

**MAGYAR ÉLELMISZERKÖNYV**  
**Hivatalos Élelmiszervizsgálati**  
**Módszergyűjtemény**

---

**Codex Alimentarius Hungaricus**

**3-2-1/2002 számú irányelv**  
**Mezőgazdasági eredetű etil-alkohol**  
**vizsgálati módszerei**

---

**Analysis methods for ethyl alcohol of**  
**agricultural origin**

**A Magyar Élelmiszerkönyv irányelveinek hatályára vonatkozó rendelkezéseket az élelmiszerekről szóló 1995. évi XC. törvény és a végrehajtására kiadott rendeletek tartalmazzák.**

**A Magyar Élelmiszerkönyv irányelveit folyamatosan igazítják a fogyasztói igények változásaihoz, a tudomány és technika újabb eredményeihez. Ezért ezen irányelv használata előtt győződjön meg arról, hogy a szöveg időközben nem változott-e.**

**A változásokat a Földművelésügyi és Vidékfejlesztési Értesítő közli. Az irányelveket az MSZH Szabványbolt (Budapest IX. Üllői út 25., levélcím: Budapest Pf. 24, 1450) árusítja.**

**Magyar Élelmiszerkönyv**  
Hivatalos Élelmiszervizsgálati Módszergyűjtemény

---

**Codex Alimentarius Hungaricus**

3-2-1/2002 számú irányelv  
A mezőgazdasági eredetű etil-alkohol vizsgálati módszerei

---

**Analysis methods for ethyl alcohol of agricultural origin**

**1. §**

A Magyar Élelmiszerkönyv 1-3-1576/89 előírása 1. § 3. bekezdésének h) pontjában meghatározott mezőgazdasági eredetű etil-alkohol minőségi jellemzőit a mellékletben leírt módszerekkel kell meghatározni.

**2. §**

Ezen előírás alkalmazásakor:

- a) ismételhetőség az az érték, amelyet azonos körülmények között (azonos vizsgáló személy, azonos berendezés, azonos laboratórium, rövid időn belül) elvégzett két egyedi vizsgálat eredményeinek abszolút eltérése egy meghatározott valószínűséggel várhatóan nem halad meg;
- b) reprodukálhatóság az az érték, amelyet eltérő körülmények között (más vizsgáló személy, más berendezés és/vagy más laboratórium és/vagy más időpont) elvégzett két egyedi vizsgálat eredményeinek abszolút eltérése egy meghatározott valószínűséggel várhatóan nem halad meg.

Az „egyedi vizsgálati eredmény” azt az értéket jelenti, amelyet akkor kapunk, ha egy egyedi mintát a módszert alkalmazva egyszer megvizsgálunk. Ha nincs másképpen megadva, a valószínűség 95%.

## MELLÉKLET

### A vizsgálati módszerek ismertetése

A minta előkészítése a vizsgálatához

1. módszer: Az alkoholtartalom meghatározása
2. módszer: A szín és a tisztaság meghatározása
3. módszer: A permanganátos elszíntelenedési idő meghatározása
4. módszer: Az aldehidtartalom meghatározása
5. módszer: A nagyobb szénatomszámú alkoholok meghatározása
6. módszer: Az összes savtartalom meghatározása
7. módszer: Az észtertartalom meghatározása
8. módszer: Illékony nitrogénbázisok meghatározása
9. módszer: A metanoltartalom meghatározása
10. módszer: A bepárlásimaradék meghatározása
11. módszer: A furfurol kimutatása
12. módszer: UV teszt
13. módszer: Etanol  $^{14}\text{C}$ -tartalmának a meghatározása

## **1. A minta előkészítése a vizsgálathoz**

### 1.1. Általános előírások

A vizsgálatra szánt minta térfogatának rendszerint 1,5 l-nek kell lennie, kivéve, ha egy speciális vizsgálathoz nagyobb mennyiség szükséges.

### 1.2. A minta előkészítése

Vizsgálat előtt a mintát homogenizálni kell.

### 1.3. A minta tárolása

A vizsgálandó mintát tiszta, száraz, jól zárható edényben kell tartani, ügyelve arra, hogy az alkohol a parafa-, gumi- vagy műanyag dugóval, illetve fedéllel ne kerüljön érintkezésbe. Pecsétviasz használata tilos!

## **2. Reagensok**

### 2.1. Víz

Az oldáshoz, hígításhoz vagy mosáshoz minden esetben desztillált vagy ioncserélt, vagy azzal azonos tisztaságú, sómentesített vizet kell használni.

2.1.1. Ahol a reagens nincs külön megnevezve, az „oldás” vagy a „hígítás” vizes oldat készítését jelent.

### 2.2. Vegyszerek

Ha nincs másképpen előírva, minden vegyszer analitikai tisztaságú legyen.

## **3. Eszközök**

### 3.1. Az eszközök felsorolása

A módszerleírásban a felsorolás csak a speciális vagy különleges eszközöket tartalmazza.

### 3.2. Analitikai mérleg

Az analitikai mérleg legalább 0,1 mg pontosságú legyen.

## **4. Az eredmények kifejezése**

### 4.1. Eredmények

A vizsgálati jegyzőkönyvben megadott eredmény legalább két olyan meghatározás eredményének átlaga, amelyek kielégítik az ismételhetőség (r) követelményét.

### 4.2. Az eredmények kiszámítása

Ha nincs másképpen előírva, az eredményeket g/hl abszolút alkoholban kell megadni.

### 4.3. A tizedes jegyek száma

Az eredményeket csak annyi értékes jegyre kell megadni, amennyit az alkalmazott vizsgálati módszer precizitása indokol.

### **1. módszer: Az alkoholtartalom meghatározása**

Az alkoholtartalmat az Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-2870/2000 előírása szerint kell meghatározni

Az eredményt térfogat százalékban kell kifejezni, a Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-76/766 előírása szerint.

### **2. módszer: A szín és a tisztaság meghatározása**

1. Alkalmazási terület

A módszer a semleges alkohol színének és/vagy tisztaságának meghatározására alkalmas.

2. Fogalommeghatározás

Szín és/vagy tisztaság: a színnek és/vagy a tisztaságnak az itt megadott módszerrel végzett megállapítása.

3. A módszer elve

A színt és a tisztaságot vizuálisan állapítjuk meg, vízzel összehasonlítva, fehér illetve fekete háttér előtt.

4. Eszközök

Színtelen, legalább 40 cm magas üveghenger

5. Eljárás

Állítsunk két üveghengert (4) fehér vagy fekete háttér elé, és töltsük meg az egyiket kb. 40 cm magasságig mintával, a másikat pedig ugyanolyan magasságig vízzel.

Nézzük meg a mintát felülről, vagyis a henger hosszanti tengelye mentén, és hasonlítsuk össze a vízzel telt hengerrel.

6. Az eredmény értékelése

Az 5. pont szerint eljárva állapítsuk meg a minta színét és/vagy tisztaságát.

### **3. módszer: A permanganátos elszíntelenedési idő meghatározása**

1. Alkalmazási terület

A módszerrel a semleges alkohol permanganátos elszíntelenedési idejét határozzuk meg.

2. Fogalommeghatározás

Permanganátos elszíntelenedési idő: az az időtartam percekben, az itt megadott módszerrel meghatározva, amely ahhoz szükséges, hogy a minta 10 ml-éhez 1 mmol/l koncentrációjú kálium-permanganát-oldatot adva, az elegy színe azonos legyen az összehasonlító oldat színével.

### 3. A módszer elve

Meghatározzuk azt a permanganátos elszíntelenedési időnek nevezett időtartamot, amely ahhoz szükséges, hogy a mintához kálium-permanganátot adva, a minta színe az összehasonlító oldat színével azonos legyen.

### 4. Vegyszerek

4.1. Kálium-permanganát-oldat, 1 mmol/l. Közvetlenül a felhasználás előtt kell készíteni.

#### 4.2. Vörös színoldat (A)

– Mérjünk be pontosan 59,50 g  $\text{CoCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$ -t.

– Elegyítsünk 25 ml sósavat ( $d^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) 975 ml vízzel.

– Töltsük a sósav-víz elegy egy részét 1000 ml-es mérőlombikba, adjuk hozzá a kobalt-kloridot, majd a teljes oldódás után  $20^\circ\text{C}$ -on töltsük jelig a lombikot a maradék eleggyel.

#### 4.3. Sárga színoldat (B)

– Mérjünk be pontosan 45,00 g  $\text{FeCl}_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$ -t.

– Elegyítsünk 25 ml sósavat ( $d^{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) 975 ml vízzel, majd a vas-klorid bemért mennyiségével ugyan úgy járunk el, mint az (A) oldat esetében.

#### 4.4. Szín-összehasonlító oldat

– Pipetázzunk 13 ml (A) színoldatot és 5,5 ml (B) színoldatot 100 ml-es mérőlombikba, majd  $20^\circ\text{C}$ -on töltsük jelig a lombikot.

– Megjegyzés: Az (A) és (B) színoldat sötét helyen,  $4^\circ\text{C}$ -on több hónapig eltartható; a szín-összehasonlító oldatot minden alkalommal frissen kell készíteni.

### 5. Eszközök

5.1. Színtelen üvegből készült 100 ml-es Nessler-csövek, 50 ml-nél körjellel, becsiszolt üveg dugóval vagy kb. 20 mm átmérőjű színtelen kémcsövek.

5.2. 1, 2, 5, 10 és 50 ml-es pipetták.

5.3. Hőmérő, 0,1 vagy 0,2  $^\circ\text{C}$  osztású,  $50^\circ\text{C}$ -ig terjedő méréstartománnyal.

5.4. Analitikai mérleg

5.5. Vízfürdő termosztáttal,  $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$ -ra beállítható.

5.6. Mérőlombik becsiszolt dugóval, 100 és 1000 ml-es

### 6. Eljárás

– Pipetázzuk a minta 10 ml-ét kémcsőbe vagy 50 ml-ét Nessler-csőbe.

– Tegyük  $20^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe.

– A bemért mennyiségtől függően adjunk hozzá 1 ml vagy 5 ml 1 mmol/l-es kálium-permanganát-oldatot, keverjük össze, és tegyük a  $20^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe.

– Jegyezzük fel az időt.

– Pipettázzuk a szín-összehasonlító oldat 10 ml-ét a mintáéval azonos átmérőjű kémcsőbe vagy 50 ml-t Nessler-csőbe.

– Figyeljük a minta színének változását, és időnként hasonlítsuk össze a szín-összehasonlító oldat színével, fehér háttér előtt.

– Jegyezzük fel azt az időt, amikor a minta színe a szín-összehasonlító oldat színével azonos lesz.

**Megjegyzés:** A vizsgálat alatt a mintát óvni kell a napfénytől.

#### 7. Az eredmény kifejezése

7.1. Elszíntelenedési idő alatt azt a percekben kifejezett időtartamot értjük, amely alatt a minta színe azonos lesz a szín-összehasonlító oldat színével. Semleges alkohol esetében ez az idő 20 °C-on legalább 18 perc legyen.

#### 7.2. Ismételhetőség

Azonos vizsgáló személy által, azonos körülmények között, egyszerre vagy gyors egymásutánban azonos mintával végzett két vizsgálat során kapott elszíntelenedési idők közötti különbség legfeljebb két perc lehet.

#### 8. Megjegyzések

8.1. Mangán-dioxid nyomok a reakciót katalizálják. Ügyeljünk arra, hogy a kémcsövek és a pipetták gondosan ki legyenek tisztítva, és az eszközöket csak e vizsgálat végzésére használjuk. Az üvegeszközöket sósavval tisztítsuk, és gondosan öblítsük ki vízzel, barna elszíneződés nem lehet rajtuk.

8.2. Gondosan ügyelni kell a permanganát oldat (4.1.) készítéséhez használt víz minőségére; a víznek nem szabad permanganátot fogyasztania. Ha nem áll rendelkezésre megfelelő minőségű víz, desztillált vizet forraljunk fel, adjunk hozzá annyi permanganátot, hogy nagyon enyhén rózsaszínű legyen. Lehűtés után ez a víz használható a hígításhoz.

8.3. Egyes minták elszíntelenedhetnek anélkül, hogy a szín-összehasonlító oldat színárnyalatával pontosan azonos színűek lennének.

8.4. A permanganátos teszt félrevezető eredményt adhat, ha a vizsgálandó alkoholmintát nem teljesen tiszta üvegben tárolták, ha nem alkohollal leöblített becsiszolt üvegdugóval, vagy ha ön- illetve alumíniumbevonatú dugóval zárták le.

### **4. módszer: Az aldehidtartalom meghatározása**

#### 1. Alkalmazási terület

A módszerrel a semleges alkoholban lévő aldehideket határozzuk meg acetaldehidben kifejezve.

#### 2. Fogalommeghatározás

Aldehidtartalom: az aldehidek e módszerrel meghatározott mennyisége acetaldehidben kifejezve.

#### 3. A módszer elve

A minta Schiff-reagenssel képzett színét ismert acetaldehidtartalmú standardoldatok színével hasonlítjuk össze.



## 4. Vegyszerek

- p-Rozanilin-hidroklorid (bázikus fukszin)
- Vízmentes nátrium-szulfid vagy nátrium-metabiszulfid
- Sósav,  $d^{20} = 1,19$  g/ml sűrűségű
- Porított aktív szén
- Keményítőoldat: 1 g vízoldható keményítőt és 5 mg HgJ<sub>2</sub>-ot (tartósítószer) hideg vízben elszuszpendálunk, ezután 500 ml forrásban lévő vízbe keverjük, 5 percig forraljuk, majd lehűlés után szűrjük.
- Jódoldat, 0,05 mol/l
- 1-Amino-etanol CH<sub>3</sub>CH(NH<sub>2</sub>)OH (relatív móltömeg 61,08)
- Schiff-reagens
- Oldjunk fel 5,0 g porított p-rozanilin-hidrokloridot kb. 1000 ml forró vízben egy 2000 ml-es mérőlombikban.
- Ha szükséges, helyezük vízfürdőbe, amíg teljesen fel nem oldódik.
- Oldjunk fel 30 g vízmentes nátrium-szulfidot (vagy nátrium-metabiszulfid ekvivalens mennyiségét) kb. 200 ml vízben, és adjuk a lehűlt p-rozanilin-oldathoz.
- Hagyjuk állni kb. 10 percig.
- Adjunk hozzá 60 ml sósavat ( $d^{20} = 1,19$  g/ml).
- Ha az oldat színtelen – halványbarna színeződést nem kell figyelembe venni -, vízzel töltsük jelig a lombikot.
- Szükség esetén redős szűrőpapírra helyezett aktív szénen szűrjük az oldatot, hogy színtelen oldatot kapjunk.

## Megjegyzések:

- (1) A Schiff-reagenst a használat előtt legalább 14 nappal kell elkészíteni.
- (2) A reagens szabad SO<sub>2</sub>-tartalma 2,8 – 6,0 mmol/100 ml, pH-értéke 1 legyen.

A szabad kén-dioxid-tartalom meghatározása:

- Pipetázzunk 10 ml Schiff-reagenst 250 ml-es Erlenmeyer-lombikba.
- Adjunk hozzá 200 ml vizet.
- Adjunk hozzá 5 ml keményítőoldatot.
- Keményítős végpontjelzés mellett titráljuk meg 0,05 mol/l-es jódoldattal.
- Ha a szabad SO<sub>2</sub>-tartalom a fent megadott koncentrációtartományon kívül esik,
  - emeljük meg az SO<sub>2</sub>-tartalmat számított mennyiségű nátrium-metabiszulfid hozzáadásával (100 ml reagensre annyiszor 0,126 g Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>-ot, ahány mmol SO<sub>2</sub> hiányzik), vagy
  - csökkentjük az SO<sub>2</sub>-tartalmat úgy, hogy a reagensen levegőt buborékoltatunk át.

A reagens szabad SO<sub>2</sub>-tartalmának kiszámítása:

$$\begin{aligned}
 \text{Szabad SO}_2 \text{ mmol/100 ml reagens} &= \frac{\text{fogyott jódoldat}(0,05 \text{ mol/l}) \text{ térfogata ml} \times 3,2 \times 100}{64 \times 10} = \\
 &= \frac{\text{fogyott jódoldat}(0,05 \text{ mol/l}) \text{ térfogata ml}}{2} =
 \end{aligned}$$

**Fontos:**

Ha a Schiff-reagens más módszerrel készült, úgy annak érzékenységét a vizsgálat előtt ellenőrizni kell az alábbiak szerint:

- az aldehidmentes referenciaalkohol ne színeződjön el,
- 0,1 g acetaldehid/hl absz. alk. koncentráció rózsaszín elszíneződést adjon.

(3) A kereskedelmi 1-amino-etanol tisztítása

- Oldjunk fel maradék nélkül 5 g 1-amino-etanol kb. 15 ml vízmentes alkoholban.
- Adjunk hozzá kb. 50 ml száraz dietil-étert (az 1-amino-etanol kicsapódik).
- Tegyük néhány órára hűtőszekrénybe.
- Szűrjük le a kristályokat, majd mossuk száraz dietil-éterrel.
- Szárítsuk 3-4 óráig exsikkátorban, kénsav fölött, enyhe vákuumban.

Megjegyzés:

A tiszta 1-amino-etanolnak fehér színűnek kell lennie; ha nem az, az átkristályosítást meg kell ismételni.

5. Eszközök

- 5.1. 20 ml-es, becsiszolt dugós szín-összehasonlító csövek.
- 5.2. 1, 2, 3, 4, 5 és 10 ml-es pipetták.
- 5.3. Vízfürdő termosztáttal,  $20 \pm 0,5$  °C-ra állítva.
- 5.4. Spektrofotométer, 50 mm-es küvetákkal.

6. Eljárás

6.1. Előzetes figyelmeztetés!

Ha ezt a módszert alkalmazzuk az aldehidtartalom meghatározására, győződjünk meg arról, hogy a minta alkoholtartalma elérte-e a legalább 90,0% (V/V)-ot. Ha nem, az alkoholtartalmat aldehidmentes alkohol hozzáadásával be kell állítani.

6.2. Kalibrációs görbe készítése

Mérjük be analitikai mérlegen pontosan 1,3860 g tisztított és száraz 1-amino-etanol.

Aldehidmentes etanollal mossuk be egy 1000 ml-es mérőlombikba, majd 20 °C-on töltsük jelig. Az oldat 1 g/l acetaldehiddel egyenértékű.

Készítsünk kétlépcsős hígítással 10 összehasonlító oldatot, 0,1 – 1,0 mg acetaldehid/100 ml oldat koncentrációtartományban.

Határozzuk meg az összehasonlító oldatok abszorbanciáját a 6.3. pont szerint és vegyük fel a kalibrációs görbét.

6.3. Az aldehidtartalom meghatározása

Pipetázzunk 5 ml mintát szín-összehasonlító csőbe.

Adjunk hozzá 5 ml vizet, keverjük össze és tartsuk 20 °C-os állandó hőmérsékleten.

Ezzel egyidejűleg készítsünk vakpróbát 5 ml aldehidmentes 96%(V/V)-os alkohollal, adjunk hozzá 5 ml vizet és tartsuk 20 °C-os állandó hőmérsékleten.

Ezután mindkét csőbe adjunk 5 ml Schiff-reagenst, zárjuk le becsiszolt üveg dugóval, és jól rázzuk össze.

Tegyük 20 percre 20 °C-os vízfürdőbe.

A csövek tartalmát küvettába töltve 546 nm-en határozzuk meg az abszorbanciát.

Megjegyzések:

(1) A kalibrációs görbe érvényességét minden vizsgálatkor ellenőrizni kell az összehasonlító oldatokkal. eltérés esetén új kalibrációs görbét kell készíteni.

(2) Ügyelni kell arra, hogy a vakpróba mindig szintelen legyen.

## 7. Az eredmény kifejezése

### 7.1. A számítás módja és képlete

A minta aldehid-tartalma az optikai sűrűséget az aldehidkoncentráció függvényében ábrázoló görbe segítségével határozható meg.

Az aldehidtartalom acetaldehidben kifejezve, g/hl absz. alkoholban megadva:

$$\frac{100 \times A}{T}$$

ahol

A a minta aldehidtartalma g/hl-ben, acetaldehidben kifejezve, a kalibrációs görbe alapján,

T a minta alkoholtartalma az 1. módszer szerint meghatározva.

### 7.2. Ismételhetőség

Azonos vizsgáló személy által, azonos körülmények között, egyszerre vagy gyors egymásutánban azonos mintával végzett, két vizsgálat eredménye közötti különbség legfeljebb 0,1 g aldehid/hl absz. alkohol lehet.

## 5. módszer: A nagyobb szénatomszámú alkoholok meghatározása

### 1. Alkalmazási terület

A módszerrel a semleges alkoholban lévő, nagyobb szénatomszámú alkohol komponensek mennyiségét határozzuk meg, 2-metil-propán-1-ol-ban kifejezve.

### 2. Fogalommeghatározás

Nagyobb szénatomszámú alkoholtartalom: a kettőnél nagyobb szénatomszámú alkoholok mennyisége 2-metil-propán-1-ol-ban kifejezve, e módszerrel meghatározva.

### 3. A módszer elve

Mérjük a nagyobb szénatomszámú alkoholoknak aromás aldehiddel híg, forró kénsavban lejátszódó reakciója (Komarowsky-reakció) során képződött színes termékek abszorbanciáját 560 nm-en, korrigáljuk a mintában esetleg jelen lévő aldehidtartalomnak megfelelően, majd összehasonlítjuk a 2-metil-propán-1-ol azonos körülmények között keletkezett reakciótermékével.

#### 4. Vegyszerek

##### 4.1. Szalicil-aldehyd-oldat, 1% (m/m).

Készítése: 1 g szalicil-aldehydet feloldunk 99 g 96% (V/V)-os, kozmaolajmentes etanolban.

##### 4.2. Kénsav, koncentrált, sűrűsége 1,84 g/ml

##### 4.3. 2-metil-propán-1-ol

##### 4.4. 2-metil-propán-1-ol standardoldatok

Hígítsuk a 2-metil-propán-1-olt (4.3.) 96% (V/V)-os etanollal úgy, hogy a standard-oldatok koncentrációja 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 és 1,0 g 2-metil-propán-1-ol/hl oldat legyen.

##### 4.5. Acetaldehyd-standardoldatok

Készítése a 4. módszer 6.2. pontja szerint.

##### 4.6. Etanol, 96% (V/V)-os, nagyobb szénatomszámú alkoholoktól és aldehydektől mentes.

#### 5. Eszközök

##### 5.1. UV-VIS spektrofotométer, amely alkalmas oldatok abszorbanciájának mérésére 560 nm-en.

##### 5.2. Spektrofotométer küvetták, 10, 20, 50 mm rétegvastagsággal.

##### 5.3. Vízfürdő termosztáttal, $20 \pm 0,5$ °C-ra állítva.

##### 5.4. Vastag pirex- vagy hasonló üvegből készült, kb. 50 ml térfogatú, becsiszolt dugós összehasonlító csövek.

#### 6. Eljárás

##### 6.1. Aldehydtartalom

Határozzuk meg a minta acetaldehydben kifejezett aldehyd-tartalmát a 4. módszerrel

##### 6.2. 2-metil-propán-1-ol-os kalibrációs görbe

Mindegyik 2-metil-propán-1-ol standardoldatból (4.4.) pipetázzunk 10-10 ml-t 50 ml-es becsiszolt dugós szín-összehasonlító hengerbe. Pipetázzunk mindegyik hengerbe 1 ml szalicil-aldehyd-oldatot (4.1.), majd 20 ml kénsavat (4.2.). Keverjük össze a hengerek tartalmát óvatos mozzgatással (ügyeljünk arra, hogy közben a dugót időnként meglazítsuk). Tartsuk a hengereket 10 percig szobahőmérsékleten, majd tegyük  $20 \pm 0,5$  °C hőmérsékletű vízfürdőbe (5.3.). 20 perc eltelte után öntsük a hengerek tartalmát spektrofotométer küvettákba.

Pontosan 30 perccel a kénsav hozzáadása után határozzuk meg az oldatok abszorbanciáját 560 nm-en, vízzel szemben.

Készítsük el a kalibrációs görbét, az abszorbanciát a 2-metil-propán-1-ol-koncentráció függvényében ábrázolva.

### 6.3. Aldehydes kalibrációs görbe

Ugyanúgy járunk el, mint a 6.2.-ben, de a 2-metil-propán-1-ol standardoldatok 10 ml-e helyett az acetaldehid-standardoldatok 10 ml-ét mérjük be.

Készítjük el a kalibrációs görbét, az 560 nm-en mért abszorbanciát az acetaldehid- koncentráció függvényében ábrázolva.

### 6.4. A minta meghatározása

Ugyanúgy járunk el, mint a 6.2.pontban, de a 2-metil-propán-1-ol standardoldatok 10 ml-e helyett a minta 10 ml-ét mérjük be.

Határozzuk meg a minta abszorbanciáját.

### 7. Az eredmény kifejezése

#### 7.1. Képlet és számítási mód

7.1.1. Korrigáljuk a minta abszorbanciáját úgy, hogy levonjuk a minta aldehid-tartalmának megfelelő abszorbanciát (amelyet a 6.3. pont szerinti kalibrációs görbe segítségével kaptunk).

7.1.2. Határozzuk meg a nagyobb szénatomszámú alkoholok koncentrációját 2-metil-propán-1-ol-ban kifejezve a 6.2. pont szerinti kalibrációs görbe segítségével, a korrigált abszorbancia értékek (7.1.1. pont) alapján.

7.1.3. A minta nagyobb szénatomszámú alkoholkoncentrációját 2-metil-propán-1-ol-ban kifejezve, g/hl absz. alkoholban megadva, a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{A \times 100}{T}$$

ahol

A a mintában lévő nagyobb szénatomszámú alkoholok koncentrációja a 7.1.2. pont szerint számítva;

T a minta alkoholtartalma az 1. módszer szerint meghatározva.

#### 7.2. Ismételhetőség

Azonos vizsgáló személy által, azonos körülmények között, egyszerre vagy gyors egymásutánban azonos mintával végzett, két vizsgálat eredménye közötti különbség legfeljebb 0,2 g /hl absz. alkohol lehet.

## 6. módszer: Az összes savtartalom meghatározása

### 1. Alkalmazási terület

A módszerrel a semleges alkohol összes savtartalmát határozzuk meg, ecetsavban kifejezve.

### 2. Fogalommeghatározás

Összes savtartalom: ezzel a módszerrel meghatározott összes savtartalom ecetsavban kifejezve.

3. A módszer elve

A mintát forralással végzett gázmentesítés után ismert töménységű nátrium-hidroxid- oldattal titráljuk, és a savtartalmat ecetsavban fejezzük ki.

4. Vegyszerek

4.1. Nátrium-hidroxid-oldat, 0,01 és 0,1 mol/l, úgy tárolva, hogy a szén-dioxiddal való érintkezés minimális legyen.

4.2. Indigókármin-indikátoroldat (A)

- mérjük be 0,2 g indigókármin-t,
- oldjuk fel 40 ml vízben, majd töltjük fel etanollal 100 ml-re.

4.3. Fenolvörös-indikátoroldat (B)

- mérjük be 0,2 g fenolvöröst,
- oldjuk fel 6 ml 0,1 mol/l-es nátrium-hidroxidban egy 100 ml-es mérőlombikban, és töltjük félig a lombikot vízzel.

5. Eszközök

5.1. Büretta vagy automata titrátor

5.2. Pipetta, 100 ml-es

5.3. Csiszolt dugós gömblombik, 250 ml-es

5.4. Visszafolyó hűtő csiszolt dugóval

6. Eljárás

- Pipettázzunk 100 ml mintát egy 250 ml-es gömblombikba.
- Adjunk hozzá forrkövet és a hűtőhöz csatlakoztatva rövid ideig forraljuk.
- Adjunk 1-1-csepp A- és B-indikátort a forró oldathoz.
- Titráljuk meg 0,01 mol/l-es nátrium-hidroxid-oldattal a zöldsárgából a lilába való színátcsapásig.

7. Az eredmény kifejezése

7.1. Képlet és számítási mód

Az összes savtartalmat ecetsavban kifejezve, g/hl abszolút alkoholban megadva, a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{V \times 60}{T}$$

ahol

V a semlegesítéshez szükséges 0,01 mol/l-es nátrium-hidroxid-oldat térfogata, ml

T a minta alkoholtartalma az 1. módszer szerint meghatározva.

## 7.2. Ismételhetség

Azonos vizsgáló személy által, azonos körülmények között, egyszerre vagy gyors egymásutánban, azonos mintával végzett két vizsgálat eredménye közötti különbség legfeljebb 0,1 g /hl absz. alkohol lehet.

**7. módszer: Az észtertartalom meghatározása**

## 1. Alkalmazási terület

A módszerrel a semleges alkohol észtertartalmát határozzuk meg etil-acetátban kifejezve.

## 2. Fogalommeghatározás

Észtertartalom: ezzel a módszerrel meghatározott észter-tartalom etil-acetátban kifejezve.

## 3. A módszer elve

Az észterek lúgos közegben kvantitatív reakcióba lépnek a hidroxil-amin-klórhidráttal hidroxil-aminsavak képződése közben. A hidroxil-aminsavak vas(III)ionokkal savas közegben színes komplexet képeznek. Mérjük a komplex abszorbanciáját 525 nm-en.

## 4. Vegyszerek

## 4.1. Sósav, 4 mol/l

## 4.2. Vas(III)-klorid-oldat, 0,37 mol/l, 1 mol/l sósavban oldva

## 4.3. Hidroxil-amin-klórhidrát-oldat, 2 mol/l. Hűtőszekrényben kell tárolni.

## 4.4. Nátrium-hidroxid oldat, 3,5 mol/l

## 4.5. Etil-acetát-standardoldatok, amelyek 0,0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 és 1,0 g etil-acetátot tartalmaznak 1 hl észtermentes, 96% (V/V)-os etanolban

## 5. Eszközök

Spektrofotométer 50 mm-es küvettákkal

## 6. Eljárás

## 6.1. Kalibrációs görbe

- Mérjük be analitikai mérlegen pontosan 1 g etil-acetátot.
- Észtermentes alkohollal mossuk be egy 1000 ml-es mérőlombikba és 20 °C-on töltjük jelig.
- Kétlépcsős hígítással készítsünk 20 olyan referenciaoldatot, amelyeknek etil-acetát- tartalma 0,1 – 2,0 mg/100 ml.
- Határozzuk meg a referenciaoldatok abszorbanciáját a 6.2. pont szerint, és vegyük fel a kalibrációs görbét.

## 6.2. Az észtertartalom meghatározása

- Pipetázzunk 10 ml mintát becsiszolt dugós kémcsőbe.

- Adjunk hozzá 2 ml hidroxil-amin-klórhidrátot.
- Egyidejűleg készítsünk vakpróbát 10 ml 96% (V/V)-os észtermentes etanol és 2 ml hidroxil-amin-klórhidrát felhasználásával.
- Mindegyik oldathoz adjunk 2 ml nátrium-hidroxidot, zárjuk le a kémcsöveket az üvegdugókkal, és rázzuk jól össze.
- Helyezzük 15 percre 20 °C-os vízfürdőbe.
- Adjunk mindegyik csöbe 2 ml sósavat és gyorsan rázzuk össze.
- Adjunk hozzá 2 ml vas-klorid-oldatot és rázzuk jól össze.
- Töltsük a csövek tartalmát küvettába.
- Mérjük meg az abszorbanciát 525 nm-en.

## 7. Az eredmény kifejezése

### 7.1. Képlet és számítási mód

Ábrázoljuk a standardoldatok abszorbanciáját a koncentrációjuk függvényében.

Olvassuk le a görbéről a minta abszorbanciaértékének megfelelő észtertartalmat (etil-acetátban kifejezve = A), és számítsuk ki a következő képlettel, g/hl absz. alkoholban megadva:

$$\frac{A \times 100}{T}$$

ahol

T a minta alkoholtartalma az 1. módszer szerint meghatározva.

### 7.2. Ismételhetőség

Azonos vizsgáló személy által, azonos körülmények között, egyszerre vagy gyors egymásutánban azonos mintával végzett, két vizsgálat eredménye közötti különbség legfeljebb 0,1 g észter, etil-acetátban kifejezve/hl absz. alkohol lehet.

## **8. módszer: Illékony nitrogénbázisok meghatározása**

### 1. Alkalmazási terület

A módszerrel a semleges alkohol nitrogénben kifejezett illékony nitrogénbázis-tartalmát határozzuk meg.

### 2. Fogalommeghatározás

Illékony nitrogénbázis-tartalom: ezzel a módszerrel meghatározott illékony bázis-tartalom nitrogénben kifejezve

### 3. A módszer elve

A mintát kénsav jelenlétében bepároljuk, majd ammóniatartalmát Conway-mikrodifúziós technikával határozzuk meg.

### 4. Vegyszerek

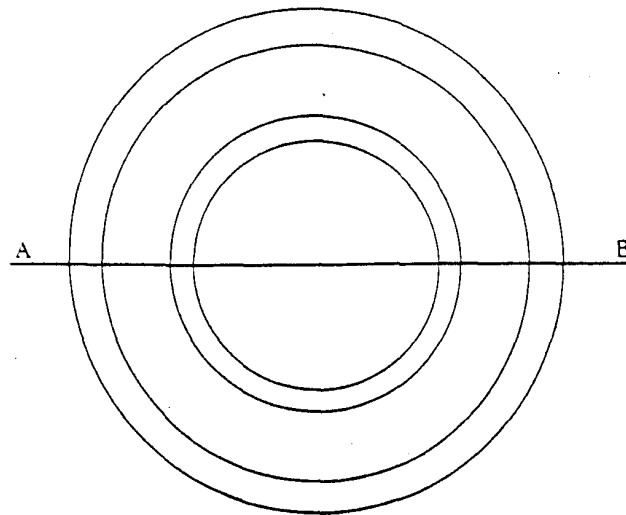
#### 4.1. Kénsav, 1 mol/l

#### 4.2. Bórsavas indikátoroldat

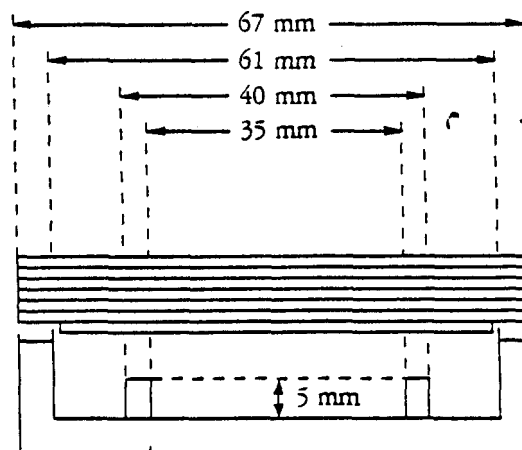


Készítése: oldjunk fel 10 g bórsavat, 8 mg brómkrezolzöld-indikátort és 4 mg metilvörös-indikátort 30% (V/V)-os propán-2-ol-ban, majd térfogatát 30% (V/V)-os propán-2-olal egészítsük ki 1000 ml-re.

- 4.3. Kálium-hidroxid-oldat, 500 g/l, szén-dioxid-mentes
- 4.4. Sósav, 0,02 mol/l
5. Eszközök
- 5.1. Bepárló csésze, 50 ml minta bepárlására alkalmas
- 5.2. Vízfürdő
- 5.3. Conway-lombik jól záró fedéllel: leírását és javasolt méreteit az 1. ábra tartalmazza



1. ábra A lombik felülnézeti képe



2. ábra Javasolt méretek az A –B vonal mentén

- 5.4. Mikrobüretta, 2-5 ml-es, 0,01 ml-es beosztású

## 6. Eljárás

- 6.1. Pipetázzunk 50 ml mintát (0,2 g/hl várható nitrogéntartalom esetén 200 ml-et) üveg bepárlótálba, adjunk hozzá 1 ml 1 mol/l koncentracójú kénsavat (4.1.), helyezzük a tálat vízfürdőre (5.2.) és pároljuk be a térfogatot kb. 1 ml-re.
- 6.2. Pipetázzunk 1 ml bórsavas indikátoroldatot (4.2.) a Conway-lombik (5.3.) belső cellájába, a bepárlás (6.1.) maradékát pedig a külső kamrájába. Kissé döntsük meg a Conway-lombikot, adjunk 1 ml kálium-hidroxid-oldatot (4.3.) a külső kamrába a lehető leggyorsabban és a lehető legtávolabbra a már ott lévő folyadéktól. Azonnal zárjuk le a Conway-lombikot a jól záró, előzetesen bezsírozott fedéllel.
- 6.3. Keverjük össze a külső kamrában a két oldatot, ügyelve arra, hogy a két kamra között ne legyen átkeveredés. Hagyjuk a lombikot két óra hosszat állni.
- 6.4. Titráljuk meg a belső kamrában az ammóniát 0,02 mol/l koncentracójú sósavval (4.4.), mikrobürettát (5.4.) használva a semlegesítéshez. A savfogyásnak 0,2 és 0,9 ml közé kell esnie. A savfogyás  $V_1$  ml
- 6.5. Ismételjük meg a 6.1. – 6.4.pontokban leírt műveleteket, de 6.1.pontban a minta 50 ml-e helyett ugyanolyan mennyiségű vizet használjunk. A savfogyás  $V_2$  ml.

## 7. Az eredmény kifejezése

### 7.1. Képlet és számítási mód

Az illékony nitrogénbázis-tartalmat nitrogénben kifejezve, g/hl absz. alkoholban megadva a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{(V_1 - V_2) \times 2800}{B \times T}$$

ahol

$V_1$  a minta semlegesítésére fogyott sósav térfogata, ml

$V_2$  a vakpróbához fogyott sósav térfogata, ml

T a minta alkoholtartalma az 1. módszer szerint meghatározva

B a felhasznált minta mennyisége, ml

### 7.2. Ismételhetőség

Azonos vizsgáló személy által, azonos körülmények között, egyszerre vagy gyors egymásutánban, azonos mintával végzett, két vizsgálat eredménye közötti különbség legfeljebb 0,05 g /hl absz. alkohol lehet.

## 9. módszer: A metanoltartalom meghatározása

### 1. Alkalmazási terület

A módszerrel a semleges alkohol metanoltartalmát határozzuk meg.

## 2. Fogalommeghatározás

Metanoltartalom: ezzel a módszerrel meghatározott metanoltartalom.

## 3. A módszer elve

A metanoltartalmat úgy határozzuk meg, hogy a mintát közvetlenül gázkromatográfiás készülékbe injektáljuk.

## 4. Eljárás

Bármilyen GLC-módszer alkalmas, ahol a gázkromatográfiás kolonna és az alkalmazott körülmények lehetővé teszik a metanol, az acetaldehid, az etanol és az etil-acetát jó szétválasztását. A metanolnak etanolban való kimutatási határa 2 g/hl alatt legyen.

## 5. Ismételhetőség

Azonos vizsgáló személy által, azonos körülmények között, egyszerre vagy gyors egymásutánban azonos mintával végzett, két vizsgálat eredménye közötti különbség legfeljebb 2 g metanol/hl absz. alkohol lehet.

### 10. módszer: A bepárlásimaradék meghatározása

## 1. Alkalmazási terület

A módszerrel a semleges alkohol bepárlásimaradék-tartalmát határozzuk meg.

## 2. Fogalommeghatározás

Bepárlásimaradék-tartalom: ezzel a módszerrel meghatározott bepárlásimaradék-tartalom.

## 3. A módszer elve

A minta egy ismert térfogatú (aliquot) részét 103 °C-on beszárítjuk, és a maradékot gravimetriásan határozzuk meg.

## 4. Eszközök

## 4.1. Vízfürdő

## 4.2. Bepárlócsésze, megfelelő térfogatú

## 4.3. Exszikkátor, nedvességet jelző indikátorral, frissen aktivált szilikagéllal (vagy ezzel egyenértékű más szárítóanyaggal) töltve

## 4.4. Analitikai mérleg

## 4.5. Szárítószekrény, 103 ± 2 °C hőmérsékletre beállítva

## 5. Eljárás

Mérjük le 0,1 mg pontossággal egy tiszta, száraz bepárlócsészét (4.2.) (Mo). Pipetázunk bele – ha szükséges, többszöri pipetázással – megfelelő mennyiségű mintát (100-250 ml) (Vo). Helyezzük a mintát tartalmazó bepárló csészét forrásban lévő vízfürdőre (4.1.) és pároljuk szárazra. Tegyük szárítószekrénybe (4.5.) és szárítsuk 103 ± 2 °C hőmérsékleten 30 percig, azután helyezzük az exszikkátorba, 30 percig hagyjuk hűlni, majd 0,1 mg pontossággal mérjük le a maradékot tartalmazó bepárlócsészét (M<sub>1</sub>).

6. Az eredmény kifejezése

6.1. Képlet és számítási mód

A bepárlásimaradékot, g/hl absz. alkoholban megadva a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{(M_1 - M_0) \times 10^7}{B \times T}$$

ahol

$M_0$  a tiszta, száraz bepárlócsésze tömege, g

$M_1$  a bepárlócsésze és a bepárlásimaradék tömege, g

$V_0$  a bepárlásra kivett minta térfogata, ml

$T$  a minta alkoholtartalma az 1. módszer szerint meghatározva

6.2. Ismételhetőség

Azonos vizsgáló személy által, azonos körülmények között, egyszerre vagy gyors egymásutánban azonos mintával végzett, két vizsgálat eredménye közötti különbség legfeljebb 0,5 g /hl absz. alkohol lehet.

### 11. módszer: A furfurool kimutatása

1. Alkalmazási terület

A módszerrel a semleges alkohol furfurooltartalmát mutatjuk ki.

2. Fogalommeghatározás

A furfurool koncentráció határértékének kimutatása: a furfurool e módszerrel végzett kimutatása.

3. A módszer elve

Az alkoholmintát anilinnel és jégecettel keverjük össze. A furfurool jelenlétét a mintában az összekeverés után 20 perccel az oldatban megjelenő lazacrózsaszín elszíneződés jelzi.

4. Vegyszerek

4.1. Anilin, frissen desztillálva

4.2. Jégecet

5. Eszközök

Csiszolt dugós kémcsövek

6. Eljárás

Pipetázzunk 10 ml mintát egy kémcsőbe (5), adjunk hozzá 0,5 ml anilint és 2 ml jégecetet. A kémcső tartalmát rázzuk össze.

## 7. Az eredmény kifejezése

## 7.1. A kimutatási próba értelmezése

Ha a 20 perc reakcióidő alatt a kémcsőben megjelenik a lazacszín, a próba pozitív, és a minta tartalmaz furfurolt.

## 7.2. Megjegyzés

Azonos vizsgáló személy által, azonos körülmények között, egyszerre vagy gyors egymásutánban azonos mintával végzett, két kimutatás eredményének azonosnak kell lennie.

### 12. módszer: UV-teszt

## 1. Alkalmazási terület

A módszerrel a semleges alkohol optikai tisztaságát határozzuk meg.

## 2. A módszer elve

A minta optikai tisztaságát 220 és 270 nm közötti hullámhossztartományban, nagy optikai tisztaságú referenciaanyaggal szemben mérjük.

## 3. Eszközök

## 3.1. UV-VIS spektrofotométer

## 3.2. Kvarcküveték, 10 mm optikai úthosszú, egyenletes fényátbocsátású

## 4. Vegyszerek

n-Hexán, spektroszkópiai célra

## 5. Eljárás

– Öblítsük át a küvetéket mintaoldattal, majd töltsük be a mintát, és töröljük szárazra a külső felületüket

– A referenciaküvetét töltsük meg ugyanilyen módon n-hexánnal

– Mérjük meg az abszorbanciát és készítsük el a görbét

## 7. Az eredmény kifejezése

A 270, 240, 230 és 220 nm-en mért abszorbanciaértékek legfeljebb a következők lehetnek: 0,02, 0,08, 0,18 és 0,3. Az abszorbanciagörbének egyenletesnek és szabályosnak kell lennie.

### 13. módszer: Etanol <sup>14</sup>C-tartalmának a meghatározása

## 1. Az alkohol típusának meghatározására alkalmas módszer

Az etanol <sup>14</sup>C-tartalmának meghatározása lehetővé teszi, hogy megkülönböztessük a fosszilis ásványolajokból származó alkoholt (szintetikus alkohol) a mezőgazdasági eredetű alapanyagokból készült alkoholtól (fermentációs alkohol).

## 2. Fogalommeghatározás

Az etanol  $^{14}\text{C}$ -tartalmán az itt leírt módszerrel meghatározott  $^{14}\text{C}$ -tartalmat kell érteni.

Az atmoszféra természetes  $^{14}\text{C}$ -tartalma (a referenciaérték), amelyet az élő vegetáció az asszimilációval vesz fel, nem állandó érték. Ezért időközönként meg kell állapítani a legutolsó vegetációs periódusból származó nyersanyagokból nyert etanolra vonatkozó referenciaértéket. Ezt az éves referencia értéket minden esztendőben a Közösségi Referenciaanyag Hivatal (Community Bureau of References) és az Egyesített Kutatóközpont (Joint Research Centre, Ispra) által szervezett körvizsgálatok során állapítják meg.

## 3. A módszer elve

A legalább 85 tömegszázalékos etanolt tartalmazó minta  $^{14}\text{C}$ -tartalmát közvetlen folyadék-szcintillációs számlálással határozzák meg.

## 4. Vegyszerek

### 4.1. Toluolszcintillátor

5,0 g difenil-oxazol (PPO)

0,5 g p-bis-[4-metil-5-feniloxazolil (2)]-benzol (dimetil-POPOP) 1 liter analitikai tisztaságú toluolban

Ilyen összetételű, a kereskedelemben készen kapható toluolos szcintillátor-oldatokat is lehet használni.

### 4.2. $^{14}\text{C}$ -standard

n-Hexadekán  $^{14}\text{C}$  kb.  $1 \times 10^6$  dpm/g aktivitással (megközelítőleg  $1,67 \times 10^6$  cBq/g [egy gramm szénre vonatkoztatott centibequerel]),  $\pm 2$  relatív % garantált pontossággal.

### 4.3. $^{14}\text{C}$ -mentes etanol

Legalább 85% (m/m) etanol-tartalmú, fosszilis eredetű nyersanyagból származó szintetikus alkohol a háttér meghatározásához.

### 4.4. Legalább 85% (m/m) etanolt tartalmazó, a legutóbbi vegetációs periódus alapanyagaiból nyert fermentációs alkohol, mint referenciaanyag.

## 5. Eszközök

### 5.1. Többcsatornás folyadékszcintillációs spektrofotométer processzorral és automatikus külső standardizálással, a külső standard/csatorna arány kijelzésével. Szokásos konstrukció: három méter csatorna és két méter külsőstandard-csatorna.

### 5.2. Kis káliumtartalmú, a spektrofotométerhez alkalmazható számlálócsövek, polietilén- betétellátott sötét színű csavaros feltétellel.

### 5.3. Pipetta, 10 ml-es

### 5.4. Automata adagolóberendezés, 10 ml-es

### 5.5. 250 ml-es gömblombik becsiszolt dugóval

### 5.6. Fűtőköpenyes alkoholdesztilláló készülék, pl. Micko-féle

- 5.7. Mikrofecskendő, 50 µl
- 5.8. Piknoméertölcsér, piknométerek, 25 és 50 ml-es
- 5.9. Termosztát,  $\pm 0,1$  °C pontosságú
- 5.10. Hivatalos alkoholtáblázat

## 6. Eljárás

### 6.1. A műszer beállítása

A műszert a gyártó utasításának megfelelően kell beállítani. A mérési feltételek akkor optimálisak, ha az E/B minőségi index maximumon van.

E = hatékonyság

B = háttér

Csak két méter csatornát optimalizálunk. A harmadik teljesen a kontroll céljára van fenntartva.

### 6.2. A számlálócső kiválasztása

A szükségesnél több csövet készítsünk elő. Mindegyikbe töltsünk 10 ml  $^{14}\text{C}$  mentes szintetikus etanolt és 10 ml toluolos szcintillátor-oldatot. Mérjük mindegyiket 4 x 100 percig. Azokat a csöveket, amelyeknek háttére az átlagtól több, mint  $\pm 1$  relatív százalékkal tér el, nem használjuk a vizsgálathoz. Csak új gyártású, ugyanabból a tételből származó csöveket szabad alkalmazni.

### 6.3. A külső standard/csatorna arány (ESCR) meghatározása

A csatornák beállítása során (6.1.) az ESCR-t a hatékonyság meghatározásakor használt megfelelő számítógépes programmal mérjük. Az alkalmazott külső standard  $^{137}\text{Cs}$ , amely a műszerbe be van építve.

### 6.4. A minta előkészítése

Olyan, legalább 85% (m/m) etanolt tartalmazó mintákat lehet vizsgálni, amelyek nem tartalmaznak 450 nm alatt abszorbeálódó szennyezéseket. Kis észter- és aldehidtartalom nem zavarja a mérést. Miután az első néhány ml-t elöntöttük, a mintát közvetlenül egy piknométerbe desztilláljuk, és meghatározzuk a minta alkoholtartalmát, amelynek értékét a hivatalos alkoholtáblázatból állapítjuk meg.

## 7. A minták mérése külső standard alkalmazásával

### 7.1. A 6.4. pont szerinti, 1,8 körüli ESCR értékű, kissé eltérő mintákat ESCR üzemmódban lehet mérni a hatásfok megállapításakor.

### 7.2. Mérés

A 6.4. pont szerint előkészített valamennyi mintából 10-10-ml-t pipetázunk az előzetesen a háttér szempontjából kiválogatott számlálócsövekbe. Az automata adagolóból 10 ml toluol-szcintillátoroldatot adagolunk. A mintákat a csőben körkörös mozdulatokkal elegyítjük. A folyadéknak nem szabad megnedvesítene a csavaros tető polietilénbélését. A háttér meghatározására ugyanúgy előkészítünk egy  $^{14}\text{C}$  mentes fosszilis etanolt tartalmazó csövet.

A  $^{14}\text{C}$ -nek az adott évre érvényes értékét úgy ellenőrizzük, hogy két csőbe az utolsó vegetációból származó etanolt mérünk, és az egyikhez hozzákeverjük a belső standardot, lásd a 8. pontot.

A kontroll- és háttérmintákat a mérési sorozat elejére helyezzük. Egy sorozat legfeljebb 10 mintát tartalmazhat. A mintánkénti teljes mérési idő legalább  $2 \times 100$  perc. Az egyes mintákat 100 perces fokozatokban mérjük, hogy a műszer instabilitását vagy egyéb hibát észlelni lehessen. (Egy ciklus így mintánként 100 perces mérési intervallumnak felel meg.)

A módszer nem idő- és anyagigényes, és különösen alkalmas nagy számú mintát feldolgozó laboratóriumok számára.

A kevésbé eltérő minták esetében (ESCR kb. 1,8) a hatékonyságot ennek az értéknek a változása csak elhanyagolható mértékben érinti. Ha a változás  $\pm 5$  relatív %-on belül van, azonos hatékonyságra számíthatunk. Jobban eltérő minták esetében, pl. denaturált szesz esetében a hatékonyságot az extinkciós korrekciós görbével lehet beállítani. Ha a megfelelő számítógépes program nem áll rendelkezésre, belső standardot kell használni, ami megbízható eredményt ad.

## 8. A minták mérése hexadekán $^{14}\text{C}$ belső standard alkalmazásával

### 8.1. Eljárás

Mind a kontroll- és háttér- (fermentációs és fosszilis etanol) mintákat, mind az ismeretlen anyagot két párhuzamos méréssel kell vizsgálni. Az egyik párhuzamost nem szelektált csőben készítjük elő, és pontosan adagolt (30  $\mu\text{l}$ ) hexadekán  $^{14}\text{C}$ -t adunk hozzá belső standardként (a hozzáadott aktivitás 26 269 dpm/g C; megközelítőleg 43 782 cBq/g C). A másik minta előkészítésére és a mérési időre vonatkozóan lásd a 7.2. pontot, azonban a belső standarddal mért minták mérési idejét kb. 5 perccel csökkenteni lehet, ha 105 pulzálást állítunk be. Minden mérési sorozatban helyezzünk el két-két kontroll- és háttérmintát is, ezeket a mérési sorozat elején mérjük.

### 8.2. A belső standard és a számláló csövek kezelése

A belső standardot tartalmazó csöveket jól el kell különíteni, és külön kell kezelni a vizsgálati mintákat tartalmazó csövektől, hogy a szennyeződést elkerüljük. A háttér mérésére használt csöveket újra lehet használni. A belső standarddal érintkezett csöveket és azok csavaros tetejét el kell dobni.

## 9. Az eredmények kifejezése

### 9.1. A radioaktív anyagok mértékegysége a becquerel; $1 \text{ Bq} = 1 \text{ bomlás/másodperc}$

A specifikus rádióaktivitást az 1 gramm szénre vonatkoztatott becquerelben lehet kifejezni, mint Bq/g C.

Gyakorlati szempontból előnyösebb az eredményeket centibecquerelben kifejezni, mint cBq/gC.

Jelenleg még alkalmazhatóak az irodalomban található leírások és képletek, amelyekben a dpm egységet használják. A dpm számértékeket 100/60-al megszorozva közelítőleg a megfelelő cBq számértékeket kapjuk.

### 9.2. Az eredmények kifejezése külső standarddal

$$\text{cBq/g C} = \frac{(\text{cpm}_{\text{pr}} - \text{cpm}_{\text{NE}}) \times 1,918 \times 100}{V \times F \times Z \times 60}$$



## 9.3. Az eredmények kifejezése belső standarddal

$$\text{cBq/g C} = \frac{(\text{cpm}_{\text{pr}} - \text{cpm}_{\text{NE}}) \times \text{dpmIS} \times 1,918 \times 100}{(\text{cpm}_{\text{IS}} - \text{cpm}_{\text{pr}}) \times V \times F \times 60}$$

## 9.4. Jelölések

$\text{Cpm}_{\text{pr}}$  = az átlagos mintaszám arány a teljes mérési idő alatt

$\text{Cpm}_{\text{NE}}$  = az átlagos háttérpulsus arány ugyanúgy számítva

$\text{Cpm}_{\text{BS}}$  = a belső standard hozzáadásának a mértéke (rádióaktivitás-kalibráció dpm)

$\text{Dpm}_{\text{BS}}$  = a belső standard mennyisége (rádióaktivitás-kalibráció dpm)

$V$  = a minták térfogata, ml

$F$  = a tiszta alkohol koncentrációja, g/ml

$Z$  = az ESCR-értéknek megfelelő hatékonyság

1,918 = az alkohol grammjainak száma a szén grammjaira vetítve

## 10. A módszer megbízhatósága

## 10.1. Ismételhetőség (r)

$$r = 0,632 \text{ cBq/g C};$$

$$S_r = \pm 0,223 \text{ cBq/g C}$$

## 10.2. Reprodukálhatóság (R)

$$R = 0,821 \text{ cBq/g C};$$

$$S_R = \pm 0,290 \text{ cBq/g C}$$

– VÉGE –