

II

(Atti mhux leġislattivi)

REGOLAMENTI

REGOLAMENT TA' IMPLIMENTAZZJONI TAL-KUMMISSJONI (UE) 2016/635

tat-22 ta' April 2016

li jemenda l-Anness tar-Regolament (KE) Nru 2870/2000 rigward ċerti metodi ta' referenza għall-analiżi tal-ispiriti

IL-KUMMISSJONI EWROPEA,

Wara li kkunsidrat it-Trattat dwar il-Funzjonament tal-Unjoni Ewropea,

Wara li kkunsidrat ir-Regolament (KE) Nru 110/2008 tal-Parlament Ewropew u l-Kunsill tal-15 ta' Jannar 2008 dwar id-definizzjoni, id-deskrizzjoni, il-preżentazzjoni, l-ittikkettar u l-protezzjoni ta' indikazzjonijiet ġeografici, ta' xorb spirituz u li jhassar ir-Regolament tal-Kunsill (KEE) Nru 1576/89 ⁽¹⁾ u b'mod partikolari l-Artikolu 28(2) tiegħu,

Billi:

- (1) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KEE) Nru 2870/2000 ⁽²⁾ isemmi u jiddeskrivi l-metodi ta' referenza għall-analiżi tal-ispiriti. Madankollu, uhud mill-metodi elenkati fl-Anness ta' dak ir-Regolament, fosthom il-metodi biex tiġi ddeterminata l-aċidità volatili u z-zokkor totali fl-ispiriti, għadhom ma ġewx deskritti.
- (2) Il-metodi għad-determinazzjoni tal-aċidità volatili u z-zokkor totali f'ċerti spriti ġew soġġetti għal żewġ studji internazzjonali ta' validazzjoni li twettqu skont proċeduri miftiehma internazzjonalment u nstab li l-parametri tal-prestazzjoni analitika tagħhom huma aċċettabbli. L-istudji twettqu bħala parti minn proġett ta' riċerka skont il-Programm Qafas IV tal-Kummissjoni Ewropea (KE) għall-Istandards fil-Kejl u l-Ittestjar (SMT). Għaldaqstant, id-deskrizzjoni ta' dawk il-metodi għandha tiġi inkluża fl-Anness tar-Regolament (KE) Nru 2870/2000.
- (3) Ir-Regolament (KE) Nru 110/2008 jistabbilixxi r-rekwiżiti għal xi kategoriji ta' spiriti li jithallew jimmaturow fl-injam u jistipula li xi spiriti ohra jistgħu jithallew jimmaturow bl-istess mod. L-analiżi tal-komposti principali li jagħti l-injam tista' tkun ta' għajjnuna meta jiġu kkunsidrati jekk kampjun ikunx konsistenti mad-definizzjoni korrispondenti tal-kategorija rilevanti tal-ispiritu. L-Organizzazzjoni Internazzjonali tad-Dielja u l-Inbid (OIV) irrikonoxxiet metodu ta' analiżi għad-determinazzjoni ta' dawk il-komposti fir-Rizoluzzjoni tagħha OIV/OENO 382A/2009. Ir-rikonoxximent tal-metodu kien ibbażat fuq id-dejta miksuba minn studju internazzjonali tal-prestazzjoni analitika fuq spiriti differenti mwettaq skont proċeduri miftiehma internazzjonalment. Dan il-metodu u d-deskrizzjoni tiegħu għandhom għalhekk jiżdiedu mal-metodi ta' referenza tal-Unjoni għall-analiżi tal-ispiriti stabbiliti fl-Anness tar-Regolament (KE) Nru 2870/2000.
- (4) Għaldaqstant, ir-Regolament (KE) Nru 2870/2000 għandu jiġi emendat skont dan.
- (5) Il-miżuri previsti f'dan ir-Regolament huma konformi mal-opinjoni tal-Kumitat għall-Ispiriti,

⁽¹⁾ ĠU L 39, 13.2.2008, p. 16.

⁽²⁾ Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KE) Nru 2870/2000 tad-19 ta' Diċembru 2000 li jistabbilixxi l-metodi Komunitarji ta' referenza għall-analiżi tax-xorb spirituz (ĠU L 333, 29.12.2000, p. 20).

ADOTTAT DAN IR-REGOLAMENT:

Artikolu 1

L-Anness tar-Regolament (KE) Nru 2870/2000 huwa emendat skont l-Anness ta' dan ir-Regolament.

Artikolu 2

Dan ir-Regolament jidhol fis-seħh fit-tielet jum wara l-pubblikazzjoni tiegħu f'Il-Ġurnal Uffiċjali tal-Unjoni Ewropea.

Dan ir-Regolament jorbot fl-intier tiegħu u japplika direttament fl-Istati Membri kollha.

Magħmul fi Brussell, it-22 ta' April 2016.

Għall-Kummissjoni

Il-President

Jean-Claude JUNKER

ANNEX

L-Anness tar-Regolament (KE) Nru 2870/2000 huwa emendat kif ġej:

(1) Il-verreġ huwa emendat kif ġej:

(a) fil-punti III.3 u VIII, it-terminu “(p.m.)” jithassar;

(b) jizdied il-punt li ġej:

“X. Id-determinazzjoni tal-komposti tal-injam: furfural, 5-idrossimetilfurfural, 5-metilfurfural, vanillina, siringaldeid, koniferaldeid, sinapaldeid, aċidu galliku, aċidu ellaġiku, aċidu vanilliku, aċidu siringiku u skopoletina.”

(2) Fil-Kapitolu III tiżdied il-parti li ġejja:

“III.3. DETERMINAZZJONI TAL-AĊIDI VOLATILI TAL-ISPIRTI

1. **Kamp tal-applikazzjoni**

Il-metodu ġie vvalidat permezz ta' studju interlaboratorju għar-rum, il-brandý, il-marc u l-ispirti tal-frott, fl-livelli li jvarjaw minn 30 mg/l sa 641 mg/l.

2. **Referenzi Normattivi**

ISO 3696: 1987 Ilma għall-użu analitiku — Speċifikazzjonijiet u metodi tal-ittestjar.

3. **Definizzjonijiet**

3.1. L-aċidità volatili hija kkalkulata billi titnaqqas l-aċidità fissa mill-aċidità totali.

3.2. L-aċidità totali hija s-somma ta' aċiditajiet titrabbli.

3.3. L-aċidità fissa hija l-aċidità tar-residwu li jibqa' wara l-evaporazzjoni tal-ispirtu sa ma jinxef.

4. **Prinċipju**

L-aċidità totali u l-aċidità fissa huma ddeterminati permezz tat-titrazzjoni jew tal-potenzjometrija.

5. **Reaġenti u Materjali**

Matul l-analiżi, sakemm ma jiġix iddikjarat mod ieħor, uża biss reaġenti ta' grad analitiku rikonoxxut u ilma mill-inqas tal-grad 3 kif definit fl-ISO 3696:1987.

5.1. Soluzzjoni 0,01 M idrossidu tas-sodju (NaOH)

5.2. Soluzzjoni tal-indikatur imħallat:

Iżen 0,1 g ta' karminju indigo u 0,1 g ta' fenol ahmar.

Holl f'40 mL ilma u żid bl-etanol sa 100 mL.

6. **Apparat u Tagħmir**

Apparat tal-laboratorju indirett, oġġetti tal-ħġieg tal-kategorija A u dan li ġej:

6.1. Pompa tal-ilma

- 6.2. Evaporatur rotatorju jew banju ultrasoniku
- 6.3. Tagħmir għat-titrazzjoni potenzjometrika (fakultattiv)

7. It-tehid tal-kampjuni u l-kampjuni

Il-kampjuni jinħażnu f'temperatura tal-kamra qabel l-analiżi.

8. Proċedura

8.1. Aċidità totali

8.1.1. Preparazzjoni tal-kampjun

L-ispirtu jiġi irradjat bl-ultrasoniku (ultrasonikazzjoni) jew imħawwad għal żewġ minuti f'vakwu biex jinheles mid-dijossidu tal-karbonju jekk meħtieġ.

8.1.2. Titrazzjoni

B'pipetta iġbed 25 mL tal-ispirtu fi flask Erlenmeyer ta' 500 mL.

Żid madwar 200 mL ilma mgħolli, iddistillat u mkessah (imhejji frisk ta' kuljum) u 2-6 qatriet mis-soluzzjoni mhallta tal-indikatur (5.2).

Ittitra bis-soluzzjoni 0,01 M idrossidu tas-sodju (5.1) sakemm ikun hemm kambjament tal-kulur minn isfar fl-aħdar għal vjola fil-każ ta' spirti mingħajr kulur, u minn isfar fil-kannella għal kannella fl-aħmar fil-każ ta' spirtu ta' lewn kannella rispettivament.

It-titrazzjoni tista' titwettaq ukoll permezz ta' potenzjometrija, sa pH 7,5.

Niehdu n_1 mL bħala l-volum tas-soluzzjoni 0,01 M idrossidu tas-sodju miżjud.

8.1.3. Kalkolu

L-aċidità totali (AT) espressa f'milliekwivalenti għal kull L ta' spirtu hija ugwali għal $0,4 \times n_1$.

L-aċidità totali (AT') espressa f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L ta' spirtu hija ugwali għal $24 \times n_1$.

8.2. Aċidità fissa

8.2.1. Thejjiġa tal-kampjun

Evapora 25 mL tal-ispirtu sa ma jinxef:

B'pipetta iġbed 25 mL tal-ispirtu f'dixx ċilindriku tal-evaporazzjoni bil-qiegh ċatt b'dijametru ta' 55 mm. Matul l-ewwel siegħa ta' evaporazzjoni, poġġi d-dixx tal-evaporazzjoni fuq l-għatu ta' banjumarija biex il-likwidu ma jagħlix; jekk jagħli jintilef hafna minnu minhabba t-titjir.

Lesti t-tnixxif billi tqiegħed id-dixx tal-evaporazzjoni f'forn tat-tnixxif b'temperatura ta' 105 °C għal sagħtejn. Halli d-dixx tal-evaporazzjoni jiksah f'dessikatur.

8.2.2. Titrazzjoni

Holl ir-residwu li jibqa' wara l-evaporazzjoni b'ilma mgħolli, iddistillat u mkessah (imhejji frisk ta' kuljum) u žid sa ma l-volum ikun madwar 100 mL; u žid bejn 2 u 6 qatriet mis-soluzzjoni mhallta tal-indikatur (5.2).

Ittitra bis-soluzzjoni 0,01 M idrossidu tas-sodju (5.1).

It-titrazzjoni tista' titwettaq ukoll permezz ta' potenzjometrija, sa pH 7,5.

Meta n_2 mL ikun il-volum tas-soluzzjoni 0,01 M idrossidu tas-sodju miżjud.

8.2.3. Kalkolu

L-aċidità fissa (AF) espressa f'milliekwivalenti kull L ta' spirtu hija ugwali għal $0,4 \times n_2$.

L-aċidità fissa (AF) espressa f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L ta' spirtu hija ugwali għal $24 \times n_2$.

9. Kalkolu ta' aċidità volatili

9.1. Espressjoni f'milliekwivalenti għal kull L:

Niehdu:

AT = aċidità totali f'milliekwivalenti għal kull L

AF = aċidità fissa f'milliekwivalenti għal kull L

L-aċidità volatili, AV, f'milliekwivalenti għal kull L hija ugwali għal:

$$AT - AF$$

9.2. Espressjoni f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L:

Meta:

AT' = aċidità totali f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L

AF' = aċidità fissa f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L

L-aċidità volatili, AV, f'mg ta' aċidu aċetiku għal kull L hija ugwali għal:

$$AT' - AF'$$

9.3. Espressjoni fi g ta' aċidu aċetiku għal kull hl ta' alkohol 100 % vol pur hija ugwali għal: $\frac{TA' - FA'}{A} \times 10$

meta A hija l-qawwa alkoħolika skont il-volum tal-ispirtu.

10. Karatteristiċi tal-prestazzjoni analitika (Preċiżjoni)

10.1. Ir-riżultati statistiċi tat-test interlaboratorju

Din id-dejta nkisbet minn studju internazzjonali ta' prestazzjoni analitika mwettaq skont il-proċeduri miftiehma internazzjonalment [1] [2].

Sena tat-test interlaboratorju: 2000

Għadd ta' laboratorji 18

Għadd ta' kampjuni 6

Kampjuni	A	B	C	D	E	F
Ghadd ta' laboratorji wara l-eliminazzjoni tal-eċċezzjonijiet	16	18	18	14	18	18
Ghadd ta' eċċezzjonijiet (Laboratorji)	2			4		
Ghadd ta' riżultati aċċettati	32	36	36	28	36	36
Mean value ($\bar{x}$) [mg/L]	272* 241*	30	591* 641*	46	107	492
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/L]	8,0	3,6	15,0	3,7	6,7	8,5
Devjazzjoni standard relattiva ta' ripetibilità, RSD _r [%]	3,1	11,8	2,4	8,0	6,2	1,7
Limitu ta' ripetibilità r_r [mg/L]	23	10	42	10	19	24
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/L]	8,5	8,4	25,0	4,55	13,4	24,4
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD _R [%]	3,3	27,8	4,1	9,9	12,5	5,0
Limitu ta' riproducibilità, R [mg/L]	24	23	70	13	38	68

Tipi ta' kampjuni:

A Spirtu tal-ghajnbaqar; Livell maqsum *

B Rum I; duplikati ghomja

C Rum II; livell maqsum *

D Slivovitz; duplikati ghomja

E Brandy; duplikati ghomja

F Spirtu tal-Marc; duplikati ghomja

[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, 67 A-76 A".

(3) Jiddaħhal il-Kapitolu VIII li ġej:

"VIII. ZOKKOR TOTALI

1. Kamp tal-applikazzjoni

Il-metodu HPLC-RI jiġi applikat biex jiddetermina t-total ta' zokkor (espress bħala zokkor invertit) fl-ispirti, bl-esklużjoni ta' likuri li fihom il-bajd u l-prodotti tal-halib.

Il-metodu ġie vvalidat fi studju interlaboratorju għall-pastis, l-anizetta distillata, il-likur taċ-ċirasa, il-crème de (segwit bl-isem ta' frotta jew il-materja prima użata) u l-crème de cassis, fil-livelli li jvarjaw bejn 10,86 g/l sa 509,7 g/l. Madankollu, il-linearità tar-rispons tal-istrument ġiet ippruvata għall-medda tal-konċentrazzjoni 2,5 g/l sa 20,0 g/l.

Dan il-metodu mhuwiex maħsub biex jiddetermina l-livelli baxxi ta' zokkor.

2. Referenzi Normattivi

ISO 3696:1987 Ilma għall-użu analitiku — Speċifikazzjonijiet u metodi tal-ittestjar.

3. Prinċipju

Assaġġi ta' kromatografija likwida ta' prestazzjoni għolja tas-soluzzjonijiet taz-zokkor, biex jiġu determinati l-koncentrazzjonijiet tal-glukożju, tal-fruttożju, tas-sukrożju, tal-maltożju u tal-lattożju.

Dan il-metodu juża fażi stazzjonarja alkilammina u d-detezzjoni ta' rifrattometrija differenzjali u qed jingħata bħala eżempju. L-użu ta' reżini ta' skambju anjoniku bħala fażi stazzjonarja għandu jkun possibbli wkoll.

4. Reaġenti u Materjali

4.1. Glukożju (CAS 50-99-7), b'purezza tal-inqas 99 %.

4.2. Fruttożju (CAS 57-48-7), b'purezza tal-inqas 99 %.

4.3. Sukrożju (CAS 57-50-1), b'purezza tal-inqas 99 %.

4.4. Lattożju (CAS 5965-66-2), b'purezza tal-inqas 99 %.

4.5. Maltożju monoidrat (CAS 6363-53-7), b'purezza tal-inqas 99 %.

4.6. Aċetonitril pur (CAS 75-05-8) għall-analizi HPLC.

4.7. Ilma distillat jew demineralizzat, preferibbilment mikrofiltrat.

4.8. Solventi (eżempju)

Is-solvent tal-elwizzjoni huwa magħmul minn:

75 parti b'volum ta' aċetonitril (4.6),

25 parti b'volum ta' ilma distillat (4.7).

Għaddi l-elju minnu b'rata baxxa għal 5-10 minuti qabel jintuża biex ineħhi l-gass.

Jekk l-ilma użat ma jkunx gie mikrofiltrat, is-solvent għandu jiġi ffiltrat b'filter għas-solventi organiċi b'daqs tal-pori 0,45 µm jew inqas.

4.9. Etanol assolut (CAS 64-17-5).

4.10. Soluzzjoni ta' etanol (5 %, v/v).

4.11. Thejjija ta' soluzzjoni ewlenija standard (20 g/L)

Iżen 2 g minn kull zokkor li jrid jiġi analizzat (4.1. sa 4.5.), ittrasferihom mingħajr telf fi flask volumetrik ta' 100 mL. (NB 2.11 g ta' maltożju monoidrat huwa ekwivalenti għal 2 g ta' maltożju).

Aġġusta għal 100 mL b'5 % alkoħol (4.10), hawwad u aħžen f'madwar + 4 °C. Hejji soluzzjoni ewlenija għdida darba fil-gimgha.

4.12. Thejjija ta' soluzzjonijiet standard tax-xogħol (2,5, 5,0, 7,5, 10,0 u 20,0 g/L)

Iddilwa s-soluzzjoni ewlenija, 20 g/L, (4.11) bejn wieħed u iehor b'5 % vol. ta' soluzzjoni ta' alkoħol (4.10) biex tagħti hames standards ta' xogħol ta' 2,5, 5,0, 7,5, 10,0 u 20,0 g/L. Iffiltra b'filter b'daqs tal-pori 0,45 µm jew anqas (5.3).

5. **Apparat u Tagħmir**

5.1. Is-sistema HPLC tista' tikseb riżoluzzjoni bażi taz-zokkor kollu.

5.1.1. Il-kromatografija likwida ta' prestazzjoni għolja b'valv tal-injezzjoni b'sitt passaġġi mghammar b'loop ta' 10 µL jew kwalunkwe apparat iehor, kemm jekk awtomatiku jew manwali, għall-injezzjoni affidabbli tal-mikrovolumi.

5.1.2. Sistema ta' ppumpjar li tippermettilek tilhaq u żżomm rata ta' fluss kostanti jew ipprogrammata bi preċiżjoni kbira.

5.1.3. Rifrattometru differenzjali.

5.1.4. Integratur jew recorder komputazzjonali, li l-prestazzjoni tiegħu hija kompatibbli mal-bqija tas-sistema.

5.1.5. Prekolonna:

Huwa rrakkomandat li tinhemeż prekolonna adattata mal-kolonna analitika.

5.1.6. Kolonna (eżempju):

Materjal: azzar inossidabbli jew hġieg.

Dijametru Intern: 2-5 mm.

Tul: 100-250 mm (jiddependi mid-daqs tal-particelli ippakkjati), pereżempju, 250 mm jekk il-particelli għandhom dijametru ta' 5 µm.

Fażi stazzjonarja: gruppi funzjonali tal-alkilammina ibbondjati mas-siliċe, daqs massimu tal-particella 5 µm.

5.1.7. Kundizzjonijiet tal-kromatografija (eżempju):

Solvent tal-elwizzjoni (4,8), rata ta' fluss: 1 mL/minuta.

Detezzjoni: Rifrattometrija differenzjali.

Biex jiġi żgurat li d-detekter ikun perfettament stabbli, għandu jinxtegħel f'it sigħat qabel l-użu. Iċ-ċellola ta' referenza trid timtela bis-solvent ta' elwizzjoni.

5.2. Bilanċ analitiku preċiż sa 0,1 mg.

5.3. Apparat għall-filtrazzjoni għal volumi żgħar bl-użu ta' mikromembrana 0,45 µm.

6. **Hażna tal-kampjuni**

Meta jaslu, il-kampjuni jinħażnu f'temperatura tal-kamra qabel l-analiżi.

7. **Proċedura**

7.1. PARTI A: Thejjija tal-Kampjun

7.1.1. Hawwad il-kampjun.

7.1.2. Iffiltra l-kampjun minn go filtru b'daqs tal-pori 0,45 µm jew inqas (5.3).

7.2. PARTI B: HPLC

7.2.1. Determinazzjoni

Injetta 10 µL tas-soluzzjoni standard (4.12.) u l-kampjuni (7.1.2.). Aghmel l-analiżi skont il-kundizzjonijiet adattati tal-kromatografija, pereżempju dawk deskritti hawn fuq.

- 7.2.2. Jekk xi massimu ta' kampjun ikollu erja (jew għoli) akbar mill-oghla livell korrispondenti fl-aktar standard ikkoncentrat, il-kampjun għandu jiġi dilwit bl-ilma ddistillat u analizzat mill-ġdid.

8. Kalkolu

Qabbel iż-żewġ kromatogrami miksuba mis-soluzzjoni standard u l-ispirtu. Identifika l-qċaċet permezz tal-hinijiet tagħhom ta' retenzjoni. Kejjel l-erjas (jew l-għoli) tagħhom biex tikkalkula l-koncentrazzjonijiet permezz tal-metodu standard estern. Qis kull dilwizzjoni magħmula fuq il-kampjun.

Ir-rizultat finali huwa s-somma ta' sukrożju, maltożju, lattożju, glukożju u fruttożju, espressa bħala zokkor invertit fi g/L.

Iz-zokkor invertit huwa kkalkulat bħala s-somma tal-monosakkaridi u d-disakkaridi bi proprjetajiet ta' riduzzjoni kollha preżenti, flimkien mal-ammont stojkjometriku ta' glukożju u fruttożju ikkalkulat mis-sukrożju preżenti.

$$\text{Zokkor invertit (g/L)} = \text{glukożju (g/L)} + \text{fruttożju (g/L)} + \text{maltożju (g/L)} + \text{lattożju (g/L)} + (\text{sukrożju (g/L)} \times 1,05)$$

$$1,05 = (\text{Piż Molekulari ta' fruttożju} + \text{Piż Molekulari ta' glukożju}) / \text{Piż Molekulari ta' sukrożju}$$

9. Karatteristiċi tal-prestazzjoni analitika (Preċiżjoni)

9.1. Ir-rizultati statistiċi tat-test interlaboratorju

Din id-dejta nkisbet minn studju internazzjonali ta' prestazzjoni analitika mwettaq skont il-proċeduri miftiehma internazzjonalment [1] [2].

Sena tat-test interlaboratorju 2000

Għadd ta' laboratorji 24

Għadd ta' kampjuni 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, 67 A-76 A.

Tabella 1

Fruttożju, Glukożju, Maltożju

Analita	Fruttożju		Glukożju			Maltożju	
Kampjuni (× 2)	Crème de Cassis	Standard (50 g/l)	Spiriti bit-toghma tal-anizetta	Crème de Cassis	Standard (50 g/l)	Spiriti bit-toghma tal-anizetta	Standard (10 g/l)
Valur medju [g/l]	92,78	50,61	15,62	93,16	50,06	15,81	9,32
Għadd ta' Laboratorji min-ghajr eċċezzjonijiet	21	22	21	23	19	21	22
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s _r [g/l]	2,34	2,12	0,43	3,47	1,01	0,48	0,54

Analita	Fruttożju		Glukożju			Maltożju	
Kampjuni (× 2)	Crème de Cassis	Standard (50 g/l)	Spiriti bit-toghma tal-anizetta	Crème de Cassis	Standard (50 g/l)	Spiriti bit-toghma tal-anizetta	Standard (10 g/l)
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD _r [%]	2,53	4,2	2,76	3,72	2,03	3,02	5,77
Limitu ta' ripetibilità, r [g/l] (r = 2,8 × s _r)	6,56	5,95	1,21	9,71	2,84	1,34	1,51
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s _R [g/l]	7,72	3,13	0,84	9,99	2,7	0,88	1,4
Devjazzjoni standard relat-tiva ta' riproducibilità, RSD _R [%]	8,32	6,18	5,37	10,72	5,4	5,54	15,06
Limitu ta' riproducibilità, R [g/l] (R = 2,8 × s _R)	21,62	8,76	2,35	27,97	7,57	2,45	3,93

Tabella 2

Sukrożju

Analita	Sukrożju					
Kampjuni	Pastis	Ouzo	Likur tač-čirasa	Crème de Menthe	Crème de Cassis	Standard (100 g/l)
Valur medju [g/l]	10,83	29,2 19,7 (*)	103,33	349,96	319,84	99,83
Għadd ta' Laboratorji min-ghajr eččezzonijiet	19	19	20	18	18	18
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s _r [g/l]	0,09	0,75	2,17	5,99	4,31	1,25
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD _r [%]	0,81	3,07	2,1	1,71	1,35	1,25
Limitu ta' ripetibilità, r [g/l] (r = 2,8 × s _r)	0,25	2,1	6,07	16,76	12,06	3,49
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s _R [g/l]	0,79	0,92	4,18	9,94	16,11	4,63
Devjazzjoni standard relat-tiva ta' riproducibilità, RSD _R [%]	7,31	3,76	4,05	2,84	5,04	4,64
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] (R = 2,8 × s _R)	2,22	2,57	11,7	27,84	45,12	12,97

(*) livell maqsum

Tabella 3

Total ta' Zokkor

(Nota: din id-dejta giet ikkalkulata ghat-total ta' zokkor, mhux zokkor invert kif definit fit-Taqsima 8 aktar 'il fuq).

Kampjuni	Pastis	Ouzo	Spiriti bit-toġhma tal-anizetta	Likur taċ-ċirasa	Crème de Menthe	Crème de Cassis	Standard (220 g/l)
Valur medju [g/l]	10,86	29,2 19,7 (*)	31,59	103,33	349,73	509,69	218,78
Għadd ta' Laboratorji min-ghajr eċċezzjonijiet	20	19	20	20	18	18	19
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [g/l]	0,13	0,75	0,77	2,17	5,89	5,59	2,71
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	1,16	3,07	2,45	2,1	1,69	1,1	1,24
Limitu ta' ripetibilità, r [g/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,35	2,1	2,17	6,07	16,5	15,65	7,59
Devjazzjoni standard ta' riproduttibilità s_R [g/l]	0,79	0,92	1,51	4,18	9,98	14,81	8,53
Devjazzjoni standard relat-tiva ta' riproduttibilità, RSD_R [%]	7,25	3,76	4,79	4,04	2,85	2,91	3,9
Limitu ta' riproduttjoni R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	2,21	2,57	4,24	11,7	27,94	41,48	23,89

(*) livell maqsum

(4) Jiżdied dan il-Kapitolu X:

"X. **DETERMINAZZJONI TAL-KOMPOSTI TAL-INJAM LI ĠEJJIN FL-ISPIRTI PERMEZZ TA' KROMATOGRAFIJA LIKWIDA BI PRESTAZZJONI GĦOLJA (HPLC): FURFURAL, 5-IDROSSIMETILFURFURAL, 5-METILFURFURAL, VANILLINA, SIRINGALDEID, KONIFERALDEID, SINAPALDEID, AĊIDU GALLIKU, AĊIDU ELLAGIKU, AĊIDU VANILLIKU, AĊIDU SIRINGIKU U SKOPOLETINA**

1. **Kamp tal-applikazzjoni**

Il-metodu qiegħed biex jiddetermina s-sustanzi li ġejjin: furfural, 5-idrossimetilfurfural, 5-metilfurfural, vanillina, siringaldeid, koniferaldeid, sinapaldeid, aċidu galliku, aċidu ellagiku, aċidu vanilliku, aċidu siringiku u skopoletina, permezz ta' kromatografija likwida bi prestazzjoni għolja.

2. **Referenzi normattivi**

Il-metodu analitiku rikonoxxut mill-Assemblea Ġenerali tal-Organizzazzjoni Internazzjonali tad-Dielja u l-Inbid (OIV) u ppubblikat mill-OIV bir-referenza OIV-MA-BS-16: R2009.

3. **Prinċipju**

Id-determinazzjoni bil-kromatografija likwida bi prestazzjoni għolja (HPLC), b'detezzjoni permezz ta' spettrofotometrija ultravjola b'tul ta' mewġ differenti u permezz ta' spettrofluorimetrija.

4. Reaġenti

Ir-reaġenti kollha jridu jkunu ta' kwalità analitika. L-ilma użat irid ikun ilma distillat jew ilma b'tal-anqas purità ekwivalenti. Preferibbilment jintuża ilma mikrofiltrat b'qawwa ta' rezistenza ta' 18,2 M Ω.cm.

4.1. 96 % vol. ta' alkohol.

4.2. Metanol bi kwalità għall-HPLC (Solvent B).

4.3. Aċidu aċetiku dilwit għal 0,5 % vol. (Solvent A).

4.4. Fażijiet mobbli: (mogħti biss bħala eżempju)

Solvent A (0,5 % aċidu aċetiku) u solvent B (metanol pur). Iffiltra minn membrana (b'porożità ta' 0,45 µm). Nehħi l-gass f'banju ultrasoniku, jekk ikun meħtieġ.

4.5. Standards ta' referenza ta' 99 % purità minima: furfural, 5-idrossimetil furfural, 5-metilfurfural, vanillina, siringaldeid, koniferaldeid, sinapaldeid, aċidu galliku, aċidu ellagiku, aċidu vanilliku, aċidu siringiku u skopoletina.

4.6. Soluzzjoni ta' referenza: is-sustanzi standard mahlula f'soluzzjoni ta' 50 % vol. soluzzjoni ta' alkohol milwiema. Il-konċentrazzjonijiet finali fis-soluzzjoni ta' referenza għandhom ikunu fl-ordni ta':

furfural: 5 mg/L; 5-idrossimetil furfural: 10 mg/L; 5-metilfurfural 2 mg/L; vanillina: 5 mg/L; siringaldeid: 10 mg/L; koniferaldeid: 5 mg/L; sinapaldeid: 5 mg/L; aċidu galliku: 10 mg/L; aċidu ellagiku: 10 mg/L; aċidu vanilliku: 5 mg/L; aċidu siringiku: 5 mg/L; skopoletina: 0,5 mg/L.

5. Tagħmir

Apparat standard tal-laboratorju

5.1. Kromatografija likwida bi prestazzjoni għolja li tista' taħdem f'modalità ta' gradient binarju u mġammra bi:

5.1.1. Ditekteur spettrofotometriku li jista' jkejjel tul ta' mewġ bejn 260 u 340 nm. Madankollu, preferibbilment ikun jaħdem b'ditekteur ta' tul ta' mewġ multiplu b'arranġament dijodu jew simili, biex jikkonferma l-purità tal-qċaċet.

5.1.2. Ditektur spettrofloworimetriku — tul ta' mewġ ta' eċċitament: 354 nm, tul ta' mewġ ta' emissjoni: 446 nm (għad-determinazzjoni ta' traċċi ta' skopoletina; li huwa wkoll osservabbli f'313 nm bl-ispettrofotometrija).

5.1.3. Apparat ta' injezzjoni li jista' jintroduċi 10 jew 20 µl (pereżempju) tal-kampjun tat-test.

5.1.4. Kolonna ta' kromatografika likwida bi prestazzjoni għolja, tip RP C18, daqs massimu tal-partiċella 5 µm.

5.2. Siringi għal HPLC.

5.3. Apparat għall-filtrazzjoni b'membrana ta' volumi żgħar.

5.4. Kompjuter-integratur jew rekorder bi prestazzjoni kompatibbli mal-apparat kollu, u b'mod partikolari, għandu jkollu diversi kanali ta' akkwist.

6. Proċedura

6.1. Thejjija tas-soluzzjoni li għandha tiġi injettata

Is-soluzzjoni ta' referenza u l-ispiritu huma ffiltrati, jekk ikun meħtieġ, permezz ta' membrana b'dijametru massimu tal-pori ta' 0,45 µm.

- 6.2. Kundizzjonijiet tat-tħaddim kromatografiku: aghmel l-analizi f'temperatura ambjentali permezz tat-tagħmir deskritt f'(5.1) u bl-użu tal-fażijiet mobbli f'(4.4) bi fluss ta' madwar 0,6 ml kull minuta b'segwiment tal-gradjent ta' hawn taht (mogħti biss bħala eżempju)

Hin: 0 min 50 min 70 min 90 min

Solvent A (aċidu-ilma): 100 % 60 % 100 % 100 %

solvent B (metanol): 0 % 40 % 0 % 0 %

Innota li f'ċerti każijiet dan il-gradjent għandu jiġi modifikat biex tevita l-koelwizzjoni.

- 6.3. Determinazzjoni

- 6.3.1. Injetta l-istandards ta' referenza separatament, imbagħad imħallta.

Adatta l-kundizzjonijiet operattivi biex il-fatturi tar-riżoluzzjoni tal-qċaċet tal-komponenti kollha jkunu tal-anqas 1.

- 6.3.2. Injetta l-kampjun kif imhejji fil-6.1.

- 6.3.3. Kejjel iż-żona tal-qċaċet fis-soluzzjoni ta' referenza u fl-ispirtu u kkalkula l-koncentrazzjonijiet.

7. Preżentazzjoni tar-riżultati

Ippreżenta l-koncentrazzjoni ta' kull kostitwent f'mg/l.

8. Karatteristiċi tal-prestazzjoni tal-metodu (preċiżjoni)

Din id-dejta nkisbet minn studju internazzjonali ta' prestazzjoni analitika mwettaq skont il-proċeduri miftiehma internazzjonalment [1], [2].

8.1. Furfural

Analita	Furfural					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Għadd ta' laboratorji parteċipanti	15	15	15	15	15	15
Għadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	14	12	13	14	13	13
Valur medju [mg/l]	2,9	1,2	1,7	10,6	15,3	13,9
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,04	0,05	0,04	0,18	0,23	0,20
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD _r [%]	1,4	4,5	2,3	1,7	1,5	1,5

Analita	Furfural					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,2	0,1	0,5	0,6	0,6
Devjazzjoni standard ta' ri- produċibilità, s_R [mg/l]	0,24	0,18	0,09	1,4	0,49	0,69
Devjazzjoni standard relat- tiva ta' riprodubbilità, RSD_R [%]	8	15	5	13	3	5
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,7	0,5	0,3	3,8	1,4	1,9

8.2. 5-idrossimetilfurfural

Analita	5-idrossimetilfurfural					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteci- panti	16	16	16	16	16	16
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	14	14	14	14	14	14
Valur medju [mg/l]	5,0	11,1	9,4	33,7	5,8	17,5
Devjazzjoni standard ta' ri- petibilità, s_r [mg/l]	0,09	0,09	0,09	0,42	0,07	0,13
Devjazzjoni standard ta' ri- petibilità, RSD_r [%]	1,7	0,8	1,0	1,3	1,2	0,8
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,2	0,3	0,3	1,2	0,2	0,4
Devjazzjoni standard ta' ri- produċibilità, s_R [mg/l]	0,39	1,01	0,50	4,5	0,4	1,6
Devjazzjoni standard relat- tiva ta' riprodubbilità, RSD_R [%]	8	9	5	13	7	9
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	1,1	2,8	1,4	12,5	1,1	4,6

8.3. 5-Metilfurfural

Analita	5-Metilfurfural					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteċipanti	11	11	11	11	11	11
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	11	11	8	11	10	11
Valur medju [mg/l]	0,1	0,2	0,1	0,5	1,7	0,8
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,01	0,01	0,02	0,02	0,03	0,07
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	10,7	6,1	13,6	4,7	2,0	10,0
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,03	0,04	0,03	0,18	0,20	0,26
Devjazzjoni standard relat-tiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	35	18	22	39	12	35
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,1	0,1	0,1	0,5	0,6	0,7

8.4. Vanillina

Analita	Vanillina					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteċipanti	16	15	16	16	16	16
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	16	15	16	16	16	16
Valur medju [mg/l]	0,5	0,2	1,2	1,2	3,2	3,9
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,03	0,02	0,06	0,11	0,11	0,09

Analita	Vanillina					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	6,8	9,6	4,6	8,9	3,5	2,3
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,2	0,3	0,3	0,3
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,09	0,06	0,18	0,27	0,41	0,62
Devjazzjoni standard relat-tiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	19	25	15	22	13	16
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,3	0,2	0,5	0,8	1,2	1,7

8.5. Siringaldeid

Analita	Siringaldeid					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteċipanti	16	15	16	16	16	16
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	13	13	13	12	14	13
Valur medju [mg/l]	1,0	0,2	4,8	3,2	10,5	9,7
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,03	0,02	0,04	0,08	0,10	0,09
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	2,6	8,1	0,8	2,6	0,9	0,9
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,1	0,2	0,3	0,3
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,08	0,07	0,23	0,19	0,39	0,43
Devjazzjoni standard relat-tiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	8	33	5	6	4	4
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,2	0,7	0,5	1,1	1,2

8.6. Koniferaldeid

Analita	Koniferaldeid					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteċipanti	13	12	13	12	13	13
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	12	12	13	12	13	13
Valur medju [mg/l]	0,2	0,2	0,6	0,8	4,6	1,3
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,02	0,02	0,03	0,03	0,09	0,06
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	9,2	9,8	4,6	4,3	1,9	4,5
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,04	0,04	0,07	0,09	0,24	0,16
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,04	0,04	0,11	0,18	0,38	0,25
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	23	27	21	23	8	19
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,1	0,1	0,3	0,5	1,1	0,7

8.7. Sinapaldeid

Analita	Sinapaldeid					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteċipanti	14	14	14	14	15	14
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	14	13	12	13	13	12
Valur medju [mg/l]	0,3	0,2	0,2	1,6	8,3	0,3
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,02	0,01	0,02	0,06	0,14	0,03

Analita	Sinapaldeid					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	7,5	4,6	11,2	3,7	1,6	11,4
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,06	0,03	0,06	0,17	0,38	0,08
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,09	0,05	0,08	0,20	0,81	0,18
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	31	27	46	13	10	73
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,2	0,2	0,6	2,3	0,5

8.8. aċidu galliku

Analita	Aċidu galliku					
Kampjun	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteċipanti	16	15	16	16	16	16
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	15	14	16	16	16	16
Valur medju [mg/l]	1,2	0,4	2,0	6,1	7,3	21,8
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,07	0,04	0,06	0,18	0,18	0,60
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	6,1	8,1	2,9	3,0	2,4	2,8
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,2	0,1	0,2	0,5	0,5	1,7
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,43	0,20	0,62	3,3	2,2	7,7
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	36	47	31	53	30	35
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	1,2	0,6	1,7	9,1	6,2	21,7

8.9. Aċidu ellagiku

Analita	Aċidu ellagiku					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteċipanti	7	7	7	7	7	7
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	7	7	7	7	7	6
Valur medju [mg/l]	3,2	1,0	9,5	13	13	36
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,20	0,16	0,30	0,41	0,95	0,34
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	6,3	16	3,2	3,2	7,4	1,0
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,6	0,4	0,9	1,1	2,7	1,0
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	1,41	0,42	4,0	5,0	4,9	14
Devjazzjoni standard relat-tiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	44	43	42	39	39	40
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	4,0	1,2	11	14	14	40

8.10. Aċidu vanilliku

Analita	Aċidu vanilliku					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteċipanti	15	15	15	15	15	15
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	12	11	14	14	15	14
Valur medju [mg/l]	0,2	0,2	1,5	0,8	2,4	2,7
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,03	0,04	0,03	0,10	0,13	0,21

Analita	Aċidu vanilliku					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	14,2	16,5	2,3	12,6	5,3	7,7
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,1	0,3	0,4	0,6
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,06	0,05	0,51	0,2	1,22	0,70
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	28	20	35	31	51	26
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,1	1,4	0,7	3,4	2,0

8.11. Aċidu siringiku

Analita	Aċidu siringiku					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteċipanti	16	15	16	16	16	16
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	16	15	15	15	16	15
Valur medju [mg/l]	0,4	0,2	2,5	1,4	3,4	4,8
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,03	0,02	0,06	0,13	0,08	0,11
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	6,7	12,6	2,3	9,0	2,3	2,3
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,1	0,1	0,2	0,4	0,2	0,3
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,08	0,05	0,29	0,26	0,43	0,67
Devjazzjoni standard relattiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	19	29	11	18	13	14
Limitu ta' riproduzzjoni, R [g/l] ($R = 2,8 \times s_R$)	0,2	0,1	0,8	0,7	1,2	1,9

8.12. Skopoletina

Analita	Skopoletina					
Kampjuni	Whisky	Brandy	Rum	Cognac 1	Bourbon	Cognac 2
Ghadd ta' laboratorji parteċipanti	10	10	10	10	10	10
Ghadd ta' riżultati aċċettati (laboratorji)	9	8	9	8	8	8
Valur medju [mg/l]	0,09	0,04	0,11	0,04	0,65	0,15
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, s_r [mg/l]	0,0024	0,0008	0,0018	0,0014	0,0054	0,0040
Devjazzjoni standard ta' ripetibilità, RSD_r [%]	2,6	2,2	1,6	3,3	0,8	2,7
Limitu ta' ripetibilità, r [mg/l] ($r = 2,8 \times s_r$)	0,007	0,002	0,005	0,004	0,015	0,011
Devjazzjoni standard ta' riproducibilità, s_R [mg/l]	0,01	0,01	0,03	0,01	0,09	0,02
Devjazzjoni standard relat-tiva ta' riproducibilità, RSD_R [%]	15	16	23	17	15	15
Limitu ta' riproduzzjoni, 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, 67 A-76 A."