

II

(Rechtsakte ohne Gesetzescharakter)

VERORDNUNGEN

DURCHFÜHRUNGSVERORDNUNG (EU) 2016/635 DER KOMMISSION

vom 22. April 2016

zur Änderung des Anhangs der Verordnung (EG) Nr. 2870/2000 hinsichtlich bestimmter Referenzanalysemethoden für Spirituosen

DIE EUROPÄISCHE KOMMISSION —

gestützt auf den Vertrag über die Arbeitsweise der Europäischen Union,

gestützt auf die Verordnung (EG) Nr. 110/2008 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 15. Januar 2008 zur Begriffsbestimmung, Bezeichnung, Aufmachung und Etikettierung von Spirituosen sowie zum Schutz geografischer Angaben für Spirituosen und zur Aufhebung der Verordnung (EWG) Nr. 1576/89⁽¹⁾, insbesondere auf Artikel 28 Absatz 2,

in Erwägung nachstehender Gründe:

- (1) In der Verordnung (EG) Nr. 2870/2000 der Kommission⁽²⁾ werden die Referenzanalysemethoden für Spirituosen genannt und beschrieben. Einige der im Anhang der Verordnung aufgeführten Methoden, darunter die Methode für die Bestimmung der flüchtigen Säure und die für die Bestimmung der Gesamtzucker in Spirituosen, sind jedoch noch nicht beschrieben.
- (2) Die Methode für die Bestimmung der flüchtigen Säure und die für die Bestimmung der Gesamtzucker in bestimmten Spirituosen wurden zwei internationalen Validierungsstudien unterzogen, die nach Maßgabe international vereinbarter Verfahren durchgeführt wurden; dabei wurden die Leistungsparameter der Methoden für akzeptabel befunden. Die Studien wurden als Teil eines Forschungsprojekts im Zuge des Rahmenprogramms der Europäischen Kommission für Normung, Messtechnik und Prüfung durchgeführt. Die Beschreibung dieser Methoden sollte daher in den Anhang der Verordnung (EG) Nr. 2870/2000 aufgenommen werden.
- (3) Die Verordnung (EG) Nr. 110/2008 enthält Anforderungen an bestimmte Kategorien von Spirituosen, die in Holzfässern reifen müssen, und sieht vor, dass andere Spirituosen auf diese Weise reifen können. Bei der Prüfung, ob eine Probe der Definition der betreffenden Spirituosenkategorie entspricht, kann die Analyse der wichtigsten aus dem Holz austretenden Verbindungen hilfreich sein. Die Internationale Organisation für Rebe und Wein (OIV) hat in ihrer EntschlieÙung OIV/OENO 382A/2009 eine Analysemethode für die Bestimmung dieser Verbindungen anerkannt. Die Anerkennung der Methode stützte sich auf Daten aus einer internationalen Studie zur Leistungsfähigkeit der Methode bei unterschiedlichen Spirituosen, die nach international vereinbarten Verfahren durchgeführt wurde. Diese Methode und ihre Beschreibung sollten daher zu den Referenzmethoden der Union für die Analyse von Spirituosen im Anhang der Verordnung (EG) Nr. 2870/2000 hinzugefügt werden.
- (4) Die Verordnung (EG) Nr. 2870/2000 sollte daher entsprechend geändert werden.
- (5) Die in dieser Verordnung vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Ausschusses für Spirituosen —

⁽¹⁾ ABl. L 39 vom 13.2.2008, S. 16.

⁽²⁾ Verordnung (EG) Nr. 2870/2000 der Kommission vom 19. Dezember 2000 mit gemeinschaftlichen Referenzanalysemethoden für Spirituosen (AbI. L 333 vom 29.12.2000, S. 20).

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

Artikel 1

Der Anhang der Verordnung (EG) Nr. 2870/2000 wird gemäß dem Anhang der vorliegenden Verordnung geändert.

Artikel 2

Diese Verordnung tritt am dritten Tag nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Union* in Kraft.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 22. April 2016

Für die Kommission
Der Präsident
Jean-Claude JUNCKER

ANHANG

Der Anhang der Verordnung (EG) Nr. 2870/2000 wird wie folgt geändert:

1. Das Inhaltsverzeichnis wird wie folgt geändert:

- a) Unter den Titeln der Kapitel III.3 und VIII wird die Angabe „(p.m.)“ gestrichen;
- b) der folgende Kapiteltitel wird angefügt:

„X. Bestimmung der aus Holz austretenden Verbindungen: Furfural, Hydroxy-5-methylfurfural, Methyl-5-furfural, Vanillin, Syringaldehyd, Coniferaldehyd, Sinapaldehyd, Gallussäure, Ellagsäure, Vanillinsäure, Syringasäure und Scooletin.“.

2. In Kapitel III wird der folgende Teil angefügt:

„III.3. BESTIMMUNG FLÜCHTIGER SÄURE IN SPIRITUOSEN

1. **Anwendungsbereich**

Die Methode wurde durch einen Ringversuch für Rum, Brandy, Obstbrände und Obsttrester bei Konzentrationen von 30 mg/l bis 641 mg/l validiert.

2. **Normen**

ISO 3696:1987 Wasser für Analysezwecke — Spezifikationen und Testverfahren.

3. **Definitionen**

- 3.1. Die flüchtige Säure wird berechnet durch Subtraktion der nichtflüchtigen Säure von der Gesamtsäure.
- 3.2. Die Gesamtsäure entspricht der Summe der titrierbaren Säuren.
- 3.3. Der Gehalt an nichtflüchtigen Säuren entspricht dem Säuregehalt des Verdampfungsrückstands der Spirituose.

4. **Prinzip**

Gesamtsäure und nichtflüchtige Säure werden durch Titration oder Potentiometrie bestimmt.

5. **Reagenzien und Material**

Falls nichts anderes angegeben ist, sind für die Analyse nur Reagenzien von anerkannter Analysequalität und Wasser, das mindestens der Kategorie 3 gemäß den Begriffsbestimmungen nach ISO 3696:1987 entspricht, zu verwenden.

5.1. Natriumhydroxidlösung (NaOH), 0,01 M.

5.2. Mischindikatorlösung:

0,1 g Indigocarmin und 0,1 g Phenolrot abwiegen.

In 40 ml Wasser auflösen und mit Ethanol auf 100 ml auffüllen.

6. **Gerät und Ausrüstung**

Indirekte Laborapparatur, Volumenmessgeräte aus Glas der Kategorie A und Folgendes:

6.1. Wasserpumpe

- 6.2. Rotationsverdampfer oder Ultraschallwanne
- 6.3. Geräte für die potentiometrische Titration (fakultativ)

7. **Probenahmen und Proben**

Die Proben werden vor der Analyse bei Raumtemperatur gelagert.

8. **Verfahren**

8.1. Gesamtsäure

8.1.1. Vorbereitung der Probe

Falls erforderlich, wird die Spirituose zur Beseitigung des Kohlendioxids mindestens zwei Minuten lang unter Vakuum gerührt, oder das Kohlendioxid wird durch Ultraschallbestrahlung entfernt.

8.1.2. Titration

25 ml der Spirituose in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben pipettieren.

Etwa 200 ml abgekühltes, abgekochtes destilliertes Wasser (täglich frisch zubereitet) sowie 2 bis 6 Tropfen der Mischindikatorlösung (5.2) zugeben.

Mit der 0,01 M Natriumhydroxidlösung (5.1) bis zum Farbumschlag von Gelb-Grün nach Violett bei farblosen Spirituosen bzw. von Gelb-Braun zu Rot-Braun bei braunen Spirituosen titrieren.

Es kann ebenfalls eine potentiometrische Titration bei pH 7,5 vorgenommen werden.

Das Volumen in ml an Natronlauge 0,01 M, das hinzugefügt wurde, wird als n_1 bezeichnet.

8.1.3. Berechnung

Die Gesamtsäure (TA), ausgedrückt in Milliäquivalenten je Liter Spirituose, entspricht $0,4 \times n_1$.

Die Gesamtsäure (TA'), ausgedrückt in mg Essigsäure je Liter Spirituose, entspricht $24 \times n_1$.

8.2. Gebundene Säure

8.2.1. Vorbereitung der Probe

25 ml der Spirituose zur Trockne eindampfen:

25 ml der Spirituose in eine zylindrische Abdampfschale mit Flachboden und 55 mm Durchmesser pipettieren. Während der ersten Stunde des Verdampfungsvorgangs wird die Abdampfschale auf den Deckel eines siedenden Wasserbades gestellt, sodass die Flüssigkeit selbst nicht siedet, denn dies könnte zu Verlusten durch Verspritzen führen.

Der Trockenvorgang wird abgeschlossen, indem die Abdampfschale für zwei Stunden bei 105 °C in einen Trockenschrank gestellt wird. Die Abdampfschale in einem Exsikkator abkühlen lassen.

8.2.2. Titration

Den Verdampfungsrückstand in abgekühltem, abgekochtem destilliertem Wasser (täglich frisch zubereitet) auflösen und auf etwa 100 ml auffüllen; 2 bis 6 Tropfen der Mischindikatorlösung (5.2) zugeben.

Mit der 0,01 M Natriumhydroxidlösung (5.1) titrieren.

Es kann ebenfalls eine potentiometrische Titration bei pH 7,5 vorgenommen werden.

Das Volumen in ml an Natronlauge 0,01 M, das hinzugefügt wurde, wird als n_2 bezeichnet.

8.2.3. Berechnung

Die nichtflüchtige Säure (FA), ausgedrückt in Milliäquivalenten je Liter Spirituose, entspricht $0,4 \times n_2$.

Die nichtflüchtige Säure (FA), ausgedrückt in mg Essigsäure je Liter Spirituose, entspricht $24 \times n_2$.

9. Berechnung des Gehalts an flüchtigen Säuren

9.1. Angabe in Milliäquivalenten je Liter:

TA = Gesamtsäuregrad in Milliäquivalenten je Liter

FA = Gehalt an nichtflüchtigen Säure in Milliäquivalenten je Liter

Der Gehalt an flüchtigen Säuren, VA, in Milliäquivalenten je Liter entspricht:

$$TA - FA$$

9.2. Angabe in mg Essigsäure je Liter:

TA' = Gesamtsäure in mg Essigsäure je Liter

FA' = nichtflüchtige Säure in mg Essigsäure je Liter

Flüchtige Säure, VA, in mg Essigsäure je Liter entspricht:

$$TA' - FA'$$

9.3. Angabe in g Essigsäure je hl reiner Alkohol 100 Vol.-%: $\frac{TA' - FA'}{A} \times 10$

Dabei entspricht A dem volumetrischen Alkoholgehalt der Spirituose.

10. Leistungsmerkmale der Methode (Präzision)

10.1. Statistische Ergebnisse des Ringversuchs

Bei einem internationalen Ringversuch ergaben sich nach einem international abgestimmten Verfahren [1] [2] folgende Daten:

| | |
|---------------------------------------|-------------|
| Jahr des Ringversuchs | 2000 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 18 |
| Anzahl der Proben | 6 |

| Proben | A | B | C | D | E | F |
|--|--------------|------|--------------|------|------|------|
| Anzahl der Laboratorien ohne Ausreißer | 16 | 18 | 18 | 14 | 18 | 18 |
| Anzahl der Ausreißer (Laboratorien) | 2 | | | 4 | | |
| Anzahl der berücksichtigten Ergebnisse | 32 | 36 | 36 | 28 | 36 | 36 |
| Mittelwert (\bar{x}) [mg/l] | 272* 241* | 30 | 591* 641* | 46 | 107 | 492 |
| Wiederholstandardabweichung s_r [mg/l] | 8,0 | 3,6 | 15,0 | 3,7 | 6,7 | 8,5 |
| Wiederholbarkeit relative Standardabweichung, RSD _r [%] | 3,1 | 11,8 | 2,4 | 8,0 | 6,2 | 1,7 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] | 23 | 10 | 42 | 10 | 19 | 24 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 8,5 | 8,4 | 25,0 | 4,55 | 13,4 | 24,4 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD _R [%] | 3,3 | 27,8 | 4,1 | 9,9 | 12,5 | 5,0 |
| Vergleichgrenze, R [mg/l] | 24 | 23 | 70 | 13 | 38 | 68 |

Art der Proben:

A Pflaumenbranntwein; Splitwert*

B Rum I; Blindduplikate

C Rum II; Splitwert*

D Sliowitz; Blindduplikate

E Brandy; Blindduplikate

F Tresterbrand; Blindduplikate

[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‘.

3. Das folgende Kapitel VIII wird eingefügt:

„VIII. GESAMTZUCKER

1. Anwendungsbereich

Die HPLC–RI-Methode eignet sich für die Bestimmung der Gesamtzucker (ausgedrückt als Invertzucker) in Spirituosen, mit Ausnahme von Likören, die Ei und Milcherzeugnisse enthalten.

Die Methode wurde in einem Ringversuch für Pastis, Ouzo, Kirschlikör, Crème de (gefolgt vom Namen einer Frucht oder des verwendeten Rohstoffs) und Crème de cassis bei Konzentrationen von 10,86 g/l bis 509,7 g/l validiert. Die Linearität der Empfindlichkeit des Messgeräts war jedoch für den Konzentrationsbereich von 2,5 g/l bis 20,0 g/l nachgewiesen.

Diese Methode eignet sich nicht zur Bestimmung geringer Zuckerkonzentrationen.

2. Normen

ISO 3696:1987 Wasser für Analysezwecke — Spezifikationen und Testverfahren

3. Prinzip

Hochleistungsflüssigkeitschromatografische Untersuchungen von Zuckerlösungen zur Bestimmung ihrer Konzentrationen an Glucose, Fructose, Saccharose, Maltose und Lactose.

Bei dieser Methode wird als stationäre Phase ein Alkylamin und für die Detektion ein Brechungsindexdetektor (RI) verwendet. Es handelt sich um ein Beispiel. Als stationäre Phase könnten auch Anionenaustauscherharze verwendet werden.

4. Reagenzien und Material

- 4.1. Glucose (CAS 50-99-7), Reinheit mindestens 99 %.
- 4.2. Fructose (CAS 57-48-7), Reinheit mindestens 99 %.
- 4.3. Saccharose (CAS 57-50-1), Reinheit mindestens 99 %.
- 4.4. Lactose (CAS 5965-66-2), Reinheit mindestens 99 %.
- 4.5. Maltose-Monohydrat (CAS 6363-53-7), Reinheit mindestens 99 %.
- 4.6. Reines Acetonitril (CAS 75-05-8) für HPLC-Analyse.
- 4.7. Destilliertes oder entmineralisiertes Wasser, vorzugsweise mikrofiltriert.
- 4.8. Lösungsmittel (Beispiel)

Das Elutionsmittel besteht aus

75 Volumenteilen Acetonitril (4.6),

25 Volumenteilen destilliertem Wasser (4.7).

Vor Verwendung 5 bis 10 Min. im schwachen Heliumstrom entgasen.

Wenn das verwendete Wasser nicht mikrofiltriert wurde, sollte das Lösungsmittel mit einem Filter für organische Lösungsmittel mit einer Maschenweite von höchstens 0,45 µm filtriert werden.

- 4.9. Reines Ethanol (CAS 64-17-5)
- 4.10. Ethanollösung (Volumenkonzentration = 5 %)
- 4.11. Ansetzen der Standard-Stammlösung (20 g/l)

Von jedem der zu analysierenden Zucker (4.1 bis 4.5) 2 g abwiegen und verlustfrei in einen 100-ml-Messkolben überführen. (Hinweis: 2,11 g Maltose-Monohydrat entsprechen 2 g Maltose.)

Mit der Ethanollösung 5 Vol.- % (4.10) auf 100 ml auffüllen, schütteln und bei etwa + 4 °C lagern. Die Standard-Stammlösung einmal wöchentlich neu anzusetzen.

- 4.12. Ansetzen von Standard-Arbeitslösungen (2,5, 5,0, 7,5, 10,0 und 20,0 g/l)

Die Stammlösung, 20 g/l, (4.11) mit der 5 Vol.- % Ethanollösung (4.10) zu fünf Standardarbeitslösungen verdünnen: 2,5, 5,0, 7,5, 10,0 und 20,0 g/l. Durch ein Filter mit einer Maschenweite von höchstens 0,45 µm (5.3.) filtrieren.

5. Gerät und Ausrüstung

- 5.1. HPLC-System, das eine Basislinien-Auflösung aller Zucker erreichen kann
 - 5.1.1. Hochleistungsflüssigkeitschromatograf mit einem 6-Wege-Injektionsventil mit 10- μ l-Dosierungsschleife oder einer anderen Dosierungsvorrichtung, automatisch oder manuell, für die zuverlässige Injektion von Mikrovolumina
 - 5.1.2. Pumpsystem zur Erzielung und Aufrechterhaltung einer konstanten oder programmierten Durchflussmenge mit hoher Genauigkeit
 - 5.1.3. Differentialrefraktometer
 - 5.1.4. Computergestützter Integrator oder Schreiber, dessen Leistungsfähigkeit mit den übrigen Geräten kompatibel ist
 - 5.1.5. Vorsäule

Es wird empfohlen, die Analysensäule mit einer geeigneten Vorsäule zu verbinden.

5.1.6. Säule (Beispiel)

| | |
|-------------------|--|
| Material: | rostfreier Stahl oder Glas |
| Innendurchmesser: | 2-5 mm |
| Länge: | 100-250 mm (je nach Partikelgröße der Packung), z. B. 250 mm bei einer Partikelgröße von 5 μ m |
| Stationäre Phase: | an Kieselgel gebundene funktionelle Alkylamingruppen, Partikelgröße höchstens 5 μ m. |

5.1.7. Chromatografiebedingungen (Beispiel)

Elutionsmittel (4.8.), Strömungsgeschwindigkeit: 1 ml/min

Detektion: Differentialrefraktometrie

Um sicherzustellen, dass der Detektor vollkommen stabil ist, sollte er einige Stunden vor Verwendung eingeschaltet werden. Die Referenzzelle muss mit dem Elutionsmittel gefüllt sein.

- 5.2. Analysenwaage, Genauigkeit 0,1 mg
- 5.3. Mikromembran-Filtervorrichtung (0,45 μ m) für kleine Volumina

6. Lagerung der Proben

Die Proben sollten nach Erhalt bis zur Analyse bei Raumtemperatur aufbewahrt werden.

7. Verfahren

- 7.1. TEIL A: Vorbereitung der Probe
 - 7.1.1. Die Probe schütteln.
 - 7.1.2. Die Probe durch ein Filter mit einer Maschenweite von höchstens 0,45 μ m (5.3) filtrieren.
- 7.2. TEIL B: HPLC
 - 7.2.1. Bestimmung

10 μ l der Standardlösungen (4.12) und der Proben (7.1.2) injizieren. Die Analyse unter geeigneten Chromatografiebedingungen, z. B. wie oben beschrieben, durchführen.

- 7.2.2. Sollte ein Peak einer Probe eine größere Fläche (oder Höhe) aufweisen als der entsprechende Peak der Standardlösung mit der höchsten Konzentration, ist die Probe mit destilliertem Wasser zu verdünnen und erneut zu analysieren.

8. Berechnung

Die Chromatogramme der Standardlösung und der Spirituose sind zu vergleichen. Die Peaks sind nach ihren Retentionszeiten zu identifizieren. Ihre Flächen (oder Höhen) messen und die Konzentrationen nach der Methode des externen Standards berechnen. Dabei sind etwaige Verdünnungen der Probe zu berücksichtigen.

Das Endergebnis ist die Summe von Saccharose, Maltose, Lactose, Glucose und Fructose, ausgedrückt als Invertzucker in g/l.

Invertzucker wird berechnet als Summe der vorhandenen Monosaccharide und reduzierenden Disaccharide zuzüglich der aus der vorhandenen Saccharose errechneten stöchiometrischen Menge Glucose und Fructose.

$$\text{Invertzucker (g/l)} = \text{Glucose (g/l)} + \text{Fructose (g/l)} + \text{Maltose (g/l)} + \text{Lactose (g/l)} + (\text{Saccharose (g/l)} \times 1,05)$$

$$1,05 = \frac{(\text{Molekulargewicht von Fructose} + \text{Molekulargewicht von Glucose})}{\text{Molekulargewicht von Saccharose}}$$

9. Leistungsmerkmale der Methode (Präzision)

9.1. Statistische Ergebnisse des Ringversuchs

Bei einem internationalen Ringversuch ergaben sich nach einem international abgestimmten Verfahren [1] [2] folgende Daten:

Jahr des Ringversuchs 2000

Anzahl der Laboratorien 24

Anzahl der Proben 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.

Tabelle 1

Fructose, Glucose, Maltose

| Analyt | Fructose | | Glucose | | | Maltose | |
|--|-----------------|-------------------|---------------------|-----------------|-------------------|---------------------|-------------------|
| | Crème de Cassis | Standard (50 g/l) | Spirituose mit Anis | Crème de Cassis | Standard (50 g/l) | Spirituose mit Anis | Standard (10 g/l) |
| Mittelwert [g/l] | 92,78 | 50,61 | 15,62 | 93,16 | 50,06 | 15,81 | 9,32 |
| Anzahl der Laboratorien ohne Ausreißer | 21 | 22 | 21 | 23 | 19 | 21 | 22 |
| Wiederholstandard-abweichung s_r [g/l] | 2,34 | 2,12 | 0,43 | 3,47 | 1,01 | 0,48 | 0,54 |

| Analyt | Fructose | | Glucose | | | Maltose | |
|---|-----------------|-------------------|---------------------|-----------------|-------------------|---------------------|-------------------|
| | Crème de Cassis | Standard (50 g/l) | Spirituose mit Anis | Crème de Cassis | Standard (50 g/l) | Spirituose mit Anis | Standard (10 g/l) |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 2,53 | 4,2 | 2,76 | 3,72 | 2,03 | 3,02 | 5,77 |
| Wiederholgrenze r [g/l] ($r = 2,8 \times sr$) | 6,56 | 5,95 | 1,21 | 9,71 | 2,84 | 1,34 | 1,51 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [g/l] | 7,72 | 3,13 | 0,84 | 9,99 | 2,7 | 0,88 | 1,4 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 8,32 | 6,18 | 5,37 | 10,72 | 5,4 | 5,54 | 15,06 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times sR$) | 21,62 | 8,76 | 2,35 | 27,97 | 7,57 | 2,45 | 3,93 |

Tabelle 2

Saccharose

| Analyt | Saccharose | | | | | |
|--|------------|------------------|--------------|-----------------|-----------------|--------------------|
| | Pastis | Ouzo | Kirsch-likör | Crème de Menthe | Crème de Cassis | Standard (100 g/l) |
| Mittelwert [g/l] | 10,83 | 29,2 19,7 (*) | 103,33 | 349,96 | 319,84 | 99,83 |
| Anzahl der Laboratorien ohne Ausreißer | 19 | 19 | 20 | 18 | 18 | 18 |
| Wiederholstandardabweichung s_r [g/l] | 0,09 | 0,75 | 2,17 | 5,99 | 4,31 | 1,25 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 0,81 | 3,07 | 2,1 | 1,71 | 1,35 | 1,25 |
| Wiederholgrenze r [g/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,25 | 2,1 | 6,07 | 16,76 | 12,06 | 3,49 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [g/l] | 0,79 | 0,92 | 4,18 | 9,94 | 16,11 | 4,63 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 7,31 | 3,76 | 4,05 | 2,84 | 5,04 | 4,64 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 2,22 | 2,57 | 11,7 | 27,84 | 45,12 | 12,97 |

(*) Splitwert

Tabelle 3

Gesamtzucker

(Hinweis: Diese Daten wurden für Gesamtzucker berechnet, nicht für Invertzucker gemäß der Definition unter Nummer 8.)

| Proben | Pastis | Ouzo | Spirituose mit Anis | Kirsch-likör | Crème de Menthe | Crème de Cassis | Standard (220 g/l) |
|---|--------|------------------|---------------------|--------------|-----------------|-----------------|--------------------|
| Mittelwert [g/l] | 10,86 | 29,2 19,7 (*) | 31,59 | 103,33 | 349,73 | 509,69 | 218,78 |
| Anzahl der Laboratorien ohne Ausreißer | 20 | 19 | 20 | 20 | 18 | 18 | 19 |
| Wiederholstandardabweichung s_r [g/l] | 0,13 | 0,75 | 0,77 | 2,17 | 5,89 | 5,59 | 2,71 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 1,16 | 3,07 | 2,45 | 2,1 | 1,69 | 1,1 | 1,24 |
| Wiederholgrenze r [g/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,35 | 2,1 | 2,17 | 6,07 | 16,5 | 15,65 | 7,59 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [g/l] | 0,79 | 0,92 | 1,51 | 4,18 | 9,98 | 14,81 | 8,53 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 7,25 | 3,76 | 4,79 | 4,04 | 2,85 | 2,91 | 3,9 |
| Vergleichgrenze R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 2,21 | 2,57 | 4,24 | 11,7 | 27,94 | 41,48 | 23,89 |

(*) Splitwert“

4. Das folgende Kapitel X wird angefügt:

„X. **BESTIMMUNG DER FOLGENDEN AUS HOLZ AUSTRETENDEN VERBINDUNGEN IN SPIRITUOSEN DURCH HOCHLEISTUNGSFLÜSSIGKEITSCROMATOGRAPHIE (HPLC): FURFURAL, HYDROXYMETHYL-5-FURFURAL, METHYL-5-FURFURAL, VANILLIN, SYRINGALDEHYD, CONIFERALDEHYD, SINAPALDEHYD, GALLUSSÄURE, ELLAGSÄURE, VANILLINSÄURE, SYRINGASÄURE UND SCOPOLETIN**

1. **Anwendungsbereich**

Die Methode dient der Bestimmung von Furfural, Hydroxymethyl-5-furfural, Methyl-5-furfural, Vanillin, Syringaldehyd, Coniferaldehyd, Sinapaldehyd, Gallussäure, Ellagsäure, Vanillinsäure, Syringasäure und Scopoletin durch Hochleistungsflüssigkeitschromatografie.

2. **Normen**

Von der Generalversammlung der Internationalen Organisation für Rebe und Wein (OIV) anerkannte und unter OIV-MA-BS-16: R2009 veröffentlichte Analysemethode.

3. **Prinzip**

Bestimmung durch Hochleistungsflüssigkeitschromatografie (HPLC) mit Detektion durch UV-Spektrophotometrie in mehreren Wellenlängen und durch Spektrofluorimetrie.

4. Reagenzien

Die Reagenzien müssen Analysequalität haben. Das verwendete Wasser muss destilliertes Wasser oder von mindestens gleichwertiger Reinheit sein. Es wird empfohlen, mikrofiltriertes Wasser mit einer Resistivität von 18,2 M Ω .cm zu verwenden.

- 4.1. Alkohol 96 Vol.- %
- 4.2. Methanol in HPLC-Qualität (Lösungsmittel B)
- 4.3. Essigsäure 0,5 % (Lösungsmittel A)
- 4.4. Mobile Phasen: (nur als Beispiel)

Lösungsmittel A (0,5 %ige Essigsäure) und Lösungsmittel B (reines Methanol) über eine Membran filtern (Maschenweite 0,45 μ m). Falls erforderlich in Ultraschallwanne entgasen.

- 4.5. Standardmaterial, mindestens 99 % rein: Furfural, Hydroxymethyl-5-furfural, Methyl-5-furfural, Vanillin, Syringaldehyd, Coniferaldehyd, Sinapaldehyd, Gallussäure, Ellagsäure, Vanillinsäure, Syringasäure und Scopoletin
- 4.6. Standardlösung: Das Standardmaterial wird in einer wässrigen Alkohollösung zu 50 Vol.- % gelöst. Die Konzentration in der Standardlösung beträgt:

Furfural: 5 mg/l; Hydroxymethyl-5-furfural: 10 mg/l; Methyl-5-furfural: 2 mg/l; Vanillin: 5 mg/l; Syringaldehyd: 10 mg/l; Coniferaldehyd: 5 mg/l; Sinapaldehyd: 5 mg/l; Gallussäure: 10 mg/l; Ellagsäure: 10 mg/l; Vanillinsäure: 5 mg/l; Syringasäure: 5 mg/l; Scopoletin: 0,5 mg/l.

5. Geräte

Übliche Laborgeräte sowie

- 5.1. Hochleistungsflüssigkeitschromatograf, der mit Binärgradient betrieben werden kann und folgende Ausstattung aufweist:
 - 5.1.1. Ein spektrophotometrischer Detektor, mit dem Messungen bei Wellenlängen von 260 bis 340 nm vorgenommen werden können. Vorzugsweise wird mit einem Detektor für mehrere Wellenlängen gearbeitet, zum Beispiel mit einem Diodenarray, um die Reinheit der Peaks bestätigen zu können.
 - 5.1.2. Ein spektrofluorimetrischer Detektor, Wellenlänge für die Anregung: 354 nm, Wellenlänge für die Emission: 446 nm (zur Feinbestimmung von Scopoletin; es ist aber auch bei 313 nm durch Spektrophotometrie bestimmbar.)
 - 5.1.3. Eine Injektionsvorrichtung zum Injizieren von Proben zu 10 oder 20 μ l
 - 5.1.4. Eine HPLC-Säule vom Typ RP C18, Granulometrie höchstens 5 μ m
- 5.2. Spritzen für HPLC
- 5.3. Membranfilter für kleine Mengen
- 5.4. Rechner oder Schreiber, dessen Leistung mit den Geräten kompatibel ist. Er muss vor allen Dingen mehrere Erfassungskanäle aufweisen.

6. Verfahren

- 6.1. Vorbereitung der einzuspritzenden Lösung

Die Standardlösung und die Spirituose werden, falls erforderlich, über eine Membran gefiltert, deren Maschenweite höchstens 0,45 μ m beträgt.

- 6.2. Parameter für die Chromatografie: Die Analyse bei Raumtemperatur mit der unter 5.1 genannten Ausrüstung durchführen, dabei die mobilen Phasen (4.4) mit einem Durchsatz von etwa 0,6 ml pro Minute nach folgendem Programm verwenden (nur als Beispiel):

Zeit: 0 min 50 min 70 min 90 min

Lösungsmittel A (Wasser-Säure): 100 % 60 % 100 % 100 %

Lösungsmittel B: (Methanol): 0 % 40 % 0 % 0 %

Zur Vermeidung von Co-Elutionen ist dieser Gradient in einigen Fällen jedoch zu ändern.

6.3. Bestimmung

- 6.3.1. Das Standardmaterial getrennt, dann gemischt injizieren.

Die Betriebsparameter so anpassen, dass der Auflösungsfaktor der Peaks bei allen Verbindungen mindestens gleich 1 ist.

- 6.3.2. Die wie in 6.1 vorbereitete Probe injizieren.

- 6.3.3. Die Fläche der Peaks der Standardlösung und der Spirituose messen und die Konzentration berechnen.

7. Darstellung der Ergebnisse

Die Konzentration jedes Bestandteils wird in mg/l ausgedrückt.

8. Leistungsmerkmale der Methode (Präzision)

Die folgenden Angaben stammen aus einer internationalen Studie aus dem Jahr 2009 zur Leistungsfähigkeit der Methode, wobei die Studie gemäß den international anerkannten Verfahren für unterschiedliche Spirituosen durchgeführt wurde [1], [2].

8.1. Furfural

| Analyt | Furfural | | | | | |
|---|----------|--------|------|----------|---------|----------|
| | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 14 | 12 | 13 | 14 | 13 | 13 |
| Mittelwert [mg/l] | 2,9 | 1,2 | 1,7 | 10,6 | 15,3 | 13,9 |
| Wiederholstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,04 | 0,05 | 0,04 | 0,18 | 0,23 | 0,20 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_f [%] | 1,4 | 4,5 | 2,3 | 1,7 | 1,5 | 1,5 |

| Analyt | Furfural | | | | | |
|--|----------|--------|------|----------|---------|----------|
| | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,1 | 0,2 | 0,1 | 0,5 | 0,6 | 0,6 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,24 | 0,18 | 0,09 | 1,4 | 0,49 | 0,69 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 8 | 15 | 5 | 13 | 3 | 5 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 0,7 | 0,5 | 0,3 | 3,8 | 1,4 | 1,9 |

8.2. Hydroxymethyl-5-furfural

| Analyt | Hydroxymethyl-5-furfural | | | | | |
|--|--------------------------|--------|------|----------|---------|----------|
| | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 14 | 14 | 14 | 14 | 14 | 14 |
| Mittelwert [mg/l] | 5,0 | 11,1 | 9,4 | 33,7 | 5,8 | 17,5 |
| Wiederholstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,09 | 0,09 | 0,09 | 0,42 | 0,07 | 0,13 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 1,7 | 0,8 | 1,0 | 1,3 | 1,2 | 0,8 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,2 | 0,3 | 0,3 | 1,2 | 0,2 | 0,4 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,39 | 1,01 | 0,50 | 4,5 | 0,4 | 1,6 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 8 | 9 | 5 | 13 | 7 | 9 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 1,1 | 2,8 | 1,4 | 12,5 | 1,1 | 4,6 |

8.3. Methyl-5-furfural

| Analyt | Methyl-5-furfural | | | | | |
|--|-------------------|--------|------|----------|---------|----------|
| Proben | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 11 | 11 | 8 | 11 | 10 | 11 |
| Mittelwert [mg/l] | 0,1 | 0,2 | 0,1 | 0,5 | 1,7 | 0,8 |
| Wiederholstandard-abweichung s_R [mg/l] | 0,01 | 0,01 | 0,02 | 0,02 | 0,03 | 0,07 |
| Relative Wiederholstandard-abweichung, RSD_f [%] | 10,7 | 6,1 | 13,6 | 4,7 | 2,0 | 10,0 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_p$) | 0,0 | 0,0 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,2 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,03 | 0,04 | 0,03 | 0,18 | 0,20 | 0,26 |
| Relative Vergleichstandard-abweichung, RSD_R [%] | 35 | 18 | 22 | 39 | 12 | 35 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,5 | 0,6 | 0,7 |

8.4. Vanillin

| Analyt | Vanillin | | | | | |
|---|----------|--------|------|----------|---------|----------|
| Proben | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 16 | 15 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 16 | 15 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Mittelwert [mg/l] | 0,5 | 0,2 | 1,2 | 1,2 | 3,2 | 3,9 |
| Wiederholstandard-abweichung s_R [mg/l] | 0,03 | 0,02 | 0,06 | 0,11 | 0,11 | 0,09 |

| Analyt | Vanillin | | | | | |
|--|----------|--------|------|----------|---------|----------|
| | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 6,8 | 9,6 | 4,6 | 8,9 | 3,5 | 2,3 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,1 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,3 | 0,3 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,09 | 0,06 | 0,18 | 0,27 | 0,41 | 0,62 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 19 | 25 | 15 | 22 | 13 | 16 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 0,3 | 0,2 | 0,5 | 0,8 | 1,2 | 1,7 |

8.5. Syringaldehyd

| Analyt | Syringaldehyd | | | | | |
|--|---------------|--------|------|----------|---------|----------|
| | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 16 | 15 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 13 | 13 | 13 | 12 | 14 | 13 |
| Mittelwert [mg/l] | 1,0 | 0,2 | 4,8 | 3,2 | 10,5 | 9,7 |
| Wiederholstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,03 | 0,02 | 0,04 | 0,08 | 0,10 | 0,09 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 2,6 | 8,1 | 0,8 | 2,6 | 0,9 | 0,9 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,3 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,08 | 0,07 | 0,23 | 0,19 | 0,39 | 0,43 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 8 | 33 | 5 | 6 | 4 | 4 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 0,2 | 0,2 | 0,7 | 0,5 | 1,1 | 1,2 |

8.6. Coniferaldehyd

| Analyt | Coniferaldehyd | | | | | |
|--|----------------|--------|------|----------|---------|----------|
| Proben | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 13 | 12 | 13 | 12 | 13 | 13 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 12 | 12 | 13 | 12 | 13 | 13 |
| Mittelwert [mg/l] | 0,2 | 0,2 | 0,6 | 0,8 | 4,6 | 1,3 |
| Wiederholstandard-abweichung s_R [mg/l] | 0,02 | 0,02 | 0,03 | 0,03 | 0,09 | 0,06 |
| Relative Wiederholstandard-abweichung, RSD_f [%] | 9,2 | 9,8 | 4,6 | 4,3 | 1,9 | 4,5 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_f$) | 0,04 | 0,04 | 0,07 | 0,09 | 0,24 | 0,16 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,04 | 0,04 | 0,11 | 0,18 | 0,38 | 0,25 |
| Relative Vergleichstandard-abweichung, RSD_R [%] | 23 | 27 | 21 | 23 | 8 | 19 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 0,1 | 0,1 | 0,3 | 0,5 | 1,1 | 0,7 |

8.7. Sinapaldehyd

| Analyt | Sinapaldehyd | | | | | |
|---|--------------|--------|------|----------|---------|----------|
| Proben | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 14 | 14 | 14 | 14 | 15 | 14 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 14 | 13 | 12 | 13 | 13 | 12 |
| Mittelwert [mg/l] | 0,3 | 0,2 | 0,2 | 1,6 | 8,3 | 0,3 |
| Wiederholstandard-abweichung s_R [mg/l] | 0,02 | 0,01 | 0,02 | 0,06 | 0,14 | 0,03 |

| Analyt | Sinapaldehyd | | | | | |
|--|--------------|--------|------|----------|---------|----------|
| Proben | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 7,5 | 4,6 | 11,2 | 3,7 | 1,6 | 11,4 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,06 | 0,03 | 0,06 | 0,17 | 0,38 | 0,08 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,09 | 0,05 | 0,08 | 0,20 | 0,81 | 0,18 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 31 | 27 | 46 | 13 | 10 | 73 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,6 | 2,3 | 0,5 |

8.8. Gallussäure

| Analyt | Gallussäure | | | | | |
|--|-------------|--------|------|----------|---------|----------|
| Probe | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 16 | 15 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 15 | 14 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Mittelwert [mg/l] | 1,2 | 0,4 | 2,0 | 6,1 | 7,3 | 21,8 |
| Wiederholstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,07 | 0,04 | 0,06 | 0,18 | 0,18 | 0,60 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 6,1 | 8,1 | 2,9 | 3,0 | 2,4 | 2,8 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,2 | 0,1 | 0,2 | 0,5 | 0,5 | 1,7 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,43 | 0,20 | 0,62 | 3,3 | 2,2 | 7,7 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 36 | 47 | 31 | 53 | 30 | 35 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 1,2 | 0,6 | 1,7 | 9,1 | 6,2 | 21,7 |

8.9. Ellagsäure

| Analyt | Ellagsäure | | | | | |
|--|------------|--------|------|----------|---------|----------|
| Proben | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 6 |
| Mittelwert [mg/l] | 3,2 | 1,0 | 9,5 | 13 | 13 | 36 |
| Wiederholstandard-abweichung s_R [mg/l] | 0,20 | 0,16 | 0,30 | 0,41 | 0,95 | 0,34 |
| Relative Wiederholstandard-abweichung, RSD_f [%] | 6,3 | 16 | 3,2 | 3,2 | 7,4 | 1,0 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_p$) | 0,6 | 0,4 | 0,9 | 1,1 | 2,7 | 1,0 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 1,41 | 0,42 | 4,0 | 5,0 | 4,9 | 14 |
| Relative Vergleichstandard-abweichung, RSD_R [%] | 44 | 43 | 42 | 39 | 39 | 40 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 4,0 | 1,2 | 11 | 14 | 14 | 40 |

8.10. Vanillinsäure

| Analyt | Vanillinsäure | | | | | |
|---|---------------|--------|------|----------|---------|----------|
| Proben | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 12 | 11 | 14 | 14 | 15 | 14 |
| Mittelwert [mg/l] | 0,2 | 0,2 | 1,5 | 0,8 | 2,4 | 2,7 |
| Wiederholstandard-abweichung s_R [mg/l] | 0,03 | 0,04 | 0,03 | 0,10 | 0,13 | 0,21 |

| Analyt | Vanillinsäure | | | | | |
|--|---------------|--------|------|----------|---------|----------|
| Proben | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 14,2 | 16,5 | 2,3 | 12,6 | 5,3 | 7,7 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,3 | 0,4 | 0,6 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,06 | 0,05 | 0,51 | 0,2 | 1,22 | 0,70 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 28 | 20 | 35 | 31 | 51 | 26 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 0,2 | 0,1 | 1,4 | 0,7 | 3,4 | 2,0 |

8.11. Syringasäure

| Analyt | Syringasäure | | | | | |
|--|--------------|--------|------|----------|---------|----------|
| Proben | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 16 | 15 | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 16 | 15 | 15 | 15 | 16 | 15 |
| Mittelwert [mg/l] | 0,4 | 0,2 | 2,5 | 1,4 | 3,4 | 4,8 |
| Wiederholstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,03 | 0,02 | 0,06 | 0,13 | 0,08 | 0,11 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 6,7 | 12,6 | 2,3 | 9,0 | 2,3 | 2,3 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,1 | 0,1 | 0,2 | 0,4 | 0,2 | 0,3 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,08 | 0,05 | 0,29 | 0,26 | 0,43 | 0,67 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 19 | 29 | 11 | 18 | 13 | 14 |
| Vergleichgrenze, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$) | 0,2 | 0,1 | 0,8 | 0,7 | 1,2 | 1,9 |

8.12. Scopoletin

| Analyt | Scopoletin | | | | | |
|--|------------|--------|--------|----------|---------|----------|
| | Whisky | Brandy | Rum | Cognac 1 | Bourbon | Cognac 2 |
| Anzahl der teilnehmenden Laboratorien | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| Anzahl berücksichtigter Ergebnisse (Laboratorien) | 9 | 8 | 9 | 8 | 8 | 8 |
| Mittelwert [mg/l] | 0,09 | 0,04 | 0,11 | 0,04 | 0,65 | 0,15 |
| Wiederholstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,0024 | 0,0008 | 0,0018 | 0,0014 | 0,0054 | 0,0040 |
| Relative Wiederholstandardabweichung, RSD_r [%] | 2,6 | 2,2 | 1,6 | 3,3 | 0,8 | 2,7 |
| Wiederholgrenze r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$) | 0,007 | 0,002 | 0,005 | 0,004 | 0,015 | 0,011 |
| Vergleichstandardabweichung s_R [mg/l] | 0,01 | 0,01 | 0,03 | 0,01 | 0,09 | 0,02 |
| Relative Vergleichstandardabweichung, RSD_R [%] | 15 | 16 | 23 | 17 | 15 | 15 |
| Vergleichgrenze, 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.“