.</p> <p>6.2.3. Kalibrasyon eğrisi</p> <p>6.2.3.1. Kalibrasyon eğrisi oluşturmak için, fosfat reaktifinden (3.8) 2 mL'lik hacimler alınarak 20 mL'lik balon jøjelere (4.11) aktarılır. Her birine 1 mL 1 N sülfürik asit (3.6) ve sırasıyla 0, 2, 4, 6, 8 ve 10 mL potasyum dihidrojen fosfat çözeltisi (3.7) eklenir ve distile su (3.1) ile hacimleri 20 mL'ye tamamlanır.</p> <p>6.2.3.2. Kapağı gevşek bir biçimde kapatılır, çalkalanır ve kaynar su banyosunda (4.7) 10 dakika süresince ısıtılır. Daha sonra 20 °C'deki su banyosunda (4.4) 20 dakika soğutulur. Karşılaştırma çözeltisine karşılık 420 nm'de 1 cm'lik küvette hemen spektrofotometrik (4.12) okuması yapılır.</p>																							
<p>7.2.3.3. Construction of the calibration curve:</p> <table border="1" data-bbox="152 1157 705 1236"> <tr> <td>dihydrogen phosphate solution (ml)</td> <td>0</td> <td>2</td> <td>4</td> <td>6</td> <td>8</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>P₂O₅ (mg)</td> <td>0</td> <td>0,167</td> <td>0,334</td> <td>0,501</td> <td>0,668</td> <td>0,835</td> </tr> </table>	dihydrogen phosphate solution (ml)	0	2	4	6	8	10	P ₂ O ₅ (mg)	0	0,167	0,334	0,501	0,668	0,835	<p>6.2.3.3. Kalibrasyon eğrisinin oluşturulması:</p> <table border="1" data-bbox="824 1133 1556 1246"> <tr> <td>Dihidrojen fosfat çözeltisi (mL)</td> <td>0</td> <td>2</td> <td>4</td> </tr> <tr> <td>P₂O₅ (mg)</td> <td>0</td> <td>0,167</td> <td>0,334</td> </tr> </table>	Dihidrojen fosfat çözeltisi (mL)	0	2	4	P ₂ O ₅ (mg)	0	0,167	0,334	
dihydrogen phosphate solution (ml)	0	2	4	6	8	10																		
P ₂ O ₅ (mg)	0	0,167	0,334	0,501	0,668	0,835																		
Dihidrojen fosfat çözeltisi (mL)	0	2	4																					
P ₂ O ₅ (mg)	0	0,167	0,334																					

<p>8. Expression of results The egg yolk content in g/l is calculated from the following formula:</p> $\text{g/l egg yolk} = \text{mg P}_2\text{O}_5 \times \frac{110 \times \text{density}}{E/40}$ <p>where:</p> <p>110 conversion factor for total P₂O₅ in g in 100 g of egg yolk</p> <p>mg P₂O₅ value established from the calibration curve</p> <p>density mass per unit volume (g/ml) of the egg-based liqueur at 20 °C</p> <p>E weight of the egg-based liqueur in g</p> <p>40 dilution factor for a 5 ml aliquot of ash solution.</p>	<p>7. Sonuçların ifade edilmesi Yumurta sarısı içeriği, g/L olarak aşağıdaki formül ile hesaplanır: g/L yumurta sarısı = mg P₂O₅ x [(110 x yoğunluk)/(E/40)] Burada; 110: Yumurta sarısının 100 g'ında "g" olarak toplam P₂O₅ için çevrim faktörünü, mg P₂O₅: Kalibrasyon eğrisinden belirlenen değeri, Yoğunluk: 20 °C'de yumurta bazlı likörün birim hacim başına kütesini (g/mL), E: Yumurta bazlı likörün "g" olarak ağırlığını, 40: Kül çözeltisinin 5 mL'lik kısmı için seyreltme faktörünü ifade eder.</p>	
<p>9. Method performance characteristics (precision) Statistical results of the interlaboratory test: the following table gives the values for egg yolk. The following data were obtained from an international method performance study carried out to internationally agreed procedures.</p>	<p>8. Metot performans karakteristikleri (kesinlik) Laboratuvarlararası analizin istatistiksel sonuçları: Aşağıdaki tablolar yumurta sarısı için değerleri verir. Aşağıdaki veriler, uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından elde edilmiştir.</p>	

Laboratuvarlararası analiz yılı 1998
Laboratuvar sayısı 24
Numune sayısı 5
Analit Yumurta sarısı

Numuneler	A	B
Aykırı değer gösteren laboratuvarların çıkarılmasından sonra kalan laboratuvar sayısı	19	20
Aykırı değer gösteren laboratuvar sayısı	3	4
Kabul edilen sonuç sayısı	38	40
Ortalama değer (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	147,3	241,1
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_r) g/L,	2,44	4,24
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	1,7	1,8
Tekrar edilebilirlik sınırı (r), g/L	6,8	11,9
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (S_R), g/L	5,01	6,06
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	3,4	2,5
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R), g/L	14,0	17,0
Numune türleri		

Year of interlaboratory test: 1998
Number of laboratories: 24
Number of samples: 5
Analyte: Egg yolk

Samples	A	B	C	D	E
Number of laboratories retained after eliminating outliers	19	20	22	20	22
Number of outliers (laboratories)	3	4	2	4	2
Number of accepted results	38	40	44	40	44
Mean value	147,3	241,1	227,4	51,9 (*) 72,8 (*)	191,1
Repeatability standard deviation (S_r) g/l	2,44	4,24	3,93	1,83	3,25
Repeatability relative standard deviation (RSD_r) (%)	1,7	1,8	1,8	2,9	1,7
Repeatability limit (r) g/l	6,8	11,9	11,0	5,1	9,1
Reproducibility standard deviation (S_R) g/l	5,01	6,06	6,66	3,42	6,87
Reproducibility relative standard deviation (RSD_R) (%)	3,4	2,5	2,9	5,5	3,6
Reproducibility limit (R) g/l	14,0	17,0	18,7	9,6	19,2

Sample types

- A. Advocaat, blind duplicates
B. Advocaat, blind duplicates
C. Advocaat, blind duplicates
D. Advocaat (diluted), split levels (*)
E. Advocaat, blind duplicates

<p>X. DETERMINATION OF THE FOLLOWING WOOD COMPOUNDS IN SPIRIT DRINKS BY HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC): FURFURAL, 5-HYDROXYMETHYLFURFURAL, 5-METHYLFURFURAL, VANILLIN, SYRINGALDEHYDE, CONIFERALDEHYDE, SINAPALDEHYDE, GALLIC ACID, ELLAGIC ACID, VANILLIC ACID, SYRINGIC ACID AND SCOPOLETIN</p>	<p style="text-align: center;">Ek 9</p> <p>Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisiyle (HPLC) Alkollü İçkilerde Ahşap Bileşiklerin (furfural, 5-hidroksimetilfurfural, 5-metilfurfural, vanilin, siring aldehit, konifer aldehit, sinap aldehit, gallik asit, elajik asit, vanilik asit, sirinjik asit ve skopoletin) Belirlenmesi:</p>	
<p>1. Scope The method pertains to the determination of furfural, 5-hydroxymethylfurfural, 5-methylfurfural, vanillin, syringaldehyde, coniferaldehyde, sinapaldehyde, gallic acid, ellagic acid, vanillic acid, syringic acid and scopoletin, by high-performance liquid chromatography.</p>	<p>1. Kapsam Bu metot yüksek performanslı sıvı kromatografisi ile furfural, 5-hidroksimetilfurfural, 5-methylfurfural, vanilin, siring aldehit, konifer aldehit, sinap aldehit, gallik asit, elajik asit, vanilik asit, sirinjik asit ve skopoletin belirlenmesi ile ilgilidir.</p>	
<p>2. Normative reference Analytical method recognised by the General Assembly of the International Organisation of Vine and Wine (OIV) and published by OIV under the reference OIV-MA-BS-16: R2009.</p>		
<p>3. Principle Determination by high-performance liquid chromatography (HPLC), with detection by ultraviolet spectrophotometry at several wavelengths and by spectrofluorimetry.</p>	<p>2. Prensipte Farklı dalga boylarında ultraviyole spektrofotometre ve spektrofluorometreye sahip yüksek basınçlı sıvı kromatografisi (HPLC) ile belirlenmesidir.</p>	
<p>4. Reagents The reagents must be of analytical quality. The water used must be distilled water or water of at least equivalent purity. It is preferable to use microfiltered water with a resistivity of 18,2 M Ω.cm.</p>	<p>3. Reaktifler Reaktifler analitik kalitede olmalıdır. Kullanılan su distile su veya en azından buna eşdeğer saflıkta su olmalıdır. 18,2 M Ω.cm bir direnç ile mikrofiltre edilmiş su kullanılması tercih edilir.</p>	

<p>4.1. 96 % vol. alcohol. 4.2. HPLC-quality methanol (Solvent B). 4.3. Acetic acid diluted to 0,5 % vol. (Solvent A). 4.4. Mobile phases: (given as an example only). Solvent A (0,5 % acetic acid) and solvent B (pure methanol). Filter through a membrane (porosity 0,45 µm). Degas in an ultrasonic bath, if necessary.</p>	<p>4.1. % 96'lık alkol (v/v). 4.2. Metanol (solvent B): HPLC kalitesinde. 4.3. Asetik asit (solvent A): % 0,5'lik 4.4. Mobil fazlar: (sadece örnek olarak verilen) Solvent A (% 0.5'lik asetik asit) ve solvent B (saf metanol). Gözenek büyüklüğü 0,45 µm olan filtreden süzülür. Gerekirse ultrasonik banyoda gazı giderilir.</p>	
<p>4.5. Reference standards of 99 % minimum purity: furfural, 5-hydroxymethyl furfural, 5-methylfurfural, vanillin, syringaldehyde, coniferaldehyde, sinapaldehyde, gallic acid, ellagic acid, vanillic acid, syringic acid and scopoletin.</p>	<p>4.5. Asgari % 99 saflıkta referans standartlar: furfural, 5-hidroksi furfural, 5-methylfurfural, vanilin, siring aldehit, konifer aldehit, sinap aldehit, gallik asit, elajik asit, vanilik asit, sirinjik asit ve skopoletin.</p>	
<p>4.6. Reference solution: the standard substances are dissolved in a 50 % vol. aqueous-alcoholic solution. The final concentrations in the reference solution should be of the order of: furfural: 5 mg/l; 5-hydroxymethyl furfural: 10 mg/l; 5-methylfurfural 2 mg/l; vanillin: 5 mg/l; syringaldehyde: 10 mg/l; coniferaldehyde: 5 mg/l; sinapaldehyde: 5 mg/l; gallic acid: 10 mg/l; ellagic acid: 10 mg/l; vanillic acid: 5 mg/l; syringic acid: 5 mg/l; scopoletin: 0,5 mg/l.</p>	<p>4.6. Referans çözeltisi: Standart maddeler % 50'lik(v/v) su-alkol solüsyonu içinde çözülür. Nihai konsantrasyonlar referans çözeltisindeki gereklilikleri yerine getirmelidir: furfural: 5 mg/L; 5-hidroksimetil furfural: 10 mg/L; 5-metilfurfural 2 mg/L; vanilin: 5 mg/L; syring aldehit: 10 mg/L; konifer aldehit: 5 mg/L; sinap aldehit: 5 mg/L; gallik asit: 10 mg/L; elajik asit: 10 mg/L; vanillik asit: 5 mg/l; sirinjik asit: 5 mg/L; skopoletin: 0,5 mg/L.</p>	
<p>5. Apparatus Standard laboratory apparatus 5.1. A high-performance liquid chromatograph capable of functioning in binary gradient mode and equipped with: 5.1.1. A spectrophotometric detector capable of measuring at wavelengths from 260 to 340 nm. It is however preferable to work with a multiple wavelength detector with a diode array or similar, in order to confirm the purity of the peaks.</p>	<p>5. Araçlar Standart laboratuvar cihazları 5.1. İkili gradyan modda çalışma yapabilen yüksek basınçlı sıvı kromatografisi ve ekipmanları: 5.1.1. 260 ve 340 nm dalga boylarında ölçüm yapabilen bir spektrofotometrik dedektör. Ancak en yüksek pik saflığını teyit etmek için, bir diyot dizisi ya da benzeri çoklu dalga boylu detektör ile çalışmak tercih edilir.</p>	

<p>5.1.2. A spectrofluorimetric detector — excitation wavelength: 354 nm, emission wavelength: 446 nm (for the trace determination of scopoletin; which is also detectable at 313 nm by spectrophotometry).</p> <p>5.1.3. An injection device capable of introducing 10 or 20 µl (for example) of the test sample.</p> <p>5.1.4. A high-performance liquid chromatography column, RP C18 type, 5 µm maximum particle size.</p>	<p>5.1.2. Spektroflorimetrik dedektör: Eksitasyon dalga boyu: 354 nm, emisyon dalga boyu: 446 nm (Skopoletin iz tespiti için, ayrıca spektrofotometre ile 313 nm' de saptanabilir).</p> <p>5.1.3. Test numunesinin (örneğin) 10 ya da 20 µL dahil etme yeteneğine sahip bir enjeksiyon cihazı.</p> <p>5.1.4. Yüksek performans sıvı kromatografi kolonu, RP C18 tipi, maksimum partikül boyutu 5 µm.</p>	
<p>5.2. Syringes for HPLC.</p> <p>5.3. Device for membrane-filtration of small volumes.</p> <p>5.4. Integrator-computer or recorder with performance compatible with the entire apparatus, and in particular, it must have several acquisition channels.</p>	<p>5.2. HPLC için enjektörler.</p> <p>5.3. Küçük hacimlerde membran filtrasyon için cihaz.</p> <p>5.4. Entegratör-bilgisayar veya kaydedici tüm aparatı ile uyumlu olmalı ve özellikle de birkaç alıcı kazanım kanalı olması gerekir.</p>	
<p>6. Procedure</p> <p>6.1. Preparation of the solution to be injected The reference solution and the spirit drink are filtered, if necessary, through a membrane with a maximum pore diameter of 0,45 µm.</p>	<p>6. İşlem</p> <p>6.1. Enjekte edilecek solüsyonun hazırlanması</p>	
<p>6.2. Chromatographic operating conditions: carry out the analysis at ambient temperature by means of the equipment described in (5.1) and using the mobile phases (4.4) with a flow of approximately 0,6 ml per minute following the gradient below (given as an example only)</p> <p>Time: 0 min 50 min 70 min 90 min</p> <p>solvent A (water-acid): 100 % 60 % 100 % 100 %</p> <p>solvent B (methanol): 0 % 40 % 0 % 0 %</p> <p>Note that in certain cases this gradient should be modified to avoid co-elutions.</p>	<p>Kromatografik çalışma koşulları:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Referans çözeltisi ve alkollü içecek gerektiğinde 0,45 µm'lik maksimum gözenek çapına sahip bir membrandan filtre edilir. - Analiz (5.1)'de tarif edilen cihaz ile ortam sıcaklığında yürütülür ve yaklaşık 0.6 mL/dk akış hızında mobil faz (4.4) kullanmak suretiyle aşağıdaki gradyan altında gerçekleştirilir (sadece örnek olarak verilen). - Zaman: 0 dk 50 dk 70 dk 90 dk - Solvent A (su-asit): % 100 % 60 % 100 % 100 - Solvent B (metanol): % 0 % 40 % 0 % 0 <p>Not: Belirli durumlarda eş elüsyonu önlemek için bu gradyanın değiştirilmesi gerekir.</p>	

<p>6.3. Determination 6.3.1. Inject the reference standards separately, then mixed. Adapt the operating conditions so that the resolution factors of the peaks of all the compounds are equal to at least 1. 6.3.2. Inject the sample as prepared in 6.1. 6.3.3. Measure the area of the peaks in the reference solution and the spirit drink and calculate the concentrations.</p>	<p>6.3. Belirleme 6.3.1. Ayrı ayrı referans standartlar enjekte edilir daha sonra karıştırılır. Çalışma koşullarının uygun hale getirilmesi için tüm bileşik piklerinin çözünürlük faktörlerinin en azından 1'e eşit olması sağlanır. 6.3.2. 6.1'de hazırlanan örnek enjekte edilir. 6.3.3. Referans çözeltisi ve alkollü içki piklerinin alanını ölçülür ve konsantrasyonları hesaplanır.</p>	
<p>7. Expression of results Express the concentration of each constituent in mg/l.</p>	<p>7. Sonuçların ifade edilmesi Her bir bileşenin konsantrasyonu (mg /L) ifade edilir.</p>	
<p>8. Performance characteristics of the method (precision) The following data were obtained in 2009 from an international method- performance study on a variety of spirit drinks, carried out following internationally-agreed procedures (1) (2).</p>	<p>8. Metot performans karakteristikleri (kesinlik) Aşağıdaki veriler, alkollü içkilerin uluslararası kabul görmüş prosedürler için yürütülen uluslararası metot performans çalışmasından 2009 yılında elde edilmiştir (1) (2).</p>	

8.1. Furfural

Analyte	Furfural					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
No of laboratories participating	15	15	15	15	15	15
No of results accepted (laboratories)	14	12	13	14	13	13

Analyte	Furfural					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Mean value (mg/l)	2,9	1,2	1,7	10,6	15,3	13,9
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,04	0,05	0,04	0,18	0,23	0,20
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	1,4	4,5	2,3	1,7	1,5	1,5
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,2	0,1	0,5	0,6	0,6
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,24	0,18	0,09	1,4	0,49	0,69
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	8	15	5	13	3	5
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	0,7	0,5	0,3	3,8	1,4	1,9

8.1. Furfural

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	15	15
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	14	12
Ortalama değer , g/L	2,9	1,2
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,04	0,05
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	1,4	4,5
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,2
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,24	0,18
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	8	15
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	0,7	0,5

8.2. 5-Hidroksimetilfurfural

Analit	5-Hidroksimetilfurfural	
	Viski	Brendi
Numuneler		
Katılımcı laboratuvar sayısı	16	16
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	14	14
Ortalama değer, g/L	5,0	11,1
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,09	0,09
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	1,7	0,8
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,2	0,3
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,39	1,01
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	8	9
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	1,1	2,8

8.2. 5-Hydroxymethylfurfural

Analyte	5-Hydroxymethylfurfural					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Samples						
No of laboratories participating	16	16	16	16	16	16
No of results accepted (laboratories)	14	14	14	14	14	14
Mean value (mg/l)	5,0	11,1	9,4	33,7	5,8	17,5
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,09	0,09	0,09	0,42	0,07	0,13
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	1,7	0,8	1,0	1,3	1,2	0,8
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,2	0,3	0,3	1,2	0,2	0,4
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,39	1,01	0,50	4,5	0,4	1,6
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	8	9	5	13	7	9
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	1,1	2,8	1,4	12,5	1,1	4,6

8.3. 5-Metilfurfural

8.3. 5-Methylfurfural

Analyte	5-Methylfurfural					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
No of laboratories participating	11	11	11	11	11	11
No of results accepted (laboratories)	11	11	8	11	10	11

Analyte	5-Methylfurfural					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Mean value (mg/l)	0,1	0,2	0,1	0,5	1,7	0,8
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,01	0,01	0,02	0,02	0,03	0,07
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	10,7	6,1	13,6	4,7	2,0	10,0
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,03	0,04	0,03	0,18	0,20	0,26
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	35	18	22	39	12	35
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	0,1	0,1	0,1	0,5	0,6	0,7

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	11	11
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	11	11
Ortalama değer, g/L	0,1	0,2
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,01	0,01
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	10,7	6,1
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,0	0,0
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,03	0,04
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	35	18
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	0,1	0,1

8.4. Vanilin

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	16	15
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	16	15
Ortalama değer, g/L	0,5	0,2
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,03	0,02
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	6,8	9,6
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,09	0,06
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	19	25
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	0,3	0,2

8.4. Vanilin

Analyte	Vanilin					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Samples						
No of laboratories participating	16	15	16	16	16	16
No of results accepted (laboratories)	16	15	16	16	16	16
Mean value (mg/l)	0,5	0,2	1,2	1,2	3,2	3,9
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,03	0,02	0,06	0,11	0,11	0,09
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	6,8	9,6	4,6	8,9	3,5	2,3
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,2	0,3	0,3	0,3
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,09	0,06	0,18	0,27	0,41	0,62
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	19	25	15	22	13	16
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	0,3	0,2	0,5	0,8	1,2	1,7

8.5. Siring aldehit

8.5. Syringaldehyde

Analyte	Syringaldehyde					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
No of laboratories participating	16	15	16	16	16	16
No of results accepted (laboratories)	13	13	13	12	14	13

Analyte	Syringaldehyde					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Mean value (mg/l)	1,0	0,2	4,8	3,2	10,5	9,7
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,03	0,02	0,04	0,08	0,10	0,09
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	2,6	8,1	0,8	2,6	0,9	0,9
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,1	0,2	0,3	0,3
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,08	0,07	0,23	0,19	0,39	0,43
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	8	33	5	6	4	4
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,2	0,7	0,5	1,1	1,2

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	16	15
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	13	13
Ortalama değer, g/L	1,0	0,2
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,03	0,02
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	2,6	8,1
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,08	0,07
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	5	33
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,2

8.6. Konifer aldehit

8.6. Coniferaldehyde

Analyte	Coniferaldehyde					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
No of laboratories participating	13	12	13	12	13	13
No of results accepted (laboratories)	12	12	13	12	13	13
Mean value (mg/l)	0,2	0,2	0,6	0,8	4,6	1,3
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,02	0,02	0,03	0,03	0,09	0,06
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	9,2	9,8	4,6	4,3	1,9	4,5
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,04	0,04	0,07	0,09	0,24	0,16
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,04	0,04	0,11	0,18	0,38	0,25
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	23	27	21	23	8	19
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	0,1	0,1	0,3	0,5	1,1	0,7

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	13	12
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	12	12
Ortalama değer, g/L	0,2	0,2
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,02	0,02
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	9,2	9,8
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,04	0,04
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,04	0,04
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	23	27
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	0,1	0,1

8.7. Sinap aldehit

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	14	14
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	14	13
Ortalama değer, g/L	0,3	0,3
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,02	0,01
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	7,5	4,6
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,06	0,03
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,09	0,05
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	31	27
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,2

8.7. Sinapaldehyde

Analyte	Sinapaldehyde					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
No of laboratories participating	14	14	14	14	15	14
No of results accepted (laboratories)	14	13	12	13	13	12

Analyte	Sinapaldehyde					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Mean value (mg/l)	0,3	0,2	0,2	1,6	8,3	0,3
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,02	0,01	0,02	0,06	0,14	0,03
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	7,5	4,6	11,2	3,7	1,6	11,4
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,06	0,03	0,06	0,17	0,38	0,08
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,09	0,05	0,08	0,20	0,81	0,18
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	31	27	46	13	10	73
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,2	0,2	0,6	2,3	0,5

8.8. Gallik asit

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	16	15
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	15	14
Ortalama değer, g/L	1,2	0,4
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,07	0,04
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	6,1	8,1
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,2	0,1
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,43	0,20
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	36	47
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	1,2	0,6

8.8. Gallik acid

Analyte	Galic acid					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
No of laboratories participating	16	15	16	16	16	16
No of results accepted (laboratories)	15	14	16	16	16	16
Mean value (mg/l)	1,2	0,4	2,0	6,1	7,3	21,8
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,07	0,04	0,06	0,18	0,18	0,60
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	6,1	8,1	2,9	3,0	2,4	2,8
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,2	0,1	0,2	0,5	0,5	1,7
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,43	0,20	0,62	3,3	2,2	7,7
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	36	47	31	53	30	35
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	1,2	0,6	1,7	9,1	6,2	21,7

8.9.Elajik asit

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	7	7
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	7	7
Ortalama değer, g/L	3,2	1,0
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,20	0,16
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	6,3	16
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,6	0,4
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	1,41	0,42
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	44	43
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	4,0	1,2

8.9. Ellagic acid

Analyte	Ellagic acid					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
No of laboratories participating	7	7	7	7	7	7
No of results accepted (laboratories)	7	7	7	7	7	6

Analyte	Ellagic acid					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Mean value (mg/l)	3,2	1,0	9,5	13	13	36
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,20	0,16	0,30	0,41	0,95	0,34
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	6,3	16	3,2	3,2	7,4	1,0
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,6	0,4	0,9	1,1	2,7	1,0
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	1,41	0,42	4,0	5,0	4,9	14
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	44	43	42	39	39	40
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	4,0	1,2	11	14	14	40

8.10. Vanilik asit

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	15	15
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	12	11
Ortalama değer, g/L	0,2	0,2
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,03	0,04
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	14,2	16,5
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,05	0,06
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	28	20
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,1

8.10. Vanilic acid

Analyte	Vanilic acid					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Samples						
No of laboratories participating	15	15	15	15	15	15
No of results accepted (laboratories)	12	11	14	14	15	14
Mean value (mg/l)	0,2	0,2	1,5	0,8	2,4	2,7
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,03	0,04	0,03	0,10	0,13	0,21
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	14,2	16,5	2,3	12,6	5,3	7,7
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,1	0,3	0,4	0,6
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,06	0,05	0,51	0,2	1,22	0,70
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	28	20	35	31	51	26
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,1	1,4	0,7	3,4	2,0

8.11. Sirinjik asit

8.11. Syringic acid

Analyte	Syringic acid					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
No of laboratories participating	16	15	16	16	16	16
No of results accepted (laboratories)	16	15	15	15	16	15

Analyte	Syringic acid					
Samples	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Mean value (mg/l)	0,4	0,2	2,5	1,4	3,4	4,8
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,03	0,02	0,06	0,13	0,08	0,11
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	6,7	12,6	2,3	9,0	2,3	2,3
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,2	0,4	0,2	0,3
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,08	0,05	0,29	0,26	0,43	0,67
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	19	29	11	18	13	14
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,1	0,8	0,7	1,2	1,9

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	16	15
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	16	15
Ortalama değer, g/L	0,4	0,2
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,03	0,04
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	6,7	12,6
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,08	0,05
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	19	29
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,1

8.12. Skopoletin

Analit		
Numuneler	Viski	Brendi
Katılımcı laboratuvar sayısı	10	10
Sonuçları kabul edilen laboratuvar sayısı	9	8
Ortalama değer, g/L	0,09	0,04
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_r) g/L,	0,0024	0,0008
Tekrar edilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_r) (%)	2,6	2,2
Tekrar edilebilirlik sınırı (r) g/L ($r = 2,8 \times s_r$)	0,007	0,002
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan standart sapma (s_R), g/L	0,01	0,01
Yeniden üretilebilirlik koşulları altında elde edilen sonuçlardan hesaplanan nispi standart sapma (RSD_R) (%)	15	16
Yeniden üretilebilirlik sınırı (R) g/L ($R = 2,8 \times s_R$)	0,02	0,04

8.12. Skopoletin

Analyte	Scopoletin					
	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
No of laboratories participating	10	10	10	10	10	10
No of results accepted (laboratories)	9	8	9	8	8	8
Mean value (mg/l)	0,09	0,04	0,11	0,04	0,65	0,15
Repeatability standard deviation, s_r (mg/l)	0,0024	0,0008	0,0018	0,0014	0,0054	0,0040
Repeatability relative standard deviation, RSD_r (%)	2,6	2,2	1,6	3,3	0,8	2,7
Repeatability limit, r (mg/l) ($r = 2,8 \times s_r$)	0,007	0,002	0,005	0,004	0,015	0,011
Reproducibility standard deviation, s_R (mg/l)	0,01	0,01	0,03	0,01	0,09	0,02
Reproducibility relative standard deviation, RSD_R (%)	15	16	23	17	15	15
Reproducibility limit, R (g/l) ($R = 2,8 \times s_R$)	0,04	0,02	0,07	0,02	0,26	0,06

(1) 'Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies', Horwitz, W. (1995) *Pure and Applied Chemistry*, 67, 332-343.

(2) Horwitz, W. (1982) *Analytical Chemistry*, 54, 67A-76A.

	<p>Amaç ve kapsam MADDE 1 – (1) Bu Tebliğin amacı, distile alkollü içkilerin resmi kontrolleri için uygulanacak analiz metotlarını düzenlemektir.</p>	
	<p>Dayanak MADDE 2 – (1) Bu Tebliğ, 29/12/2011 tarihli ve 28157 üçüncü mükerrer sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliğine dayanılarak hazırlanmıştır.</p>	
	<p>Tanımlar MADDE 3 – a) CAS: Bilimsel literatürde tanımlanmış her bir kimyasal bileşik için verilen Amerikan Kimya Derneği'nin kayıt numaralarını, b) Distile Alkollü İçkiler Tebliği: 16/3/2005 tarihli ve 25757 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Distile Alkollü İçkiler Tebliğini (Tebliğ No: 2005/11), c) EIPT: Uluslararası Pratik Sıcaklık Ölçeğini, ç) FID: Alev iyonlaşma dedektörünü, d) GC: Gaz kromatografisini, e) HMCE: İngiliz Gümrük ve Vergi Kurumunu, f) HPLC: Yüksek performanslı sıvı kromatografisini, g) ISO: Uluslararası Standardizasyon Teşkilatını, ğ) IUPAC: Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliğini, ı) OIML: Uluslararası Yasal Metroloji Organizasyonunu, i) OIV: Uluslararası Bağcılık ve Şarapçılık Örgütünü, j) Splitli enjeksiyon: Girişte bölünmeli enjeksiyon sistemini, k) Splitless enjeksiyon: Bölünmesiz enjeksiyon sistemini, l) Split/Splitless enjektör: Bölünmeli/Bölünmesiz enjektörü, ö) UV: Ultraviyoleyi ifade eder.</p>	

	<p>Avrupa Birliđi mevzuatına uyum MADDE 5 – (1) Bu Tebliđ, Avrupa Birliđinin 19/12/2000 tarihli ve 2870/2000/EC sayılı Distile Alkollü İçkilerin Analizi ile İlgili Topluluk Referans Metotları Komisyon Tüzüğüne uyum çerçevesinde hazırlanmıştır.</p>	
--	---	--