

II

(Μη νομοθετικές πράξεις)

ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΙ

ΕΚΤΕΛΕΣΤΙΚΟΣ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΕ) 2016/635 ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 22ας Απριλίου 2016

για την τροποποίηση του παραρτήματος του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 2870/2000 όσον αφορά ορισμένες μεθόδους αναφοράς που εφαρμόζονται στις αναλύσεις στον τομέα των αλκοολούχων ποτών

Η ΕΥΡΩΠΑΪΚΗ ΕΠΙΤΡΟΠΗ,

Έχοντας υπόψη τη Συνθήκη για τη λειτουργία της Ευρωπαϊκής Ένωσης,

Έχοντας υπόψη τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 110/2008 του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου, της 15ης Ιανουαρίου 2008, σχετικά με τον ορισμό, την περιγραφή, την παρουσίαση, την επισήμανση και την προστασία των γεωγραφικών ενδείξεων των αλκοολούχων ποτών και την κατάργηση του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 1576/89 του Συμβουλίου ⁽¹⁾, και ιδίως το άρθρο 28 παράγραφος 2,

Εκτιμώντας τα ακόλουθα:

- (1) Ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2870/2000 της Επιτροπής ⁽²⁾ απαριθμεί και περιγράφει τις μεθόδους αναφοράς που εφαρμόζονται στις αναλύσεις στον τομέα των αλκοολούχων ποτών. Ωστόσο, ορισμένες από τις μεθόδους που παρατίθενται στο παράρτημα του κανονισμού αυτού, μεταξύ των οποίων και οι μέθοδοι που χρησιμοποιούνται για τον προσδιορισμό της πτητικής οξύτητας και των ολικών σακχάρων στα αλκοολούχα ποτά, δεν έχουν ακόμη περιγραφεί.
- (2) Οι μέθοδοι που χρησιμοποιούνται για τον προσδιορισμό της πτητικής οξύτητας και των ολικών σακχάρων σε ορισμένα αλκοολούχα ποτά έχουν υποβληθεί σε δύο διεθνείς μελέτες επικύρωσης που διεξήχθησαν σύμφωνα με τις διεθνώς αναγνωρισμένες διαδικασίες και οι παράμετροι της μεθόδου επίδοσης αποδείχτηκαν αποδεκτές. Οι μελέτες πραγματοποιήθηκαν ως μέρος ενός ερευνητικού έργου στο πλαίσιο του προγράμματος «Πρότυπα, Μετρήσεις και Δοκιμές» (SMT) του 4ου προγράμματος-πλαisiού της Ευρωπαϊκής Επιτροπής (ΕΕ). Η περιγραφή των μεθόδων αυτών θα πρέπει, επομένως, να περιληφθεί στο παράρτημα του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 2870/2000.
- (3) Ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 110/2008 καθορίζει, για ορισμένες κατηγορίες αλκοολούχων ποτών, απαιτήσεις για παλαιώσή τους σε ξύλινους περιέκτες και προβλέπει ότι και άλλες κατηγορίες μπορούν να υποβληθούν στον εν λόγω τύπο παλαιώσης. Η ανάλυση των κυριότερων ενώσεων που προέρχονται από το ξύλο μπορεί να είναι χρήσιμη όταν εξετάζεται αν ένα δείγμα είναι σύμφωνο με τον ορισμό που αντιστοιχεί στην κατηγορία του αλκοολούχου ποτού. Ο Διεθνής Οργανισμός Αμπέλου και Οίνου (ΟΙV) διαθέτει αναγνωρισμένη μέθοδο ανάλυσης για τον προσδιορισμό των εν λόγω ενώσεων στο ψήφισμά του ΟΙV/OENO 382A/2009. Η αναγνώριση της μεθόδου βασίστηκε σε δεδομένα προερχόμενα από μία διεθνή μελέτη απόδοσης μεθόδου σε διάφορα αλκοολούχα ποτά η οποία διεξήχθη βάσει διεθνώς συμπεφωνημένων διαδικασιών. Η μέθοδος, συνοδευόμενη από την περιγραφή της, πρέπει, συνεπώς, να προστεθεί στις μεθόδους αναφοράς της Ένωσης για την ανάλυση των αλκοολούχων ποτών που ορίζονται στο παράρτημα του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 2870/2000.
- (4) Συνεπώς, ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2870/2000 θα πρέπει να τροποποιηθεί αναλόγως.
- (5) Τα μέτρα που προβλέπονται στον παρόντα κανονισμό είναι σύμφωνα με τη γνώμη της επιτροπής για τα αλκοολούχα ποτά,

⁽¹⁾ ΕΕ L 39 της 13.2.2008, σ. 16.

⁽²⁾ Κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 2870/2000 της Επιτροπής, της 19ης Δεκεμβρίου 2000, για καθορισμό των κοινοτικών μεθόδων αναφοράς που εφαρμόζονται στις αναλύσεις στον τομέα των αλκοολούχων ποτών (ΕΕ L 333 της 29.12.2000, σ. 20).

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

Άρθρο 1

Το παράρτημα του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 2870/2000 τροποποιείται σύμφωνα με το παράρτημα του παρόντος κανονισμού.

Άρθρο 2

Ο παρών κανονισμός αρχίζει να ισχύει την τρίτη ημέρα από τη δημοσίευσή του στην *Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης*.

Ο παρών κανονισμός είναι δεσμευτικός ως προς όλα τα μέρη του και ισχύει άμεσα σε κάθε κράτος μέλος.

Βρυξέλλες, 22 Απριλίου 2016.

Για την Επιτροπή
Ο Πρόεδρος
Jean-Claude JUNCKER

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

Το παράρτημα του κανονισμού (ΕΚ) αριθ. 2870/2000 τροποποιείται ως εξής:

1) Ο πίνακας περιεχομένων τροποποιείται ως εξής:

α) στα σημεία III. 3 και VIII, ο όρος «(p.m.)» απαλείφεται·

β) προστίθεται το ακόλουθο σημείο:

«X. Προσδιορισμός των ενώσεων του ξύλου: Φουρφουράλη, 5-υδροξυμεθυλοφουρφουράλη, 5-μεθυλοφουρφουράλη, βανιλίνη, συριγγαλδεύδη, κονιφεραλδεύδη, σιναπαλδεύδη, γαλλικό οξύ, ελλαγικό οξύ, βανιλλικό οξύ, συριγγικό οξύ και σκοπολετίνη.»

2) Στο κεφάλαιο III, προστίθεται το ακόλουθο μέρος:

«III. 3. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΠΗΤΗΚΗΣ ΟΞΥΤΗΤΑΣ ΤΩΝ ΑΛΚΟΟΛΟΥΧΩΝ ΠΟΤΩΝ

1. **Πεδίο εφαρμογής**

Η μέθοδος έχει επικυρωθεί στο πλαίσιο μιας διεργαστηριακής μελέτη για το ρούμι, το μπράντι, και το απόσταγμα στεμφύλων και φρούτων, σε επίπεδα που κυμαίνονται από 30 mg/l έως 641 mg/l.

2. **Κανονιστικά έγγραφα αναφοράς**

ISO 3696: 1987. Νερό για αναλυτική χρήση — Προδιαγραφές και μέθοδοι δοκιμής.

3. **Ορισμοί**

3.1. Η πητική οξύτητα υπολογίζεται αφαιρώντας τη μόνιμη οξύτητα από την ολική οξύτητα.

3.2. Η ολική οξύτητα είναι το άθροισμα των ογκομετρομένων οξυτήτων.

3.3. Μόνιμη οξύτητα είναι η οξύτητα του υπολείμματος που μένει μετά την εξάτμιση του αλκοολούχου ποτού μέχρι ξηρού.

4. **Αρχή**

Η ολική οξύτητα και η μόνιμη οξύτητα καθορίζονται με τιτλοδότηση ή ποτενσιομετρικώς.

5. **Αντιδραστήρια και υλικά**

Κατά τη διάρκεια της ανάλυσης, εκτός εάν άλλως ορίζεται, χρησιμοποιούνται μόνον αντιδραστήρια αναγνωρισμένης αναλυτικής καθαρότητας και νερό βαθμού τουλάχιστον 3, όπως ορίζεται στο πρότυπο ISO 3696:1987.

5.1. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου (NaOH) 0,01 M.

5.2. Διάλυμα μείγματος δεικτών:

Βάρος 0,1 g ινδικοκαρμίνης και 0,1 g ερυθρού της φαινόλης.

Διάλυση σε 40 ml νερό και συμπλήρωση μέχρι τα 100 ml με αιθανόλη.

6. **Συσκευές και εξοπλισμός**

Έμμεσος εργαστηριακός εξοπλισμός, βαθμονομημένα γυάλινα σκεύη κλάσης A και τα ακόλουθα:

6.1. Αντλία νερού

- 6.2. Περιστροφικός εξάτμιστήρας ή λουτρό υπερήχων
- 6.3. Συσκευή για ποτενσιομετρική τιτλοδότηση (προαιρετικά)

7. Δειγματοληψία και δείγματα

Τα δείγματα φυλάσσονται σε θερμοκρασία δωματίου πριν από την ανάλυση.

8. Διαδικασία

8.1. Ολική οξύτητα

8.1.1. Προετοιμασία του δείγματος

Το αλκοολούχο ποτό ακτινοβολείται με υπερήχους (υπερήχηση) ή αναδεύεται επί δύο λεπτά υπό κενό προκειμένου να απαλλαγεί από το διοξείδιο του άνθρακα, εφόσον απαιτείται.

8.1.2. Τιτλοδότηση

Εισάγονται με σιφόνιο 25 ml του αλκοολούχου ποτού σε κωνική φιάλη χωρητικότητας 500 ml.

Προστίθενται περίπου 200 ml κρύου βρασμένου απεσταγμένου ύδατος (παρασκευαζόμενου εκ νέου καθημερινά) και 2-6 σταγόνες διαλύματος του μείγματος δεικτών (5.2).

Η τιτλοδότηση γίνεται με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,01 M (5.1) μέχρις ότου το πρασινοκίτρινο χρώμα αλλάξει σε ιώδες, στην περίπτωση των άχρωμων ποτών, και το κιτρινοκίτρινο χρώμα σε καστανοκόκκινο, στην περίπτωση καστανόχρωμων ποτών αντιστοίχως.

Η τιτλοδότηση μπορεί επίσης να γίνει ποτενσιομετρικώς, σε pH 7,5.

Προστίθενται n_1 ml όγκου του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,01 M.

8.1.3. Υπολογισμός

Η ολική οξύτητα (OO), εκφραζόμενη σε χιλιοστοϊσοδύναμα ανά λίτρο αλκοολούχου ποτού ισούται με $0,4 \times n_1$.

Η ολική οξύτητα (OO') εκφραζόμενη σε mg οξικού οξέος ανά λίτρο αλκοολούχου ποτού ισούται με $24 \times n_1$

8.2. Μόνιμη οξύτητα

8.2.1. Προετοιμασία του δείγματος

Εξατμίζονται 25 ml του αλκοολούχου ποτού μέχρι ξηρού:

Εισάγονται με σιφόνιο 25 ml του αλκοολούχου ποτού σε μια κυλινδρική κάψα επίπεδου πυθμένα διαμέτρου 55 mm. Κατά τη διάρκεια της πρώτης ώρας της εξάτμισης η κάψα τοποθετείται στο σκέπασμα ενός ζέοντος υδρόλουτρου, ώστε το υγρό να μην φτάσει σε βρασμό, καθώς ο κοχλιασμός θα μπορούσε να προκαλέσει απώλειες λόγω διασποράς υγρού.

Η διαδικασία ξήρανσης συμπληρώνεται με την εισαγωγή της κάψας σε κλίβανο ξήρανσης στους 105 °C για δύο ώρες. Η κάψα αφήνεται να κρύνει σε ξηραντήρα.

8.2.2. Τιτλοδότηση

Διαλύεται το υπόλειμμα που μένει μετά την εξάτμιση με κρύο βρασμένο απεσταγμένο νερό (παρασκευαζόμενο εκ νέου καθημερινά) και συμπληρώνεται ο όγκος σε περίπου 100 ml και έπειτα προστίθενται 2 έως 6 σταγόνες διαλύματος του μείγματος δεικτών (5.2).

Τιτλοδοτείται με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 0,01 M (5.1).

Η τιτλοδότηση μπορεί επίσης να γίνει ποτενσιομετρικώς, σε pH 7,5.

Προστίθενται n_2 ml όγκου του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,01 M.

8.2.3. Υπολογισμός

Η μόνιμη οξύτητα (ΟΟ), εκφραζόμενη σε χιλιοστοϊσοδύναμα ανά λίτρο αλκοολούχου ποτού ισούται με $0,4 \times n_2$.

Η μόνιμη οξύτητα (ΜΟ) εκφραζόμενη σε mg οξικού οξέος ανά λίτρο αλκοολούχου ποτού ισούται με $24 \times n_2$.

9. Υπολογισμός της πτητικής οξύτητας

9.1. Έκφραση σε χιλιοστοϊσοδύναμα ανά λίτρο:

Έστω:

ΟΟ = ολική οξύτητα σε χιλιοστοϊσοδύναμα ανά λίτρο

ΜΟ = μόνιμη οξύτητα σε χιλιοστοϊσοδύναμα ανά λίτρο

Πτητική οξύτητα, ΠΟ, σε χιλιοστοϊσοδύναμα ανά λίτρο, ισούται με:

$$ΟΟ - ΜΟ$$

9.2. Έκφραση σε mg οξικού οξέος ανά λίτρο:

Έστω:

ΟΟ' = ολική οξύτητα σε mg οξικού οξέος ανά λίτρο

ΜΟ' = μόνιμη οξύτητα σε mg οξικού οξέος ανά λίτρο

Πτητική οξύτητα, ΠΟ, σε mg οξικού οξέος ανά λίτρο, ισούται με:

$$ΟΟ' - ΜΟ'$$

9.3. Έκφραση σε g οξικού οξέος ανά hl καθαρής αλκοόλης 100 % vol, ισούται με: $\frac{ΟΟ' - ΜΟ'}{A} \times 10$

όπου Α είναι ο κατ' όγκον αλκοολικός τίτλος του αλκοολούχου ποτού.

10. Χαρακτηριστικά επιδόσεων της μεθόδου (Πιστότητα)

10.1. Στατιστικά αποτελέσματα των διεργαστηριακών δοκιμών

Τα παρακάτω στοιχεία ελήφθησαν από μια διεθνή μελέτη επιδόσεων της μεθόδου, που διενεργήθηκε σύμφωνα με διεθνώς αναγνωρισμένες διαδικασίες [1] [2].

Έτος διεργαστηριακής δοκιμής 2000

Αριθμός εργαστηρίων 18

Αριθμός δειγμάτων 6

Δείγματα	A	B	Γ	Δ	E	ΣΤ
Αριθμός εργαστηρίων μετά την αφαίρεση των ακραίων τιμών	16	18	18	14	18	18
Αριθμός ακραίων τιμών (Εργαστήρια)	2			4		
Αριθμός αποδεκτών αποτελεσμάτων	32	36	36	28	36	36
Mean value (\bar{x}) [mg/L]	272* 241*	30	591* 641*	46	107	492
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	8,0	3,6	15,0	3,7	6,7	8,5
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας RSD _r [%]	3,1	11,8	2,4	8,0	6,2	1,7
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/L]	23	10	42	10	19	24
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_R [mg/L]	8,5	8,4	25,0	4,55	13,4	24,4
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD _R [%]	3,3	27,8	4,1	9,9	12,5	5,0
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [mg/L]	24	23	70	13	38	68

Τύποι δειγμάτων:

A Απόσταγμα δαμασκήνων, τμήμα *

B Ρούμι I, διπλά τυφλά

Γ Ρούμι II, τμήμα *

Δ Slivovitz, διπλά τυφλά

E Μπράντι, διπλά τυφλά

ΣΤ Απόσταγμα στεμφύλων, διπλά τυφλά

[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) Παρεμβάλλεται το ακόλουθο κεφάλαιο VIII:

«VIII. ΟΛΙΚΑ ΣΑΚΧΑΡΑ

1. Πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος HPLC-RI εφαρμόζεται για τον προσδιορισμό των ολικών σακχάρων (εκφραζόμενων σε ιμβερτοσάκχαρα) στα αλκοολούχα ποτά, με εξαίρεση τα λικέρ που περιέχουν αυγά και τα γαλακτοκομικά προϊόντα.

Η μέθοδος έχει επικυρωθεί σε διεργαστηριακή μελέτη για pastis, αποσταγμένο άνισο, λικέρ κερασιού/βύσσινου, λικέρ (ακολουθούμενο από το όνομα φρούτου ή της πρώτης ύλης που χρησιμοποιείται) και κρέμα μαύρων φραγκοστάφυλων σε επίπεδα που κυμαίνονται από 10,86 g/l έως 509,7 g/l. Ωστόσο, η γραμμικότητα της απόκρισης των οργάνων έχει αποδειχτεί για το εύρος συγκέντρωσης 2,5 g/l έως 20,0 g/l.

Η μέθοδος αυτή δεν προορίζεται για τον προσδιορισμό χαμηλών επιπέδων σακχάρων.

2. Κανονιστικά έγγραφα αναφοράς

ISO 3696:1987. Νερό για αναλυτική χρήση — Προδιαγραφές και μέθοδοι δοκιμής.

3. Αρχή

Ανάλυση με υδροχρωματογραφία υψηλής απόδοσης διαλυμάτων σακχάρων, προκειμένου να προσδιοριστεί η συγκέντρωση γλυκόζης, φρουκτόζης, σακχαρόζης, μαλτόζης και λακτόζης.

Η μέθοδος αυτή χρησιμοποιεί αλκυλαμίνη στατικής φάσης και ανίχνευση διαφορικής διαθλασιμετρίας και δίδεται ως παράδειγμα. Η χρήση ιονανταλλακτικών ρητινών ως στατικής φάσης θα ήταν επίσης δυνατή.

4. Αντιδραστήρια και υλικά

4.1. Γλυκόζη (CAS 50-99-7), καθαρότητας τουλάχιστον 99 %.

4.2. Φρουκτόζη (CAS 57-48-7), καθαρότητας τουλάχιστον 99 %.

4.3. Σακχαρόζη (CAS 57-50-1), καθαρότητας τουλάχιστον 99 %.

4.4. Λακτόζη (CAS 5965-66-2), καθαρότητας τουλάχιστον 99 %.

4.5. Μονοένυδρη Μαλτόζη (CAS 6363-53-7), καθαρότητας τουλάχιστον 99 %.

4.6. Καθαρό ακετονιτρίλιο (CAS 75-05-8) για ανάλυση HPLC.

4.7. Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, κατά προτίμηση διηθημένο με λεπτό φίλτρο.

4.8. Διαλύτες (παράδειγμα)

Ο διαλύτης έκλουσης αποτελείται από:

75 μέρη κατ' όγκο ακετονιτριλίου (4.6),

25 μέρη κατ' όγκο απεσταγμένου ύδατος (4.7),

Διέλευση ηλίου με βραδύ ρυθμό επί 5-10 λεπτά πριν από τη χρήση για απαερίωση.

Εάν το χρησιμοποιούμενο νερό δεν έχει διηθηθεί με λεπτό φίλτρο, ο διαλύτης θα πρέπει να διηθείται με φίλτρο για οργανικούς διαλύτες με μέγιστο μέγεθος πόρων 0,45 μm.

4.9. Απόλυτη αιθανόλη (CAS 64-17-5).

4.10. Διάλυμα αιθανόλης (5 % v/v).

4.11. Παρασκευή του αρχικού πρότυπου διαλύματος (20g/l)

Ζυγίζονται 2 g του κάθε σακχάρου προς ανάλυση (4.1 έως 4.5) και μεταγγίζονται χωρίς απώλειες σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. (Σημείωση: 2,11 g μονοένυδρης μαλτόζης ισοδυναμούν με 2 g μαλτόζης.)

Ο όγκος συμπληρώνεται έως τα 100 ml με διάλυμα αλκοόλης 5 % vol. (4.10), το διάλυμα ανακινείται και αποθηκεύεται σε θερμοκρασία περίπου + 4 °C. Παρασκευάζεται νέο αρχικό διάλυμα μία φορά την εβδομάδα.

4.12. Παρασκευή πρότυπων διαλυμάτων εργασίας (2,5 - 5,0 - 7,5 - 10,0 και 20,0 g/L)

Το αρχικό διάλυμα, 20 g/L, αραιώνεται (4.11) κατά ενδεδειγμένο τρόπο με 5 % vol. διαλύματος αλκοόλης (4.10), ώστε να ληφθούν πέντε πρότυπα διαλύματα εργασίας των 2,5, - 5,0 - 7,5 - 10,0 και 20,0 g/L. Διηθείται με φίλτρο με μέγιστο μέγεθος πόρων 0,45 μm (5.3).

5. Συσκευές και εξοπλισμός

- 5.1. Σύστημα HPLC ικανό να επιτύχει διαχωρισμό όλων των σακχάρων στη γραμμή βάσης.
- 5.1.1. Υγροχρωματογραφία υψηλής απόδοσης με βαλβίδα έγχυσης έξι κατευθύνσεων με βρόγχο 10 μL ή οποιασδήποτε άλλη συσκευή, αυτόματη ή χειροκίνητη, για την αξιόπιστη έγχυση μικροόγκων.
- 5.1.2. Σύστημα άντλησης με δυνατότητα επίτευξης και διατήρησης σταθερής ή προγραμματισμένης ταχύτητας ροής με μεγάλη ακρίβεια.
- 5.1.3. Διαφορικό διαθλασίμετρο.
- 5.1.4. Υπολογιστικός ολοκληρωτής ή καταγραφικό, η απόδοση του οποίου είναι συμβατή με το υπόλοιπο σύστημα.
- 5.1.5. Προστήλη:

Συνιστάται να συνδέεται στην αναλυτική στήλη η κατάλληλη προστήλη.

5.1.6. Στήλη (παράδειγμα):

Υλικό: Ανοξειδωτος χάλυβας ή γυαλί.

Εσωτερική διάμετρος: 2-5 mm.

Μήκος: 100-250 mm (ανάλογα με το μέγεθος των σωματιδίων που στοιβάζονται), για παράδειγμα 250 mm εάν τα σωματίδια έχουν διάμετρο 5 μm.

Στατική φάση: χαρακτηριστική ομάδα αλκυλαμίνης συνδεδεμένη με silica, μέγιστου μεγέθους σωματιδίων 5 μm.

5.1.7. Χρωματογραφικές συνθήκες (παράδειγμα):

Διαλύτης έκλουσης (4.8), ταχύτητα ροής: 1 ml/λεπτό.

Ανίχνευση: Διαφορικό διαθλασίμετρο.

Για να διασφαλιστεί ότι ο ανιχνευτής είναι απολύτως σταθερός, θα πρέπει να έχει τεθεί σε λειτουργία λίγες ώρες πριν από τη χρήση. Η κυψελίδα αναφοράς πρέπει να συμπληρώνεται με τον διαλύτη έκλουσης.

- 5.2. Αναλυτικός ζυγός ακριβείας 0,1 mg.
- 5.3. Σύστημα διήθησης για μικρούς όγκους χρησιμοποιώντας μικρομεμβράνες 0,45 μm.

6. Αποθήκευση δειγμάτων

Μετά την παραλαβή, τα δείγματα φυλάσσονται σε θερμοκρασία δωματίου πριν από την ανάλυση.

7. Διαδικασία

7.1. ΜΕΡΟΣ Α: Παρασκευή δείγματος

- 7.1.1. Το δείγμα ανακινείται.
- 7.1.2. Διηθείται μέσω φίλτρου με μέγιστο μέγεθος πόρων 0,45 μm (5.3).

7.2. ΜΕΡΟΣ Β: HPLC

7.2.1. Προσδιορισμός

Έγχυση 10 μl των πρότυπων διαλυμάτων (4.12) και των δειγμάτων (7.1.2). Εκτελείται η ανάλυση υπό τις κατάλληλες χρωματογραφικές συνθήκες, για παράδειγμα εκείνες που περιγράφονται ανωτέρω.

- 7.2.2. Αν οι κορυφές δείγματος έχουν μεγαλύτερο εμβαδόν (ή ύψος) από την αντίστοιχη κορυφή στο πλέον πυκνό πρότυπο διάλυμα, τότε το δείγμα αραιώνεται με απεσταγμένο νερό και αναλύεται εκ νέου.

8. Υπολογισμός

Συγκρίνονται τα δύο χρωματογραφήματα που ελήφθησαν για το πρότυπο διάλυμα και για το αλκοολούχο ποτό. Ταυτοποιούνται οι κορυφές από τους χρόνους κατακράτησής τους. Μετρώνται τα εμβαδά (ή ύψη) για τον υπολογισμό των συγκεντρώσεων με τη μέθοδο του εξωτερικού προτύπου. Λαμβάνεται υπόψη τυχόν αραιώση του δείγματος.

Το τελικό αποτέλεσμα είναι το άθροισμα σε ζαχαρόζη, μαλτόζη, λακτόζη, γλυκόζη και φρουκτόζη, εκφραζόμενο σε ιμπερτοσάκχαρα σε g/l.

Τα ιμπερτοσάκχαρα υπολογίζονται ως άθροισμα όλων των μονοσακχαριτών και των αναγωγικών δισακχαριτών επιπλέον του στοιχειομετρικού ποσού γλυκόζης και φρουκτόζης που υπολογίζεται από την περιεχόμενη σακχαρόζη

$$\text{Ιμπερτοσάκχαρα (g/l)} = \text{γλυκόζη (g/l)} + \text{φρουκτόζη (g/l)} + \text{μαλτόζη (g/l)} + \text{λακτόζη (g/l)} + (\text{σακχαρόζη (g/L)} \times 1,05)$$

$$1,05 = (\text{μοριακό βάρος φρουκτόζης} + \text{μοριακό βάρος γλυκόζης}) / \text{μοριακό βάρος σακχαρόζης}$$

9. Χαρακτηριστικά επιδόσεων της μεθόδου (Πιστότητα)

9.1. Στατιστικά αποτελέσματα των διεργασηριακών δοκιμών

Τα παρακάτω στοιχεία ελήφθησαν από μια διεθνή μελέτη επιδόσεων της μεθόδου, που διενεργήθηκε σύμφωνα με διεθνώς αναγνωρισμένες διαδικασίες [1] [2].

Έτος διεργασηριακής δοκιμής 2000

Αριθμός εργαστηρίων 24

Αριθμός δειγμάτων 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.

Πίνακας 1

Φρουκτόζη, γλυκόζη, μαλτόζη

Αναλύτης	Φρουκτόζη		Γλυκόζη			Μαλτόζη	
	Κρέμα μαύρων φραγκοστάφυλων	Πρότυπο (50 g/l)	Αλκοολούχο ποτό με άνισο	Κρέμα μαύρων φραγκοστάφυλων	Πρότυπο (50 g/l)	Αλκοολούχο ποτό με άνισο	Πρότυπο (10 g/l)
Μέση τιμή [g/l]	92,78	50,61	15,62	93,16	50,06	15,81	9,32
Αριθμός εργαστηρίων χωρίς ακραίες τιμές	21	22	21	23	19	21	22
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [g/l]	2,34	2,12	0,43	3,47	1,01	0,48	0,54

Αναλύτης	Φρουκτόζη		Γλυκόζη			Μαλτόζη	
	Κρέμα μαύρων φραγκοστάφυλων	Πρότυπο (50 g/l)	Αλκοολούχο ποτό με άνισο	Κρέμα μαύρων φραγκοστάφυλων	Πρότυπο (50 g/l)	Αλκοολούχο ποτό με άνισο	Πρότυπο (10 g/l)
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	2,53	4,2	2,76	3,72	2,03	3,02	5,77
Όριο επαναληψιμότητας r [g/l] ($r = 2,8 \times sr$)	6,56	5,95	1,21	9,71	2,84	1,34	1,51
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_R [g/l]	7,72	3,13	0,84	9,99	2,7	0,88	1,4
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	8,32	6,18	5,37	10,72	5,4	5,54	15,06
Όριο αναπαραγωγιμότητας, R [g/l] ($R = 2,8 \times sR$)	21,62	8,76	2,35	27,97	7,57	2,45	3,93

Πίνακας 2

Σακχαρόζη

Αναλύτης	Σακχαρόζη					
	Pastis	Ούζο	Λικέρ κερασίου/βύσσινου,	Crème de Menthe	Κρέμα μαύρων φραγκοστάφυλων	Πρότυπο (100 g/l)
Μέση τιμή [g/l]	10,83	29,2 19,7 (*)	103,33	349,96	319,84	99,83
Αριθμός εργαστηρίων χωρίς ακραίες τιμές	19	19	20	18	18	18
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [g/l]	0,09	0,75	2,17	5,99	4,31	1,25
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	0,81	3,07	2,1	1,71	1,35	1,25
Όριο επαναληψιμότητας r [g/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,25	2,1	6,07	16,76	12,06	3,49
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_R [g/l]	0,79	0,92	4,18	9,94	16,11	4,63
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	7,31	3,76	4,05	2,84	5,04	4,64
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	2,22	2,57	11,7	27,84	45,12	12,97

(*) τμήμα

Πίνακας 3

Ολικά σάκχαρα

(Σημείωση: τα στοιχεία αυτά υπολογίστηκαν για τα ολικά σάκχαρα, όχι τα ιμβερτοποιημένα σάκχαρα, όπως ορίζεται στο τμήμα 8 ανωτέρω.)

Δείγματα	Pastis	Ούζο	Αλκοολούχο ποτό με άνισο	Λικέρ κερασιού/βύσσινου,	Crème de Menthe	Κρέμα μαύρων φραγκοστάφυλων	Πρότυπο (220 g/l)
Μέση τιμή [g/l]	10,86	29,2 19,7 (*)	31,59	103,33	349,73	509,69	218,78
Αριθμός εργαστηρίων χωρίς ακραίες τιμές	20	19	20	20	18	18	19
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [g/l]	0,13	0,75	0,77	2,17	5,89	5,59	2,71
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	1,16	3,07	2,45	2,1	1,69	1,1	1,24
Όριο επαναληψιμότητας r [g/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,35	2,1	2,17	6,07	16,5	15,65	7,59
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_R [g/l]	0,79	0,92	1,51	4,18	9,98	14,81	8,53
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	7,25	3,76	4,79	4,04	2,85	2,91	3,9
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	2,21	2,57	4,24	11,7	27,94	41,48	23,89

(*) τμήμα».

4) Προστίθεται το ακόλουθο κεφάλαιο X:

«X. **ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΑΚΟΛΟΥΘΩΝ ΕΝΩΣΕΩΝ ΞΥΔΟΥ ΣΕ ΑΛΚΟΟΛΟΥΧΑ ΠΟΤΑ ΜΕ ΥΓΡΗ ΧΡΩΜΑΤΟΓΡΑΦΙΑ ΥΨΗΛΗΣ ΑΠΟΔΟΣΗΣ (HPLC): ΦΟΥΡΦΟΥΡΑΛΗ, 5-ΥΔΡΟΞΥΜΕΘΥΛΟΦΟΥΡΦΟΥΡΑΛΗ, 5-ΜΕΘΥΛΟΦΟΥΡΦΟΥΡΑΛΗ, ΒΑΝΙΛΛΙΝΗ, ΣΥΡΙΓΓΑΛΔΕΥΔΗ, ΚΟΝΙΦΕΡΑΛΔΕΥΔΗ, ΣΙΝΑΠΑΛΔΕΥΔΗ, ΓΑΛΛΙΚΟ ΟΞΕΟ, ΕΛΛΑΓΙΚΟ ΟΞΕΟ, ΒΑΝΙΛΛΙΚΟ ΟΞΕΟ, ΣΥΡΙΓΓΙΚΟ ΟΞΕΟ ΚΑΙ ΣΚΟΠΟΛΕΤΙΝΗ**

1. **Πεδίο εφαρμογής**

Η μέθοδος αφορά τον προσδιορισμό φουρφοουράλης, 5-υδροξυμεθυλοφουρφοουράλης, 5-μεθυλοφουρφοουράλης, βανιλίνης, συριγγαλδεύδης, κονιφεραλδεύδης, σιναπαλδεύδης, γαλλικού οξέος, ελλαγικού οξέος, βανιλλικού οξέος, συριγγικού οξέος και σκοπολετίνης με γρήγη χρωματογραφία υψηλής απόδοσης.

2. **Κανονιστικά έγγραφα αναφοράς**

Μέθοδος ανάλυσης αναγνωρισμένη από τη Γενική Συνέλευση του Διεθνούς Οργανισμού Αμπέλου και Οίνου (ΔΟΑΟ) και δημοσιευμένη από τον ΔΟΑΟ με αριθμό αναφοράς OIV-MA-BS-16: R 2009.

3. **Αρχή**

Προσδιορισμός με υγροχρωματογραφία υψηλής απόδοσης (HPLC), με ανίχνευση με φασματοφωτομετρία υπεριώδους ακτινοβολίας σε διάφορα μήκη κύματος και με φασματοφθορισμομετρία.

4. Αντιδραστήρια

Τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας. Το χρησιμοποιούμενο νερό πρέπει να είναι απεσταγμένο ή ισοδύναμης τουλάχιστον καθαρότητας. Προτιμότερο είναι να χρησιμοποιείται νερό διηθημένο με λεπτό φίλτρο με ειδική αντίσταση 18,2 M Ω.cm.

- 4.1. Αλκοόλη 96 % vol.
- 4.2. Μεθανόλη ποιότητας HPLC (διαλύτης Β).
- 4.3. Οξικό οξύ αραιωμένο σε 0,5 % vol. (Διαλύτης Α).
- 4.4. Κινητές φάσεις: (δίδεται μόνο ως παράδειγμα).

Διαλύτης Α (0,5 % οξικού οξέος) και διαλύτης Β (καθαρή μεθανόλη). Διηθείται μέσω μεμβράνης (με πορώδες 0,45 μm). Απαερώνεται σε λουτρό υπερήχων, εάν είναι απαραίτητο.

- 4.5. Πρότυπα διαλύματα αναφοράς ελάχιστης καθαρότητας 99 %: φουρφουράλης, 5-υδροξυμεθυλοφουρφουράλης, 5-μεθυλοφουρφουράλης, βανιλίνης, συριγγαλδεύδης, κονιφεραλδεύδης, σιναπαλδεύδης, γαλλικού οξέος, ελλαγικού οξέος, βανιλικού οξέος, συριγγικού οξέος και σκοπολετίνης.
- 4.6. Διάλυμα αναφοράς: οι πρότυπες ουσίες διαλύονται σε υδατικά-αλκοολικά διαλύματα 50 % vol. Οι τελικές συγκεντρώσεις στο διάλυμα αναφοράς θα πρέπει να είναι:

φουρφουράλη: 5 mg/L, 5-υδροξυμεθυλοφουρφουράλη: 10 mg/L, 5-μεθυλοφουρφουράλη: 2 mg/L, βανιλίνη: 5 mg/L, συριγγαλδεύδη: 10 mg/L, κονιφεραλδεύδη: 5 mg/L, σιναπαλδεύδη: 5 mg/L, γαλλικό οξύ: 10 mg/L, ελλαγικό οξύ: 10 mg/L, βανιλικό οξύ: 5 mg/L, συριγγικό οξύ: 5 mg/L, σκοπολετίνη: 0,5 mg/L.

5. Εξοπλισμός

Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός

- 5.1. Υγρός χρωματογράφος υψηλής απόδοσης, ο οποίος μπορεί να λειτουργήσει σε κατάσταση διπλής βαθμίδωσης και είναι εξοπλισμένος με:
 - 5.1.1. Φασματοφωτομετρικός ανιχνευτής ικανός για μέτρηση σε μήκη κύματος από 260 έως 340 nm. Είναι ωστόσο προτιμητέο να χρησιμοποιείται ανιχνευτής πολλαπλών μηκών κύματος με συστοιχία διόδων ή παρόμοιο, για να επιβεβαιωθεί η καθαρότητα των κορυφών.
 - 5.1.2. Φασματοφθορισμομετρικό ανιχνευτή — μήκος κύματος διέγερσης: 354 nm, μήκος κύματος εκπομπής: 446 nm (για τον προσδιορισμό ιχνών σκοπολετίνης, που είναι ανιχνεύσιμη στα 313 nm με φασματοφωτόμετρο).
 - 5.1.3. Μια συσκευή έγχυσης που μπορεί να εισάγει 10 ή 20 μL (για παράδειγμα) του δείγματος δοκιμής.
 - 5.1.4. Στήλη υγροχρωματογραφίας υψηλής απόδοσης, τύπου RP C18, μέγιστο μέγεθος σωματιδίων 5 μm.
- 5.2. Σύριγγες για HPLC.
- 5.3. Συσκευή για διήθηση με μεμβράνη μικρών όγκων.
- 5.4. Υπολογιστικός ολοκληρωτής ή καταγραφικό με επίδοση συμβατή με όλο τον εξοπλισμό που πρέπει, ειδικότερα, να διαθέτει πολλούς διαλύτες εισαγωγής δεδομένων.

6. Διαδικασία

- 6.1. Παρασκευάζεται το διάλυμα προς έγχυση.

Το διάλυμα αναφοράς και το αλκοολούχο ποτό διηθούνται, εάν είναι αναγκαίο, μέσω μεμβράνης με μέγιστη διάμετρο πόρων 0,45 μm.

- 6.2. Χρωματογραφικές συνθήκες λειτουργίας: η ανάλυση διενεργείται σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, με τον εξοπλισμό που περιγράφεται στο 5.1 και χρησιμοποιώντας τις κινούμενες φάσεις (4.4) με ροή περίπου 0,6 ml ανά λεπτό ακολουθώντας την παρακάτω κλίση (παρέχεται απλώς ως παράδειγμα)

Ώρα: 0 λεπτά 50 λεπτά 70 λεπτά 90 λεπτά

Διαλύτης Α (νερό-οξύ): 100 % 60 % 100 % 100 %

Διαλύτης Β (μεθανόλη): 0 % 40 % 0 % 0 %

Σημειώνεται ότι σε ορισμένες περιπτώσεις αυτή η κλίση πρέπει να τροποποιηθεί ώστε να αποφευχθούν οι συνεκλούσεις.

- 6.3. Προσδιορισμός

- 6.3.1. Έγχυση των πρότυπων διαλυμάτων αναφοράς, στην αρχή χωριστά και κατόπιν αναμεμιγμένα.

Προσαρμογή των συνθηκών λειτουργίας έτσι ώστε οι συντελεστές που εφαρμόζονται για την ανάλυση των κορυφών όλων των ενώσεων να είναι τουλάχιστον ίσοι με 1.

- 6.3.2. Έγχυση του δείγματος όπως αυτό έχει παρασκευαστεί στο 6.1.

- 6.3.3. Μετράται το εμβαδόν των κορυφών στο διάλυμα αναφοράς και στο αλκοολούχο ποτό και υπολογίζονται οι συγκεντρώσεις.

7. Έκφραση των αποτελεσμάτων

Εκφράζεται η συγκέντρωση κάθε συστατικού σε mg/l.

8. Χαρακτηριστικά επιδόσεων της μεθόδου (πιστότητα)

Τα παρακάτω στοιχεία ελήφθησαν το 2009 από μια διεθνή μελέτη επιδόσεων της μεθόδου σε ποικιλία αλκοολούχων ποτών, η οποία διενεργήθηκε σύμφωνα με διεθνώς αναγνωρισμένες διαδικασίες [1], [2].

- 8.1. Φουρφουράλη

Αναλύτης	Φουρφουράλη					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Δείγματα						
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	15	15	15	15	15	15
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	14	12	13	14	13	13
Μέση τιμή [mg/l]	2,9	1,2	1,7	10,6	15,3	13,9
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,04	0,05	0,04	0,18	0,23	0,20
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	1,4	4,5	2,3	1,7	1,5	1,5

Αναλύτης	Φουρφουράλη					
	Δείγματα	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,2	0,1	0,5	0,6	0,6
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,24	0,18	0,09	1,4	0,49	0,69
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	8	15	5	13	3	5
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,7	0,5	0,3	3,8	1,4	1,9

8.2. 5-Υδροξυμεθυλοφουρφουράλη

Αναλύτης	5-Υδροξυμεθυλοφουρφουράλη					
	Δείγματα	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	16	16	16	16	16	16
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	14	14	14	14	14	14
Μέση τιμή [mg/l]	5,0	11,1	9,4	33,7	5,8	17,5
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,09	0,09	0,09	0,42	0,07	0,13
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	1,7	0,8	1,0	1,3	1,2	0,8
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,2	0,3	0,3	1,2	0,2	0,4
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,39	1,01	0,50	4,5	0,4	1,6
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	8	9	5	13	7	9
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	1,1	2,8	1,4	12,5	1,1	4,6

8.3. 5-Μεθυλοφουρφουράλη

Αναλύτης	5-Μεθυλοφουρφουράλη					
Δείγματα	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	11	11	11	11	11	11
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	11	11	8	11	10	11
Μέση τιμή [mg/l]	0,1	0,2	0,1	0,5	1,7	0,8
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,01	0,01	0,02	0,02	0,03	0,07
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	10,7	6,1	13,6	4,7	2,0	10,0
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,03	0,04	0,03	0,18	0,20	0,26
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	35	18	22	39	12	35
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,1	0,1	0,1	0,5	0,6	0,7

8.4. Βανιλίνη

Αναλύτης	Βανιλίνη					
Δείγματα	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	16	15	16	16	16	16
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	16	15	16	16	16	16
Μέση τιμή [mg/l]	0,5	0,2	1,2	1,2	3,2	3,9
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,03	0,02	0,06	0,11	0,11	0,09

Αναλύτης	Βανιλίνη					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	6,8	9,6	4,6	8,9	3,5	2,3
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,2	0,3	0,3	0,3
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,09	0,06	0,18	0,27	0,41	0,62
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	19	25	15	22	13	16
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,3	0,2	0,5	0,8	1,2	1,7

8.5. Συριγγαλδεύδη:

Αναλύτης	Συριγγαλδεύδη:					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	16	15	16	16	16	16
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	13	13	13	12	14	13
Μέση τιμή [mg/l]	1,0	0,2	4,8	3,2	10,5	9,7
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,03	0,02	0,04	0,08	0,10	0,09
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	2,6	8,1	0,8	2,6	0,9	0,9
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,1	0,2	0,3	0,3
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,08	0,07	0,23	0,19	0,39	0,43
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	8	33	5	6	4	4
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,2	0,7	0,5	1,1	1,2

8.6. Κονιφεραλδεύδη:

Αναλύτης	Κονιφεραλδεύδη:					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Δείγματα						
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	13	12	13	12	13	13
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	12	12	13	12	13	13
Μέση τιμή [mg/l]	0,2	0,2	0,6	0,8	4,6	1,3
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,02	0,02	0,03	0,03	0,09	0,06
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	9,2	9,8	4,6	4,3	1,9	4,5
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,04	0,04	0,07	0,09	0,24	0,16
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,04	0,04	0,11	0,18	0,38	0,25
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	23	27	21	23	8	19
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,1	0,1	0,3	0,5	1,1	0,7

8.7. Σιναπαλδεύδη:

Αναλύτης	Σιναπαλδεύδη:					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Δείγματα						
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	14	14	14	14	15	14
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	14	13	12	13	13	12
Μέση τιμή [mg/l]	0,3	0,2	0,2	1,6	8,3	0,3
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,02	0,01	0,02	0,06	0,14	0,03

Αναλύτης	Σιναπαλδεύδη:					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	7,5	4,6	11,2	3,7	1,6	11,4
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,06	0,03	0,06	0,17	0,38	0,08
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,09	0,05	0,08	0,20	0,81	0,18
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	31	27	46	13	10	73
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,2	0,2	0,6	2,3	0,5

8.8. Γαλλικό οξύ

Αναλύτης	Γαλλικό οξύ					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	16	15	16	16	16	16
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	15	14	16	16	16	16
Μέση τιμή [mg/l]	1,2	0,4	2,0	6,1	7,3	21,8
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,07	0,04	0,06	0,18	0,18	0,60
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	6,1	8,1	2,9	3,0	2,4	2,8
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,2	0,1	0,2	0,5	0,5	1,7
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,43	0,20	0,62	3,3	2,2	7,7
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	36	47	31	53	30	35
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	1,2	0,6	1,7	9,1	6,2	21,7

8.9. Ελλαγικό οξύ

Αναλύτης	Ελλαγικό οξύ					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Δείγματα						
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	7	7	7	7	7	7
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	7	7	7	7	7	6
Μέση τιμή [mg/l]	3,2	1,0	9,5	13	13	36
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,20	0,16	0,30	0,41	0,95	0,34
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	6,3	16	3,2	3,2	7,4	1,0
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,6	0,4	0,9	1,1	2,7	1,0
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	1,41	0,42	4,0	5,0	4,9	14
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	44	43	42	39	39	40
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	4,0	1,2	11	14	14	40

8.10. Βανιλικό οξύ

Αναλύτης	Βανιλικό οξύ					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Δείγματα						
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	15	15	15	15	15	15
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	12	11	14	14	15	14
Μέση τιμή [mg/l]	0,2	0,2	1,5	0,8	2,4	2,7
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,03	0,04	0,03	0,10	0,13	0,21

Αναλύτης	Βανιλλικό οξύ					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	14,2	16,5	2,3	12,6	5,3	7,7
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,1	0,3	0,4	0,6
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,06	0,05	0,51	0,2	1,22	0,70
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	28	20	35	31	51	26
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,1	1,4	0,7	3,4	2,0

8.11. Συριγγικό οξύ:

Αναλύτης	Συριγγικό οξύ:					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Αριθμός εργαστηρίων που συμμετείχαν	16	15	16	16	16	16
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	16	15	15	15	16	15
Μέση τιμή [mg/l]	0,4	0,2	2,5	1,4	3,4	4,8
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,03	0,02	0,06	0,13	0,08	0,11
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	6,7	12,6	2,3	9,0	2,3	2,3
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,2	0,4	0,2	0,3
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,08	0,05	0,29	0,26	0,43	0,67
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	19	29	11	18	13	14
Όριο αναπαραγωγιμότητας R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,1	0,8	0,7	1,2	1,9

8.12. Σκοπολετίνη

Αναλύτης	Σκοπολετίνη					
	Ουίσκι	Μπράντι	Ρούμι	Κονιάκ 1	Bourbon	Κονιάκ 2
Δείγματα						
Αριθμός εργασιτηρίων που συμμετείχαν	10	10	10	10	10	10
Αριθμός αποτελεσμάτων που έγιναν δεκτά (εργαστήρια)	9	8	9	8	8	8
Μέση τιμή [mg/l]	0,09	0,04	0,11	0,04	0,65	0,15
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/L]	0,0024	0,0008	0,0018	0,0014	0,0054	0,0040
Σχετική τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, RSD_r [%]	2,6	2,2	1,6	3,3	0,8	2,7
Όριο επαναληψιμότητας r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,007	0,002	0,005	0,004	0,015	0,011
Τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r [mg/l]	0,01	0,01	0,03	0,01	0,09	0,02
Σχετική τυπική απόκλιση αναπαραγωγιμότητας, RSD_R [%]	15	16	23	17	15	15
Όριο αναπαραγωγιμότητας 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.».