

KOMMISSIONENS FÖRORDNING (EG) nr 2870/2000
av den 19 december 2000
om fastställande av gemenskapens referensmetoder för analys av spritdrycker

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR
ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen,

med beaktande av rådets förordning (EEG) nr 1576/89 av den 29 maj 1989 om allmänna bestämmelser för definition, beskrivning och presentation av spritdrycker⁽¹⁾, senast ändrad genom Anslutningsakten för Österrike, Finland och Sverige, särskilt artikel 4.8 i denna, och

av följande skäl:

- (1) I artikel 4.8 i förordning (EEG) nr 1576/89 föreskrivs att metoder skall antas för analys av spritdrycker. Vid alla officiella kontroller och vid eventuella tvister bör referensmetoder användas för att säkerställa efterlevnaden av förordning (EEG) nr 1576/89 och kommissionens förordning (EEG) nr 1014/90 av den 24 april 1990 om närmare tillämpningsföreskrifter för definition, beskrivning och presentation av spritdrycker⁽²⁾, senast ändrad genom förordning (EG) nr 2140/98⁽³⁾.
- (2) Så långt det är möjligt bör de analytiska referensmetoder som antas för gemenskapen vara allmänt vedertagna.
- (3) För att ta hänsyn till vetenskapliga framsteg och till det faktum att officiella laboratorier kan ha olika utrustning bör det vara tillåtet att, på laboratoriechefens ansvar, använda metoder som grundar sig på andra principer för mätning än de referensmetoder som beskrivs i bilagan till denna förordning, förutsatt att dessa metoder ger godtagbara resultat och uppfyller de krav som anges i bilagan till rådets direktiv 85/591/EEG av den 20 december 1985 om införande av provtagnings- och analysmetoder vid kontroll av livsmedel inom gemenskapen⁽⁴⁾ samt på villkor att det kan visas att variationerna i de erhållna resultatens noggrannhet, repeterbarhet och reproducerbarhet faller inom intervallet för resultaten från de referensmetoder som beskrivs i den här förordningen. Om detta villkor är uppfyllt bör det vara tillåtet att använda andra analysmetoder. Det bör dock klart framgå att det i fall av tvister inte skall vara tillåtet att använda andra metoder än referensmetoderna.

- (4) De åtgärder som föreskrivs i denna förordning är förenliga med yttrandet från Kommittén för genomförande av regler om spritdrycker.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Gemenskapens referensmetoder för analys av spritdrycker skall — vid officiella kontroller, eller — då tvister uppstår,

enligt bestämmelserna i förordning (EEG) nr 1576/89 och förordning (EEG) nr 1014/90 vara de som anges i bilagan till den här förordningen.

Artikel 2

Genom undantag från artikel 1, första strecksatsen skall andra analysmetoder tillåtas, på laboratoriechefens ansvar och på villkor att metodernas tillförlitlighet och noggrannhet (reperterbarhet och reproducerbarhet) är åtminstone likvärdiga med dessa egenskaper hos de referensanalysmetoder av samma slag som anges i bilagan.

Artikel 3

Om inga referensanalysmetoder för gemenskapen har fastställts för påvisande och kvantifiering av ämnen i en viss spritdryck, skall följande metoder användas:

- a) Analysmetoder som har godkänts enligt internationellt erkända förfaranden och som uppfyller kraven i bilagan till direktiv 85/591/EEG.
- b) Analysmetoder som följer de standarder som rekommenderas av Internationella standardiseringsorganisationen (ISO).
- c) Analysmetoder som godkänts och offentliggjorts av Internationella vinkontorets (OIV:s) generalförsamling.
- d) I avsaknad av de metoder som anges i a, b och c skall någon av följande metoder användas, förutsatt att metoden i fråga uppfyller kraven på tillförlitlighet, repeterbarhet och reproducerbarhet.

— En analysmetod som godkänts av den berörda medlemsstaten.

— Om nödvändigt, en annan lämplig metod.

⁽¹⁾ EGT L 160, 12.6.1989, s. 1.

⁽²⁾ EGT L 105, 25.4.1990, s. 9.

⁽³⁾ EGT L 270, 7.10.1998, s. 9.

⁽⁴⁾ EGT L 372, 31.12.1985, s. 50.

Artikel 4

I denna förordning avses med

- a) *repetierbarhetsgräns*: kravet på repeterbarhet är uppfyllt då den absoluta skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts med kort mellanrum av en och samma person på samma laboratorium och med samma utrustning inte överstiger repeterbarhetsgränsen i mer än 5 % av fallen {ISO 3534-1}.
- b) *reproducerbarhetsgräns*: kravet på reproducerbarhet är uppfyllt då den absoluta skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts av olika personer på olika labora-

torier och med olika utrustning inte överstiger reproducerbarhetsgränsen i mer än 5 % av fallen {ISO 3534-1}.

- c) *tillförlitlighet*: ett mått på hur mycket ett testresultat avviker från det gällande referensvärdet {ISO 3534-1}.

Artikel 5

Denna förordning träder i kraft den sjunde dagen efter det att den har offentliggjorts i *Europeiska gemenskapernas officiella tidning*.

Den skall tillämpas från och med den 1 januari 2001.

Denna förordning är till alla delar bindande och direkt tillämplig i alla medlemsstater.

Utfärdad i Bryssel den 19 december 2000.

På kommissionens vägnar

Franz FISCHLER

Ledamot av kommissionen

BILAGA

BESKRIVNING AV ANALYTISKA REFERENSMETODER FÖR:

- I. Bestämning av alkoholhalten (volymprocent)
Bilaga I: Beredning av destillat
Bilaga II: Mätning av destillatets densitet
 - Metod A = pyknometri
 - Metod B = elektronisk densitetsmätning
 - Metod C = densitetsmätning med hydrostatisk våg
 - II. Bestämning av total torrsubstanshalt genom gravimetri
 - III. Bestämning av flyktiga ämnen och metanol
 - III.1 Allmänt
 - III.2 Flyktiga kongener: aldehyder, högre alkoholer, etylacetat och metanol (gaskromatografi)
 - III.3 Flyktig syra p.m.
 - IV. Vätecyanid p.m.
 - V. Anetol p.m.
 - VI. Glycyrrhizinsyra p.m.
 - VII. Chalkon p.m.
 - VIII. Total sockerhalt p.m.
 - IX. Äggula p.m.
-

I. BESTÄMNING AV ALKOHOLHALTEN (VOLYMPROCENT) I SPRITDRYCKER

Inledning

Referensmetoden beskrivs i följande två bilagor:

Bilaga I: Beredning av destillat

Bilaga II: Mätning av destillatets densitet

1. Tillämpningsområde

Metoden avser bestämning av verklig alkoholhalt (volymprocent) i spritdrycker.

2. Referenser

ISO 3696:1987: Water for analytical laboratory use – Specifications and test methods.

3. Termer och definitioner**3.1 Referenstemperatur:**

Referenstemperaturen vid bestämning av alkoholhalt (volymprocent), densitet samt specifik vikt för spritdrycker är 20 °C.

Anmärkning 1: Begreppet "vid t °C" används vid alla bestämningar (av densitet eller alkoholhalt i volymprocent) och alla temperaturer utom referenstemperaturen 20 °C.

3.2 Densitet:

En spritdrycks densitet definieras som massan per volymenhet i vakuum vid 20 °C. Den uttrycks i kg/m³ och betecknas $\rho_{20\text{ °C}}$ eller ρ_{20} .

3.3 Specifik vikt:

Med specifik vikt avses förhållandet, uttryckt som ett decimalbråk, mellan densiteten hos en spritdryck vid 20 °C och densiteten av vatten vid samma temperatur. Som beteckning används någon av symbolerna $d_{20\text{ °C}/20\text{ °C}}$, $d_{20/20}$, eller – om det inte finns någon risk för förväxling – bara d. Angivelsen på analysintyget av vilka parametrar som mätts skall endast göras med de symboler som definieras ovan.

Anmärkning 2: Det är möjligt att beräkna den specifika vikten från densiteten ρ_{20} vid 20 °C:

$$\rho_{20} = 998,203 \times d_{20/20} \text{ eller } d_{20/20} = \rho_{20}/998,203$$

där 998,203 är vattnets densitet vid 20 °C.

3.4 Verklig alkoholhalt i volymprocent

En spritdrycks verkliga alkoholhalt i volymprocent motsvarar antalet liter etylalkohol i 100 l av en vatten/alkohol-blandning med samma densitet som alkoholen eller spriten efter destillering. Referensvärdena för alkoholhalt i volymprocent (vol-%) vid 20 °C i förhållande till densiteten vid 20 °C för de olika vatten/alkohol-blandningar som skall användas framgår av den internationellt använda tabell som fastställts i Rekommendation nr 22 från Internationella organisationen för legal metrologi.

Det allmänna sambandet mellan alkoholhalt i volymprocent och densitet hos en vatten/alkohol-blandning vid en given temperatur anges på sidan 40 i kapitel 3 "Alkoholhalt i volymprocent" i bilagan till förordning (EEG) nr 2676/90 (EGT L 272, 3.10.1990, s. 1) eller i OIV:s handbok med analysmetoder (1994) (s. 17).

Anmärkning 3: Det är mycket svårt att göra en korrekt bestämning av volymen för vissa likörer och "crèmes". I dessa fall skall provet vägas och alkoholhalten först beräknas utifrån massan.

Omvandlingsformel:

$$\text{alkoholhalt (vol-\%)} = \frac{\text{ASM (mass-\%)} \times \rho_{20} (\text{prov})}{\rho_{20} (\text{alkohol})}$$

där ASM = alkoholhalten i massprocent,

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

4. Princip

Destillatets alkoholhalt i volymprocent bestäms genom pyknometri, elektronisk densitetsmätning eller densitetsmätning med hydrostatisk våg.

BILAGA I: BEREDNING AV DESTILLAT

1. Omfattning

Metoden omfattar beredning av destillat som skall användas för att bestämma den verkliga alkoholhalten (volymprocent) i spritdrycker.

2. Princip

Spriten destilleras för att separera etylalkohol och andra flyktiga ämnen från icke-flyktiga beståndsdelar.

3. Reagens och material

3.1 Kokstenar.

3.2 Antiskumningsmedel i koncentrerad form (för likörer av typen "crèmes").

4. Utrustning

Vanlig laboratorietrustning, och särskilt följande:

4.1 Vattenbad med termostat för temperaturintervallet 10–15 °C.

Vattenbad med termostat för temperaturen 20 °C ($\pm 0,2$ °C).

4.2 Mätkolvar av klass A, 100 och 200 ml, kalibrerade till en noggrannhet av $\pm 0,1$ % respektive 0,15 %.

4.3 Destillationsapparat:

4.3.1 Allmänna krav.

Den destillationsapparat som skall användas skall uppfylla följande krav:

- Antalet skarvar skall inte överstiga det minsta antal som krävs för att systemet skall vara tätt.
- Användning av en anordning för att förhindra skumbildning (genom att ångan för med sig kokande vätska) och för att jämna ut destillationshastigheten hos spritdrycker med hög alkoholhalt.
- Snabb och fullständig kondensering av alkoholångan.
- De första destillationsfraktionerna skall samlas upp i en vattenlösning.

Värmekällan skall vara försedd med en ändamålsenlig värmefördelare för att förhindra pyrogena reaktioner i de icke-flyktiga kemiska ämnena.

4.3.2 Ett exempel på en användbar destillationsapparat visas i figur 1. Den omfattar följande delar:

- Rundkolv, 1 liter, med slipad hals av standardtyp.
- Rektifieringskolonn med en höjd på minst 20 cm (t.ex. en Vigreuxkolonn).
- Knärör försett med en cirka 10 cm West-kylare med rak kant. Röret skall anslutas vertikalt.
- Kylslinga, 40 cm.
- Utdraget rör genom vilket destillatet förs ned i ett graderat uppsamlingskärl som innehåller en mindre mängd vatten.

Anmärkning: Den apparat som beskrivs ovan skall användas för provmängder på minst 200 ml. Apparaten kan dock anpassas för mindre provvolym genom att en mindre destillationskolv används. Detta förutsätter att apparaten är utrustad med ett stänkskydd eller annan anordning för att förhindra att ångan för med sig kokande vätska.

5. Lagring av testprovet

Proven skall förvaras i rumstemperatur före analys.

6. Utförande

Anmärkning:

Destillation kan också ske enligt den metod som publicerats av IUPAC (1968).

6.1 Destillationsapparaten

Apparaten skall uppfylla följande krav:

Destilleringen av 200 ml vatten/alkohol-lösning av känd koncentration (ungefär 50 volymprocent) får inte leda till alkoholförluster på mer än 0,1 volymprocent.

- 6.2 Spritdrycker med en alkoholhalt under 50 volymprocent.
- Mät upp 200 ml spritdryck i en mätkolv.
- Notera vätskans temperatur eller håll vätskan vid standardtemperaturen (20 °C).
- För över provet till destillationsapparatus rundkolv och skölj mätkolven med 20 ml destillerat vatten. Upprepa sköljningen två gånger. För över allt sköljvatten till destillationskolven.
- Anmärkning: För spritdrycker som innehåller mindre än 250 g torrsbstans per liter räcker det med 60 ml sköljvatten. För att förhindra pyrolys skall i övriga fall åtminstone 70 ml sköljvatten användas om torrsbstanshalten är 300 g/l, 85 ml vid 400 g/l och 100 ml vid 500 g/l (vissa fruktlikörer och "crèmes"). Volymen skall vara proportionell mot provvolymen.
- Lägg i några kokstenar (3.1) (och antiskumningsmedel för "crèmes").
- För över 20 ml destillerat vatten till den ursprungliga 200 ml mätkolven (som senare också skall användas för att samla upp destillatet). Placera kolven i ett kallt vattenbad (4.1) (10–15 °C för spritdrycker som är smaksatta med anis).
- Vid destilleringen bör man undvika bubbelbildning och förkolning. Skaka kolven med jämna mellanrum. Avbryt destilleringen då destillatets yta befinner sig några millimeter under mätkolvens märke.
- Vänta tills destillatet har svalnat till vätskans utgångstemperatur $\pm 0,5$ °C. Späd till märket med destillerat vatten och blanda omsorgsfullt.
- Destillatet används för bestämning av alkoholhalten (volymprocent) (bilaga II).
- 6.3 Spritdrycker med en alkoholhalt på mer än 50 volymprocent.
- Mät upp 100 ml spritdryck, för över den till en 100 ml mätkolv och sedan till destillationsapparatus rundkolv.
- Skölj mätkolven upprepade gånger med destillerat vatten och för över sköljvattnet till rundkolven i destillationsapparaten. Använd så mycket vatten att kolven totalt kommer att innehålla 230 ml vätska.
- För över 20 ml destillerat vatten till en 200 ml mätkolv (som senare också skall användas för att samla upp destillatet). Placera kolven i ett kallt vattenbad (4.1) (10–15 °C för spritdrycker som är smaksatta med anis).
- Skaka mätkolven med jämna mellanrum under destilleringen. Avbryt destilleringen då destillatets yta befinner sig några millimeter under mätkolvens märke (200 ml).
- Vänta tills destillatet har svalnat till vätskans utgångstemperatur $\pm 0,5$ °C. Späd till märket med destillerat vatten och blanda omsorgsfullt.
- Destillatet används för bestämning av alkoholhalten i volymprocent (bilaga II).
- Anmärkning: Spritdryckens alkoholhalt (volymprocent) är dubbelt så hög som destillatets.

BILAGA II: MÄTNING AV DESTILLATETS DENSITET

METOD A: BESTÄMNING AV VERKLIG ALKOHOLHALT (VOLYMPROCENT) I SPRITDRYCKER – PYKNOMETRISK MÄTNING**A.1 Princip**

Alkoholhalten (volymprocent) kan beräknas utifrån det värde på destillatets densitet som erhållits med pyknometri.

A.2 Reagens och material

Vid analysen skall bara användas – om inget annat särskilt anges – reagens som är särskilt avsedda för analysändamål och vatten som håller minst klass 3 enligt definitionen i ISO 3696:1987.

A.2.1 Natriumkloridlösning, 2 vikt- %.

För att bereda 1 liter, väg upp 20 g natriumklorid och lös i vatten till en slutvolym av 1 liter.

A.3 Utrustning

Vanlig laboratorieutrustning, och särskilt följande:

A.3.1 Analysvåg med en känslighet på 0,1 mg.**A.3.2 Termometer med slipad anslutningsfog och med en skala i tiondels grader från 10 till 30 °C. Termometern skall vara godkänd eller kalibrerad mot en godkänd termometer.****A.3.3 Pyknometer i pyrexglas med en volym på ungefär 100 ml. Den skall vara utrustad med en löstagbar termometer med slipad anslutningsfog (A.3.2). Pyknometern skall också ha ett 25 mm långt sidorör med en inre diameter på (högst) 1 mm som slutar i en slipad konisk anslutningsfog. Andra pyknometrar än de som beskrivs i ISO 3507, till exempel sådana med en volym på 50 ml, får också användas om de är lämpliga för ändamålet.****A.3.4 Tareringsflaska med samma yttre volym (± 1 ml) som pyknometern och med samma massa som pyknometern då denna är fylld med en vätska med densiteten 1,01 (natriumkloridlösning A.2.1).****A.3.5 Värmeisolerad mantel som är exakt avpassad efter pyknometerns form.**

Anmärkning 1: För bestämningen av spritdryckers densitet under vakuum behövs en våg med två vågskålar, en pyknometer och en tareringsflaska med samma yttre volym för att neutralisera effekten av luftens varierande lyftkraft. Denna enkla teknik kan också användas i kombination med en våg med en vågskål, förutsatt att tareringsflaskan kontinuerligt vägs om så att förändringar av luftens lyftkraft kan registreras.

A.4 Utförande

Anmärkningar:

För bestämning av alkoholhalten används en 100 ml pyknometer, eftersom detta ger högst tillförlitlighet. Det går också bra att använda en mindre pyknometer, till exempel på 50 ml.

A.4.1 Kalibrering av pyknometern

Pyknometern kalibreras genom att följande parametrar bestäms:

- Den tomma pyknometerns egenvikt.
- Pyknometerns volym vid 20 °C.
- Den vattenfyllda pyknometerns vikt vid 20 °C.

A.4.1.1 Kalibrering med hjälp av en våg med en enda vågskål:

Bestäm följande värden:

- Den rena, torra pyknometerns vikt (P).
- Den vattenfyllda pyknometerns vikt vid t °C (P1).
- Tareringsflaskans vikt (T0).

A.4.1.1.1 Väg den rena, torra pyknometern (P).

A.4.1.1.2 Fyll pyknometern försiktigt med destillerat vatten av rumstemperatur och sätt i termometern.

Torka försiktigt av pyknometern så att den blir torr och placera den i den värmeisolerade manteln. Blanda innehållet genom att vända upp och ned på kärlet till dess att termometerns utslag stabiliserats.

Placera pyknometern i jämnhöjd med sidorörets övre kant. Läs av temperaturen t °C noggrant och korrigerade om så krävs för eventuella felaktigheter i temperaturskalan.

Väg den vattenfyllda pyknometern. Den erhållna vikten betecknas P_1 .

A.4.1.1.3 Väg tareringsflaskan. Vikten betecknas T_0 .

A.4.1.1.4 Beräkning av resultat

— Den tomma pyknometerns egenvikt = $P - m$

där m är massan av luften i pyknometern:

$$m = 0,0012 \times (P_1 - P)$$

Anmärkning 2: 0,0012 är densiteten hos torr luft vid 20 °C och trycket 760 mm Hg.

— Pyknometerns volym vid 20 °C:

$$V_{20\text{ °C}} = [P_1 - (P - m)] \times F_t$$

där F_t är temperaturfaktorn t °C som erhållits från tabell I i kapitel 1 "Densitet och specifik vikt" i bilagan till förordning (EEG) nr 2676/90 (s. 10).

Värdet på $V_{20\text{ °C}}$ skall anges med en noggrannhet av 0,001 ml.

— Massan av vattnet i pyknometern vid 20 °C:

$$M_{20\text{ °C}} = V_{20\text{ °C}} \times 0,998203$$

där 0,998203 är vattnets densitet vid 20 °C.

Anmärkning 3: Om det är nödvändigt kan värdet 0,99715 användas för densiteten i luft, och alkoholhalten beräknas utifrån ett värde för motsvarande densitet i luft som hämtas från tabellerna från HM Customs and Excise tables. I sådana fall skall ingen korrigering göras för massan av den luft som trängts undan i pyknometern.

A.4.1.2 Kalibrering med hjälp av en våg med två vågskålar:

A.4.1.2.1 Placera tareringsflaskan på vänster vågskål och den rengjorda, torra pyknometern med dess uppsamlingspropp på höger vågskål. De båda vågskålarna balanseras genom att vikter placeras på pyknometersidan. Vikten i gram betecknas p .

A.4.1.2.2 Fyll pyknometern försiktigt med destillerat vatten av rumstemperatur och sätt i termometern. Torka försiktigt av pyknometern så att den blir helt torr och placera den i den värmeisolerade manteln. Blanda innehållet genom att vända upp och ned på kärlet till dess att termometerns utslag stabiliserats.

Placera pyknometern i jämnhöjd med sidorörets övre kant. Rengör sidoröret och stoppa i uppsamlingsproppen. Läs av temperaturen t °C noggrant och korrigerade om så krävs för eventuella felaktigheter i temperaturskalan.

Väg den vattenfyllda pyknometern och låt massan p' gram motsvara jämviktssläget.

A.4.1.2.3 Beräkning av resultat

— Den tomma pyknometerns egenvikt = $p + m$

där m är massan av luften i pyknometern.

$$m = 0,0012 \times (p - p')$$

— Pyknometerns volym vid 20 °C:

$$V_{20\text{ °C}} = (p + m - p') \times F_t$$

där F_t är temperaturfaktorn t °C från tabell I i kapitel 1, "Densitet och specifik vikt", i bilagan till förordning (EEG) nr 2676/90 (s. 10).

Värdet på $V_{20\text{ °C}}$ skall vara känt med en noggrannhet av 0,001 ml.

— Massan av vattnet i pyknometern vid 20 °C:

$$M_{20\text{ °C}} = V_{20\text{ °C}} \times 0,998203$$

där 0,998203 är vattnets densitet vid 20 °C.

A.4.2 Bestämning av testprovets alkoholhalt

A.4.2.1 Använd en våg med en enda vågskål.

A.4.2.1.1 Väg tareringsflaskan. Vikten betecknas T1.

A.4.2.1.2 Väg pyknometern med det beredda destillatet (se bilaga I). Vikten vid t °C betecknas P2.

A.4.2.1.3 Beräkning av resultat

$$\text{— } dT = T1 - T0$$

$$\text{— Massan av den tomma pyknometern då mätningen görs} \\ = P - m + dT$$

$$\text{— Massan av vätskan i pyknometern vid t °C} \\ = P2 - (P - m + dT)$$

$$\text{— Densiteten vid t °C (g/ml)}$$

$$\text{— } \rho_{t^{\circ}\text{C}} = [P2 - (P - m + dT)]/V_{20^{\circ}\text{C}}$$

— Värdet för densiteten vid t °C omvandlas till kg/m³ genom att $\rho_{t^{\circ}\text{C}}$ multipliceras med 1 000. Det erhållna värdet betecknas ρ_t .

— Räkna om ρ_t till ρ_{20} med hjälp av densitetstabellen ρ_T för vatten/alkohol-blandningar (tabell II i bilaga II till OIV:s handbok med analysmetoder (1994), s. 17–29).

Leta rätt på den horisontella rad i tabellen som motsvarar temperaturen T i hela grader och som befinner sig direkt under t °C, dvs. den lägsta densitet som är högre än ρ_t . Använd det tabellvärde som anges under denna densitet för att beräkna spritdryckens densitet (ρ_t) vid temperaturen T (hela grader).

— Beräkna med hjälp av temperaturkurvan i dess helhet skillnaden mellan densiteten ρ' , som i tabellen ligger direkt ovanför ρ_t , och den beräknade densiteten ρ' . Dividera denna skillnad med det tabellvärde som återfinns till höger om densiteten ρ' . Kvoten ger decimaldelen av alkoholhalten medan heltalet återfinns överst i kolumnen där ρ' står (Dt, alkoholhalten).

Anmärkning 4: Alternativt kan pyknometern stå i ett vattenbad med temperaturen $20 \pm 0,2$ °C vid påfyllningen upp till märket.

A.4.2.1.4 Resultat

Då densiteten ρ_{20} är känd kan den verkliga alkoholhalten beräknas med hjälp av de tabeller som anges nedan:

I tabellen anges alkoholhalten i volymprocent (vol-%) vid 20 °C i förhållande till densiteten hos olika vatten/alkohol-blandningar vid 20 °C. Tabellen har fastställts i Rekommendation nr 22 från Internationella organisationen för legal metrologi och används internationellt.

A.4.2.2 Kalibrering med hjälp av en våg med två vågskålar.

A.4.2.2.1 Väg pyknometern tillsammans med det beredda destillatet (se del I). Massan vid t °C betecknas p".

A.4.2.2.2 Beräkning av resultat

$$\text{— Massan av vätskan i pyknometern vid t °C.}$$

$$= p + m - p''$$

$$\text{— Densiteten vid t °C (g/ml)}$$

$$\rho_{t^{\circ}\text{C}} = (p + m - p'')/V_{20^{\circ}\text{C}}$$

— Densiteten vid t °C skall uttryckas i kg/m³. Korrigera för temperaturen och räkna sedan fram alkoholhalten vid 20 °C på det sätt som anges ovan för användning av en våg med endast en vågskål.

A.5 **Metodutvärdering (noggrannhet)**

A.5.1 Statistiska resultat från provningsjämförelsen

Följande data erhöles från en internationell metodstudie som utfördes enligt internationellt vedertagna förfaranden [1] [2].

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	20
Antal prov	6

Prov	A	B	C	D	E	F
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	19	20	17	19	19	17
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	1	—	2	1	1	3
Antal godkända resultat	38	40	34	38	38	34
Medelvärde (\bar{x}) vol-%	23,77	40,04	40,29	39,20	42,24	57,03
	26,51 (*)			42,93 (*)	45,73 (*)	63,03 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_p) vol-%	0,106	0,176	0,072	0,103	0,171	0,190
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_p) (%)	0,42	0,44	0,18	0,25	0,39	0,32
Repeterbarhetsgräns (r) vol-%	0,30	0,49	0,20	0,29	0,48	0,53
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) vol-%	0,131	0,236	0,154	0,233	0,238	0,322
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	0,52	0,59	0,38	0,57	0,54	0,53
Reproducerbarhetsgräns (R) vol-%	0,37	0,66	0,43	0,65	0,67	0,90

Provytyper:

A Frukttlikör, "split level" (*).

B Konjak, dubbel-blind-försök.

C Whisky, dubbel-blind-försök.

D Grappa, "split level" (*).

E Akvavit, "split level" (*).

F Rom, "split level" (*).

**METOD B: BESTÄMNING AV VERKLIG ALKOHOLHALT (VOLYMPROCENT) I SPRITDRYCKER – ELEKTRO-
NISK DENSITETSMÄTNING BASERAD PÅ RESONANSFREKVENSOSSILLATION HOS ETT PROV
I EN OSCILLERANDE MÄTCELL**

B.1 Princip

Vätskans densitet bestäms genom elektronisk mätning av oscillationerna hos ett vibrerande U-format rör. Provet överförs till ett oscillerande system vars specifika frekvens därigenom förändras.

B.2 Reagens och material

Vid analysen skall bara användas – om inget annat särskilt anges – reagens som är särskilt avsedda för analysändamål och vatten som håller minst klass 3 enligt definitionen i ISO 3696:1987.

B.2.1 Aceton (CAS 666-52-4) eller absolut alkohol.

B.2.2 Torr luft.

B.3 Utrustning

Vanlig laboratorieutrustning, och särskilt följande:

B.3.1 Densitetsmätare med digital display.

Den elektroniska densitetsmätare som används skall kunna ange densiteten i g/ml med fem decimalers noggrannhet.

Anmärkning 1: Densitetsmätaren skall placeras i en stabil hållare som är helt vibrationsisolerad.

B.3.2 Termostat.

De värden som erhålls från densitetsmätarens är bara användbara om mätcellen är kopplad till en inbyggd termostat som håller en konstant temperatur $\pm 0,02$ °C.

Anmärkning 2: Det är mycket viktigt att temperaturen i mätcellen ställs in exakt och att den kan kontrolleras med stor noggrannhet, eftersom ett fel på 0,1 °C kan leda till densitetsförändringar i storleksordningen 0,1 kg/m³.

B.3.3 Autosampler eller sprutor för injicering av prov.

B.4 Utförande**B.4.1 Kalibrering av densitetsmätaren**

Då instrumentet används för första gången skall det kalibreras i enlighet med tillverkarens instruktioner. Det skall omkalibreras med jämna mellanrum och kontrolleras mot en godkänd referensstandard eller en laboratorieintern referenslösning, baserad på en godkänd referensstandard.

B.4.2 Bestämning av provets densitet**B.4.2.1** Om så krävs skall cellen före mätningen rengöras med aceton eller absolut alkohol samt torkas med torr luft. Skölj cellen med provet.**B.4.2.2** Injicera provet i cellen (med hjälp av en spruta eller autosampler) till dess att den är helt fylld. Det är viktigt att inga luftbubblor följer med. Provet skall vara homogent och får inte innehålla några fasta partiklar. Innan provet analyseras skall därför eventuella suspenderade partiklar avlägsnas genom filtrering.**B.4.2.3** Vänta tills mätvärdet stabiliserats. Notera densiteten ρ_{20} eller den alkoholhalt som densitetsmätaren anger.**B.4.3 Resultat**

Då densiteten ρ_{20} är känd kan den verkliga alkoholhalten beräknas med hjälp av de tabeller som anges nedan.

I tabellen anges alkoholhalten i volymprocent (vol-%) vid 20 °C i förhållande till densiteten hos olika vatten/alkohol-blandningar vid 20 °C. Tabellen har fastställts i Rekommendation nr 22 från Internationella organisationen för legal metrologi och används internationellt.

B.5 Metodutvärdering (noggrannhet)**B.5.1** Statistiska resultat från provningsjämförelsen

Följande data erhöles från en internationell metodstudie som utfördes enligt internationellt vedertagna förfaranden [1] [2].

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	16
Antal prov	6

Prov	A	B	C	D	E	F
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	11	13	15	16	14	13
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	2	3	1	—	1	2
Antal godkända resultat	22	26	30	32	28	26
Medelvärde (\bar{x}) vol-%	23,81	40,12	40,35	39,27	42,39	56,99
	26,52 (*)			43,10 (*)	45,91 (*)	63,31 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_p) vol-%	0,044	0,046	0,027	0,079	0,172	0,144
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD _p) (%)	0,17	0,12	0,07	0,19	0,39	0,24
Repeterbarhetsgräns (r) vol-%	0,12	0,13	0,08	0,22	0,48	0,40
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) vol-%	0,054	0,069	0,083	0,141	0,197	0,205
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD _R) (%)	0,21	0,17	0,21	0,34	0,45	0,34
Reproducerbarhetsgräns (R) vol-%	0,15	0,19	0,23	0,40	0,55	0,58

Provtyper:

A Frukttlikör, "split level" (*).

B Konjak, dubbel-blind-försök.

C Whisky, dubbel-blind-försök.

D Grappa, "split level" (*).

E Akvavit, "split level" (*).

F Rom, "split level" (*).

**METOD C: BESTÄMNING AV VERKLIG ALKOHOLHALT (VOLYMPROCENT) I SPRITDRYCKER – DENSITET-
RISK MÄTNING MED HYDROSTATISK VÅG****C.1 Princip**

Alkoholhalten i spritdrycker kan fastställas genom densitetsmätning med en hydrostatisk våg, som bygger på Arkimedes princip. Enligt denna princip påverkas en kropp som nedsänks i vätska av en uppåtriktad kraft som motsvarar massan av den undanträngda vätskan.

C.2 Reagens och material

Vid analysen skall bara användas – om inget annat särskilt anges – reagens som är särskilt avsedda för analysändamål och vatten som håller minst klass 3 enligt definitionen i ISO 3696:1987.

C.2.1 Rengöringslösning avsedd för flottören (natriumhydroxid, 30 vikt-%)

För att bereda 100 ml lösning, väg upp 30 g natriumhydroxid och späd till märket med 96 % etanol (volymprocent).

C.3 Utrustning

Vanlig laboratorieutrustning, och särskilt följande:

C.3.1 Hydrostatisk våg med en enda vågskål och med en känslighet på ± 1 mg.**C.3.2 Flottör som har en volym på minst 20 ml och som är särskilt anpassad till vågen. Den tråd som flottören är upphängd i får ha en diameter på högst 0,1 mm.****C.3.3 Mätcylinder med nivåmarkering. Flottören skall rymmas helt och hållet i den del av cylindern som befinner sig under märket. Vätskeytan får bara brytas av den tråd som flottören är upphängd i. Mätcylinderns innerdiameter skall vara åtminstone 6 mm större än flottörens diameter.****C.3.4 Termometer (eller sond för temperaturmätning) som är indelad i grader och tiondels grader från 10 till 40 °C och kalibrerad till en noggrannhet av 0,05 °C.****C.3.5 Vikter som kalibrerats av ett officiellt certifieringsorgan.**

Anmärkning 1: Det går också att använda en våg med två vågskålar; principen för detta beskrivs i kapitel 1, "Densitet och specifik vikt", i bilagan till förordning (EEG) nr 2676/90 (s. 7).

C.4 Utförande

Flottören och mätcylindern skall mellan varje mätning rengöras med destillerat vatten, torkas av med luddfritt mjukt papper för laboratoriebruk och sedan sköljas med den lösning vars densitet skall bestämmas. För att minimera förlusterna av alkohol genom avdunstning skall mätningarna göras så snart apparaten visar stabila värden.

C.4.1 Kalibrering av vågen

Även om de flesta vågar har inbyggda kalibreringssystem skall den hydrostatiska vågen också kunna kalibreras med vikter som i sin tur kalibrerats av ett officiellt certifieringsorgan.

C.4.2 Kalibrering av flottören**C.4.2.1 Fyll mätcylindern till märket med dubbeldestillerat vatten (eller vatten av samma renhetsgrad, t.ex. mikrofiltrerat vatten med konduktiviteten 18,2 M Ω /cm) som håller en temperatur på mellan 15 och 25 °C, dock helst 20 °C.****C.4.2.2 Sänk ned flottören och termometern. Rör om. Läs av vätskans densitet och korrigerar om nödvändigt det avlästa värdet så att det motsvarar värdet för vatten vid mättemperaturen i fråga.****C.4.3 Kontroll med en vatten/alkohol-lösning****C.4.3.1 Fyll mätcylindern till märket med en vatten/alkohol-blandning av känd alkoholhalt och med en temperatur på 15–25 °C, dock helst 20 °C.****C.4.3.2 Sänk ned flottören och termometern. Rör om. Läs av vätskans densitet (eller alkoholhalten om detta är möjligt) från instrumentet. Det erhållna värdet på alkoholhalten bör motsvara den alkoholhalt som tidigare fastställts.**

Anmärkning 2: Denna lösning med känd alkoholhalt kan också användas i stället för dubbeldestillerat vatten då flottören kalibreras.

- C.4.4 Mätning av destillatets densitet (eller av dess alkoholhalt, om sådan utrustning finns)
- C.4.4.1 Fyll mätcyindern med testprovet upp till märket.
- C.4.4.2 Sänk ned flottören och termometern. Rör om. Läs av vätskans densitet (eller alkoholhalten om detta är möjligt) från instrumentet. Notera temperaturen om densiteten mäts vid t °C (ρ_t).
- C.4.4.3 Räkna om ρ_t till ρ_{20} med hjälp av densitetstabellen ρT för vatten/alkohol-blandningar (tabell II i bilaga II till OIV:s handbok med analysmetoder (1994) s. 17–29).
- C.4.5 Rengöring av flottören och mätcyindern
- C.4.5.1 Fyll mätcyindern med den särskilda rengöringslösningen för flottörer. Sänk ned flottören i lösningen.
- C.4.5.2 Låt flottören ligga i vätskan i 1 tim. Roter den med jämna mellanrum.
- C.4.5.3 Skölj av flottören. Använd rikligt med kranvatten och därefter destillerat vatten.
- C.4.5.4 Torka med luddfritt mjukt papper för laboratoriebruk.

Rengöringen skall göras första gången som flottören används och därefter vid behov.

C.4.6 Resultat

Då densiteten ρ_{20} är känd kan den verkliga alkoholhalten beräknas med hjälp av de tabeller som anges nedan.

I tabellen anges alkoholhalten i volymprocent (vol-%) vid 20 °C i förhållande till densiteten hos olika vatten/alkohol-blandningar vid 20 °C. Tabellen har fastställts i Rekommendation nr 22 från Internationella organisationen för legal metrologi och används internationellt.

C.5 **Metodutvärdering (noggrannhet)**

C.5.1 Statistiska resultat från provningsjämförelsen

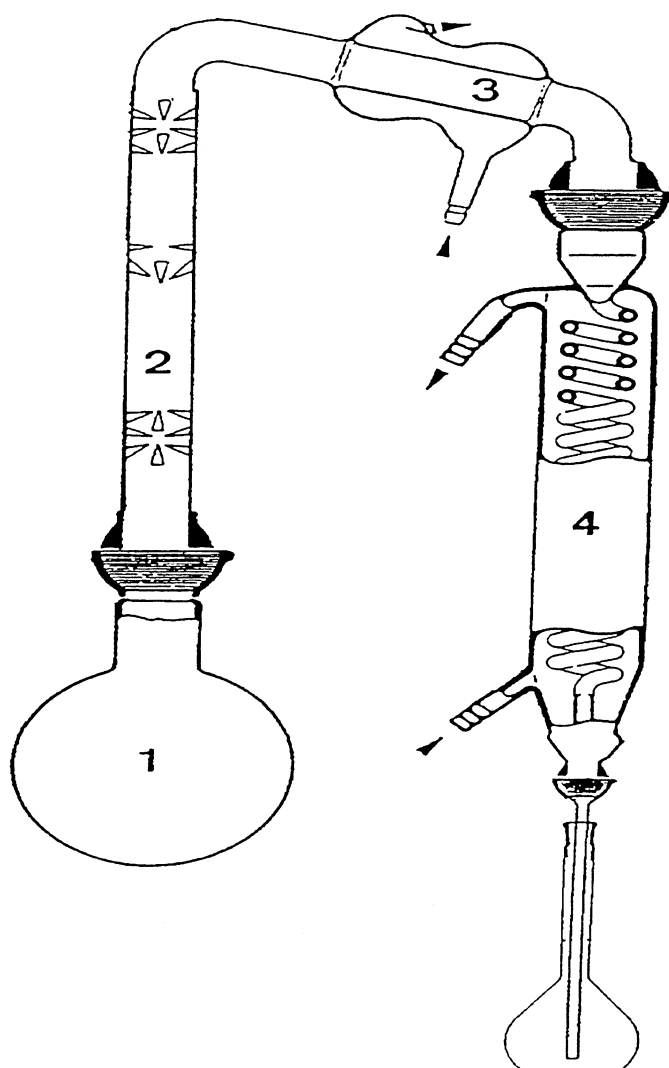
Följande data erhöles från en internationell metodstudie som utfördes enligt internationellt vedertagna förfaranden [1] [2].

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	12
Antal prov	6

Prov	A	B	C	D	E	F
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	12	10	11	12	11	9
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	—	2	1	—	1	2
Antal godkända resultat	24	20	22	24	22	18
Medelvärde (\bar{x}) vol-%	23,80	40,09	40,29	39,26	42,38	57,16
	26,51 (*)			43,09 (*)	45,89 (*)	63,44 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_p) vol-%	0,048	0,065	0,042	0,099	0,094	0,106
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_p) (%)	0,19	0,16	0,10	0,24	0,21	0,18
Repeterbarhetsgräns (t) vol-%	0,13	0,18	0,12	0,28	0,26	0,30
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) vol-%	0,060	0,076	0,073	0,118	0,103	0,125
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	0,24	0,19	0,18	0,29	0,23	0,21
Reproducerbarhetsgräns (R) vol-%	0,17	0,21	0,20	0,33	0,29	0,35

Provtyper:

- A Fruktlikör, "split level" (*).
 B Konjak, dubbel-blind-försök.
 C Whisky, dubbel-blind-försök.
 D Grappa, "split level" (*).
 E Akvavit, "split level" (*).
 F Rom, "split level" (*).



Figur 1. Destillationsapparat för mätning av verklig alkoholhalt (volymprocent) i spritdrycker

1. Rundkolv, 1 liter, med slipad hals av standardtyp.
2. Rektifieringskolonn, 20 cm, av typen Vigreux.
3. West-kylare, 10 cm, med rak kant.
4. Kylslinga, 40 cm.

II. BESTÄMNING AV TOTAL TORRSUBSTANSHALT I SPRITDRYCKER GENOM GRAVIMETRI**1. Omfattning**

I förordning (EEG) nr 1576/89 anges att metoden bara skall användas för akvavit vars torrsubstanshalt inte överstiger 15 g/l.

2. Referenser

ISO 3696:1987 Water for analytical use – Specifications and test methods

3. Definition

Begreppet *total mängd torrsubstans* inbegriper alla ämnen som inte är flyktiga under vissa angivna förhållanden.

4. Princip

Vägning av den rest som återstår efter det att alkoholen avdunstat på ett kokande vattenbad och provet torkats i ugn.

5. Utrustning

5.1 Flatbottnat runt indunstningskärl, 55 mm i diameter.

5.2 Kokande vattenbad.

5.3 Pipett, 25 ml, klass A.

5.4 Torkugn.

5.5 Exsickator.

5.6 Analysvåg med en känslighet på 0,1 mg.

6. Insamling och förvaring av prov

Proven förvaras vid rumstemperatur i väntan på analys.

7. Utförande

7.1 Pipettera över 25 ml sprit med en torrsubstanshalt på mindre än 15 g/l till ett flatbottnat, runt indunstningskärl med diametern 55 mm diameter och med känd vikt. Under avdunstningsprocessens första timme skall indunstningskärlet stå på locket till ett kokande vattenbad. Vätskan i kärlet får inte koka, eftersom detta kan leda till förluster genom stänk. Låt stå ytterligare 1 tim. i direktkontakt med ångan från det kokande vattenbadet.

7.2 Avsluta indunstningen genom att låta indunstningskärlet stå 2 tim. i torkugn vid $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$. Låt indunstningskärlet svalna i en exsickator och väg sedan kärlet med innehåll.

8. Beräkning av resultat

Spritdryckens torrsubstanshalt motsvarar massan av den rest som återstår i indunstningskärlet multiplicerat med en faktor 40. Torrsubstanshalten uttrycks i g/l med en decimals noggrannhet.

9. Metodutvärdering (noggrannhet)

9.1. Statistiska resultat från provningsjämförelsen

Följande data erhöles från en internationell metodstudie som utfördes enligt internationellt vedertagna förfaranden [1] [2].

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	10
Antal prov	4

Prov	A	B	C	D
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	9	9	8	9
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	1	1	2	—
Antal godkända resultat	18	18	16	18
Medelvärde (\bar{x}) g/l	9,0	9,1	10,0	11,8
		7,8	9,4	11,1
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_r) g/l	0,075	0,441	0,028	0,123
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_r) (%)	0,8	5,2	0,3	1,1
Repeterbarhetsgräns (r) g/l	0,2	1,2	0,1	0,3
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) g/l	0,148	0,451	0,058	0,210
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	1,6	5,3	0,6	1,8
Reproducerbarhetsgräns (R) g/l	0,4	1,3	0,2	0,6

Provtyper:

A Konjak, dubbel-blind-försök.

B Rom, "split level".

C Grappa, "split level".

D Akvavit, "split level".

III. BESTÄMNING AV FLYKTIGA ÄMNEN OCH METANOL I SPRITDRYCKER

III.1 ALLMÄNNA KOMMENTARER

1. **Definitioner**

I förordning (EEG) nr 1576/89 fastställs miniminivåer för flyktiga ämnen utom etanol och metanol för ett antal spritdrycker (rom, sprit baserad på vindruvor, fruktbrännvin etc.). För dessa spritdrycker (men inte för andra typer) anses de nämnda miniminivåerna normalt sett motsvara summan av koncentrationerna av följande ämnen:

1. Flyktig syra, uttryckt som ättiksyra.
2. Aldehyder uttryckt som etanal, dvs. summan av etanal (acetaldehyd) och den etanalfraktion som ingår i 1,1-dietoxetan (acetal).
3. Följande högre alkoholer: propan-1-ol, butan-1-ol, butan-2-ol och 2-metylpropan-1-ol, bestämda var för sig, samt 2-metylbutan-1-ol och 3-metylbutan-1-ol, bestämda tillsammans eller var för sig.
4. Etylacetat.

Det finns två konventionella metoder för kvantitativ analys av flyktiga ämnen:

- Fastställande av storheten flyktig syra. Tillämpas på flyktiga syror.
- Gaskromatografi. Tillämpas på aldehyder (etanal och acetal), etylacetat samt alkoholer.

2. **Gaskromatografisk analys av flyktiga ämnen**

Gaskromatografisk analys av andra flyktiga ämnen än de som anges ovan kan vara en användbar metod för att fastställa såväl ursprunget för det råmaterial som används vid destilleringen som de faktiska betingelserna för destilleringen.

Vissa spritdrycker innehåller andra flyktiga beståndsdelar, till exempel aromatiska ämnen, som sätter sin prägel på spritdryckens arom. Förekomsten av dessa ämnen förklaras dels av de råvaror som använts vid framställningen, dels av själva framställningsmetoden. Dessa ämnen är också av betydelse när det gäller uppfyllandet av kraven i förordning (EEG) nr 1576/89.

III.2 GASKROMATOGRFISK BESTÄMNING AV FLYKTIGA KONGENER: ALDEHYDER, HÖGRE ALKOHOLER, ETYL-ACETAT OCH METANOL

1. **Omfattning**

Metoden avser bestämning av 1,1-dietoxietan (acetal), 2-metylbutan-1-ol (amylalkohol), 3-metylbutan-1-ol (isoamylalkohol), metanol (metylalkohol), etyletanoat (etylacetat), butan-1-ol (n-butanol), butan-2-ol (secbutanol), 2-metylpropan-1-ol (isobutylalkohol), propan-1-ol (n-propanol) och etanal (acetaldehyd) i spritdrycker genom gaskromatografi. Vid bestämningen används en inre standard, till exempel pentan-3-ol. Analyternas koncentration uttrycks i g/100 liter absolut alkohol. Produktens alkoholhalt skall bestämmas innan analysen påbörjas. De spritdrycker som kan analyseras med denna metod är bland annat whisky, konjak, rom, vinsprit, fruktbrännvin och sprit tillverkad av druvrester.

2. **Referenser**

ISO 3696:1987 Water for analytical use – Specifications and test methods.

3. **Definition**

Kongener är flyktiga ämnen som bildas tillsammans med etanol vid spritdryckers jäsning, destillering och mognad.

4. **Princip**

Bestämning av kongener i spritdrycker görs genom att spriten, i spädd eller utspädd form, injiceras i ett gaskromatografiskt system (GC-system). Före injektion blandas spriten med en lämplig inre standard. Kongenerna i provet separeras genom att provet körs genom en lämplig kolonn enligt ett särskilt temperaturschema. För den kvalitativa bestämningen används en flamjonisationsdetektor. Koncentrationen av varje kongen bestäms utifrån de responsfaktorer som erhålls vid en kalibrering med inre standard under förhållanden som är identiska med de som rådde vid analysen av spritdrycken.

5. Reagens och material

Om inte något annat anges skall de reagens som används ha en högre renhetsgrad än 97 %, vara inköpta hos en ISO-godkänd leverantör och dessutom åtföljas av ett intyg beträffande renhetsgraden. Det skall vid en testspädning inte gå att påvisa några andra kongener. (Detta kan bekräftas genom injektion – under de förhållanden som anges i 6.4 – av enskilda kongen-standarder som genomgått testspädning.) Det vatten som används skall hålla minst klass 3 enligt definitionen i ISO 3696. Acetal och acetaldehyd skall lagras i mörker vid < 5 °C. Övriga reagens kan förvaras vid rumstemperatur.

- 5.1 Absolut alkohol (CAS 64-17-5).
- 5.2 Metanol (CAS 67-56-1).
- 5.3 Propan-1-ol (CAS 71-23-8).
- 5.4 2-metylpropan-1-ol (CAS 78-33-1).
- 5.5 Godkända inre standarder: pentan-3-ol, (CAS 584-02-1), pentan-1-ol (CAS 71-41-0), 4-metylpentan-1-ol (CAS 626-89-1) eller metylnonanoat (CAS 1731-84-6).
- 5.6 2-metylbutan-1-ol (CAS 137-32-6).
- 5.7 3-metylbutan-1-ol (CAS 123-51-3).
- 5.8 Etylacetat (CAS 141-78-6).
- 5.9 Butan-1-ol (CAS 71-36-3).
- 5.10 Butan-2-ol (CAS 78-92-2).
- 5.11 Acetaldehyd (CAS 75-07-0).
- 5.12 Acetal (CAS 105-57-7).
- 5.13 Etanollösning, 40 vol.-%.

Bered 400 ml/l etanollösning genom att blanda 400 ml etanol (5.1) i en mätkolv på 1 l, fyll på med 600 ml destillerat vatten och blanda väl.

- 5.14 Beredning och lagring av standardlösningar (förfarande för validerad metod).

Alla standardlösningar skall lagras vid < 5 °C och nya lösningar skall beredas varje månad. Vikten av olika ämnen och lösningar skall noteras med en noggrannhet av 0,1 mg.

5.14.1 Standardlösning A

Pipettera över reagenset nedan till en 100 ml mätkolv som dessförinnan fyllts med omkring 60 ml etanollösning (5.13) för att minimera avdunstningen. Späd till märket med etanollösning (5.13) och blanda omsorgsfullt. Notera vikten för själva kolven, vart och ett av de tillsatta ämnena samt de tillsatta ämnenas sammanlagda vikt.

Ämne	Volym (ml)
Metanol (5.2)	3,0
Propan-1-ol (5.3)	3,0
2-metylpropan-1-ol (5.4)	3,0
2-metylbutan-1-ol (5.6)	3,0
3-metylbutan-1-ol (5.7)	3,0
Etylacetat (5.8)	3,0
Butan-1-ol (5.9)	3,0
Butan-2-ol (5.10)	3,0
Acetaldehyd (5.11)	3,0
Acetal (5.12)	3,0

Anmärkning 2: Acetal och acetaldehyd bör tillsättas sist för att förlusterna genom avdunstning skall bli så små som möjligt.

5.14.2 Standardlösning B

Pipettera över 3 ml pentan-3-ol eller någon annan lämplig inre standard (5.5) till en 100 ml mätkolv som innehåller omkring 80 ml etanollösning (5.13). Späd till märket med etanollösning (5.13) och blanda omsorgsfullt.

Notera kolvens vikt, vikten av den inre standard som använts (pentan-3-ol etc.) samt de tillsatta ämnenas sammanlagda vikt.

5.14.3 Standardlösning C

Pipettera över 1 ml av lösning A (5.14.1) och 1 ml av lösning B (5.14.2) till en 100 ml mätkolv som innehåller omkring 80 ml etanollösning (5.13). Späd till märket med etanollösning (5.13) och blanda omsorgsfullt.

Notera vikten av själva kolven, vart och ett av de tillsatta ämnena samt de tillsatta ämnenas sammanlagda vikt.

5.14.4 Standardlösning D

För att möjliggöra kontinuitet i analysen, bered en kontrollstandardlösning utifrån den tidigare beredda standarden A (5.14.1). Pipettera över 1 ml av lösning A (5.14.1) till en 100 ml mätkolv som innehåller ungefär 80 ml etanollösning (5.13). Späd till märket med etanollösning (5.13) och blanda omsorgsfullt.

Notera vikten av själva kolven, vart och ett av de tillsatta ämnena samt de tillsatta ämnenas sammanlagda vikt

5.14.5 Standardlösning E

Pipettera över 10 ml lösning B (5.14.2) till en 100 ml mätkolv som innehåller omkring 80 ml etanollösning (5.13). Späd till märket med etanollösning (5.13) och blanda omsorgsfullt.

Notera vikten av själva kolven, vart och ett av de tillsatta ämnena samt de tillsatta ämnenas sammanlagda vikt.

5.14.6 Standardlösningar för att kontrollera att flamjonisationsdetektorns respons är linjär.

Pipettera över 0, 0,1, 0,5, 1,0 respektive 2,0 ml av lösning A (5.14.1) samt 1 ml av lösning B (5.14.2) till separata 100 ml mätkolvar som innehåller omkring 80 ml etanol (5.13). Späd till märket med etanollösning (5.13) och blanda omsorgsfullt.

Notera vikten av själva kolven, vart och ett av de tillsatta ämnena samt de tillsatta ämnenas sammanlagda vikt.

5.14.7 QC-standardlösning

Pipettera över 9 ml av standardlösning D (5.14.4) och 1 ml av standardlösning E (5.14.5) till ett kärl för vägning. Blanda omsorgsfullt.

Notera vikten av själva kolven, vart och ett av de tillsatta ämnena samt de tillsatta ämnenas sammanlagda vikt.

6. Utrustning

6.1 Instrument för mätning av densitet och alkoholhalt.

6.2 Analysvåg som kan ange värden med fyra decimalers noggrannhet.

6.3 Temperaturprogrammerad gaskromatograf som är ansluten till en flamjonisationsdetektor och en integrator eller till andra databehandlingssystem med vars hjälp toppareor eller topphöjder kan mätas.

6.4 Gaskromatografisk(a) kolonn(er) som kan separera analyterna så att den lägsta upplösningen mellan skilda ämnen (utom 2-metylbutan-1-ol och 3-metylbutan-1-ol) blir åtminstone 1,3.

Anmärkning 3: Följande kolonner, temperaturer etc. har visat sig vara lämpliga:

1. "Retention gap" med dimensionerna 1 m × 0,32 mm i.d. som ansluts till en kolonn av typen CP-WAX 57 CB med dimensionerna 50 m × 0,32 mm i.d. som är belagd med en film av tjockleken 0,2 µm (stabiliserad polyetylen glykol) följt av en Carbowax 400-kolonn på 50 m × 0,32 mm i.d. och med 0,2 µm filmtjocklek. (Kolonnerna kopplas ihop med hjälp av press-fit-anslutningar).

Bärgas och tryck:	Helium (135 kPa)
Kolonntemperatur:	35 °C i 17 min. Öka därefter med 12 °C/min. till 70 °C. Bibehåll denna temperatur i 25 min.
Injektortemperatur:	150 °C
Detektortemperatur:	250 °C
Injektionsvolym:	1 µl, split 20–100:1

2. "Retention gap" med dimensionerna 1 m × 0,32 mm i.d. som ansluts till en kolonn av typen CP-WAX 57 CB med dimensionerna 50 m × 0,32 mm i.d. som är belagd med en film av tjockleken 0,2 µm (stabiliserad polyetylenglykol). ("Retention gap" kopplas ihop med kolonnen med hjälp av en press-fit-anslutning).

Bärgas och tryck:	Helium (65 kPa)
Kolonntemperatur:	35 °C i 10 min. Öka med 5 °C/min. till 110 °C. Öka därefter med 30 °C/min. till 190 °C. Bibehåll denna temperatur i 2 min.
Injektortemperatur:	260 °C
Detektortemperatur:	300 °C
Injektionsvolym:	1 µl, split 55:1

3. Packad kolonn (5 % CW 20M, Carboapak B), 2 m × 2 mm i.d.

Kolonntemperatur:	65 °C i 4 min. Öka med 10 °C/min. till 140 °C. Bibehåll denna temperatur i 5 min. Öka därefter med 5 °C/min. till 150 °C. Bibehåll denna temperatur i 3 min.
Injektortemperatur:	65 °C
Detektortemperatur:	200 °C
Injektionsvolym:	1 µl

7. Insamling och förvaring av prov

7.1 Laborierprov.

Då proverna kommer till laboratoriet skall alkoholhalten i varje prov mätas (6.1).

8. Utförande (förfarande för validerad metod)

8.1 Testportion.

8.1.1 Väg ett vägningskärl som först förslutits på lämpligt sätt. Notera vikten.

8.1.2 Pipettera över 9 ml av laborierprovet till kärlet och notera vikten (M_{PROV}).

8.1.3 Tillsätt 1 ml av standardlösning E (5.14.5) och notera vikten (M_{IS}).

8.1.4 Skaka provet kraftigt (genom att vända det upp och ned minst 20 gånger). För att förlusterna genom avdunstning skall bli så små som möjligt skall provet före analys förvaras vid en lägre temperatur än 5 °C.

8.2 Blankprov

8.2.1 Använd en våg som anger resultat med fyra decimalers noggrannhet (6.2). Väg det förslutningsbara uppvägningskärlet och notera vikten.

8.2.2 Pipettera över 9 ml 40 %-ig etanollösning (5.13) till kärlet och notera vikten.

8.2.3 Tillsätt 1 ml av standardlösning E (5.14.5) och notera vikten.

8.2.4 Testmaterialet skakas omsorgsfullt (genom att kärlet vänds upp och ned minst 20 gånger). För att minimera förlusterna genom avdunstning skall provet före analys ha förvarats vid en lägre temperatur än 5 °C.

8.3 Preliminärt test

Injicera standardlösning C (5.14.3) för att kontrollera att alla analyter separeras med en minsta upplösning på 1,3 (utom 2-metylbutan-1-ol och 3-metylbutan-1-ol).

8.4 Kalibrering

Kalibreringen skall kontrolleras på följande sätt: Gör en successiv trippelanalys av samtliga standardlösningar (5.14.6) som innehåller den inre standarden (IS) för att kontrollera att responsen är linjär. Beräkna kvoten R för varje kongen med hjälp av de toppareor eller topphöjder som erhålls från integratorn efter varje injektion. Rita en kurva där R avsätts mot koncentrationskvoten C mellan kongen och inre standard (IS). Resultatet skall bli en linjär kurva med en korrelationskoefficient på åtminstone 0,99.

$$R = \frac{\text{Topparea eller -höjd för kongen}}{\text{Topparea eller -höjd för IS}}$$

$$C = \frac{\text{Koncentration av kongen } (\mu\text{g/g})}{\text{Koncentration av IS } (\mu\text{g/g})}$$

8.5 Bestämning

Injicera standardlösning C (5.14.3) och 2 volymer QC-standardlösning (5.14.7). Injicera därefter de prov som skall bestämmas (beredning enligt 8.1 och 8.2) i omgångar om tio prov. Efter vart tionde prov injiceras en volym QC-standardlösning för att de analytiska förhållandena skall hålla sig stabila. Efter vart femte prov injiceras också en volym standardlösning C (5.14.3).

9. **Beräkning av resultat**

Ett automatiskt system för databehandling kan användas förutsatt att erhållna data kan kontrolleras enligt de principer som anges i metodbeskrivningen nedan.

Mät antingen arean eller höjden för de toppar som svarar mot kongenen och den inre standarden.

9.1 Beräkning av responsfaktorn.

Beräkna utifrån kromatogrammet från injektionen av standardlösning C (5.14.3) responsfaktorn för varje kongen med hjälp av formel 1.

$$1) \text{ Responsfaktor} = \frac{\text{Topparea eller -höjd, IS}}{\text{Topparea eller -höjd, kongen}} \times \frac{\text{Konc. kongen } (\mu\text{g/g})}{\text{Konc. IS } (\mu\text{g/g})}$$

där:

IS = inre standard

Konc. kongen = koncentrationen av kongen i lösning C (5.14.3)

Konc. IS = koncentrationen av inre standard i lösning C (5.14.3).

9.1.2 Analys av provet

Beräkna koncentrationen av varje kongen i proven med hjälp av formel 2 nedan:

2) Koncentration av kongen ($\mu\text{g/g}$) =

$$\frac{\text{Topparea eller -höjd, kongen}}{\text{Topparea eller -höjd, IS}} \times \frac{M_{\text{IS}} (\text{g})}{M_{\text{PROV}} (\text{g})} \times \text{Konc. IS } (\mu\text{g/g}) \times \text{RF}$$

där:

M_{PROV} = provets vikt (8.1.2)

M_{IS} = den inre standardens vikt (8.1.3)

Konc. IS = koncentrationen av inre standard i lösning E (5.14.5)

RF = responsfaktor som räknats fram med hjälp av formel 1

9.1.3 Analys av standardlösningen för att kontrollera kvaliteten

Beräkna med hjälp av formel 3 nedan det procentuella utbytet i förhållande till målvärdet för varje kongen i kontrollstandardlösningarna (5.14.7):

$$3) \text{ Utbyte } (\%) \text{ för QC-provet} = \frac{\text{koncentration av analyt i QC-standard}}{\text{koncentration av analyt i lösning D}} \times 100$$

Analyternas koncentration i QC-standard beräknas med hjälp av formlerna 1 och 2 ovan.

9.2 Slutlig resultatredovisning

Resultaten omvandlas från µg/g till g/100 liter absolut alkohol med hjälp av formel 4:

4) Konc. (g/100 liter absolut alkohol) =

$$\text{Konc. } (\mu\text{g/g}) \times \rho \times 10 / (\text{alkoholhalt } <(\text{vol-\%}) \times 1\,000)$$

där

ρ = densiteten i kg/m³.

Resultaten skall anges med tre gällande siffror och högst en decimal, t.ex. 11,4 g/100 l absolut alkohol.

10. **Kvalitetssäkring och kontroll (för validerad metod)**

Räkna med hjälp av formel 2 ovan fram koncentrationen av varje kongen i de kontrollstandardlösningar som bereds enligt 8.1.1–8.1.4. Beräkna med hjälp av formel 3 det procentuella utbytet i förhållande till målvärdet. Om det analyserade resultatet motsvarar det teoretiska värdet för varje kongen $\pm 10\%$ kan analysen fortsätta. Om detta inte är fallet bör orsaken till avvikelsen undersökas och lämpliga åtgärder vidtas.

11. **Metodutvärdering (noggrannhet)**

Statistiska resultat från provningsjämförelsen: I följande tabeller redovisas värden för följande ämnen: etanol, etylacetat, acetal, totalt etanol, metanol, butan-2-ol, propan-1-ol, butan-1-ol, 2-metanol-1-ol, 2-metylbutan-1-ol, 3-metylbutan-1-ol.

Följande data erhöles från en internationell metodstudie som utfördes enligt internationellt vedertagna förfaranden.

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	32
Antal prov	5
Analys	etanol

Prov	A	B	C	D	E
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	28	26	27	27	28
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	2	4	3	3	2
Antal godkända resultat	56	52	54	54	56
Medelvärde (\bar{x}) µg/g	63,4	71,67	130,4	38,4	28,6
				13,8 (*)	52,2 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_p) µg/g	3,3	1,9	6,8	4,1	3,6
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD _p) (%)	5,2	2,6	5,2	15,8	8,9
Repeterbarhetsgräns (r) µg/g	9,3	5,3	19,1	11,6	10,1
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) µg/g	12	14	22	6,8	8,9
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD _R) (%)	18,9	19,4	17,1	26,2	22,2
Reproducerbarhetsgräns (R) µg/g	33,5	38,9	62,4	19,1	25,1

Provytyper:

A Konjak, dubbel-blind-försök.

B Kirsch, dubbel-blind-försök.

C Grappa, dubbel-blind-försök.

D Whisky, "split level" (*).

E Rom, "split level" (*).

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	32
Antal prov	5
Analyt	etylacetat

Prov	A	B	C	D	E
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	24	24	25	24	24
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	2	2	1	2	2
Antal godkända resultat	48	48	50	48	48
Medelvärde (\bar{x}) µg/g	96,8	1 046	120,3	112,5	99,1
				91,8 (*)	117,0 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_r) µg/g	2,2	15	2,6	2,1	2,6
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_r) (%)	2,3	1,4	2,1	2,0	2,4
Repeterbarhetsgräns (t) µg/g	6,2	40,7	7,2	5,8	7,3
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) µg/g	6,4	79	8,2	6,2	7,1
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	6,6	7,6	6,8	6,2	6,6
Reproducerbarhetsgräns (R) µg/g	17,9	221,9	22,9	17,5	20,0

Provtyper:

- A Konjak, dubbel-blind-försök.
 B Kirsch, dubbel-blind-försök.
 C Grappa, dubbel-blind-försök.
 D Whisky, "split level" (*).
 E Rom, "split level" (*).

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	32
Antal prov	5
Analyt	acetal

Prov	A	B	C	D	E
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	20	21	22	17	21
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	4	3	2	4	3
Antal godkända resultat	40	42	44	34	42
Medelvärde (\bar{x}) µg/g	35,04	36,46	68,5	20,36	15,1
				6,60 (*)	28,3 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_r) µg/g	0,58	0,84	1,6	0,82	1,9
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_r) (%)	1,7	2,3	2,3	6,1	8,7
Repeterbarhetsgräns (t) µg/g	1,6	2,4	4,4	2,3	5,3
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) µg/g	4,2	4,4	8,9	1,4	3,1
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	12,1	12,0	13,0	10,7	14,2
Reproducerbarhetsgräns (R) µg/g	11,8	12,2	25,0	4,0	8,7

Provtyper:

- A Konjak, dubbel-blind-försök.
 B Kirsch, dubbel-blind-försök.
 C Grappa, dubbel-blind-försök.
 D Whisky, "split level" (*).
 E Rom, "split level" (*).

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	32
Antal prov	5
Analyt	etanal (totalhalt)

Prov	A	B	C	D	E
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	23	19	22	21	22
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	1	5	2	3	2
Antal godkända resultat	46	38	44	42	44
Medelvärde (\bar{x}) µg/g	76,5	85,3	156,5	45,4	32,7
				15,8 (*)	61,8 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_r) µg/g	3,5	1,3	6,5	4,4	3,6
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_r) (%)	4,6	1,5	4,2	14,2	7,6
Repeterbarhetsgräns (t) µg/g	9,8	3,5	18,3	12,2	10,0
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) µg/g	13	15	24,1	7,3	9,0
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	16,4	17,5	15,4	23,7	19,1
Reproducerbarhetsgräns (R) µg/g	35,2	41,8	67,4	20,3	25,2

Provtyper:

A Konjak, dubbel-blind-försök.

B Kirsch, dubbel-blind-försök.

C Grappa, dubbel-blind-försök.

D Whisky, "split level" (*).

E Rom, "split level" (*).

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	32
Antal prov	5
Analyt	metanol

Prov	A	B	C	D	E
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	26	27	27	28	25
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	4	3	3	1	4
Antal godkända resultat	52	54	54	56	50
Medelvärde (\bar{x}) µg/g	319,8	2 245	1 326	83,0	18,6
				61,5 (*)	28,9 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_r) µg/g	4,4	27	22	1,5	1,3
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_r) (%)	1,4	1,2	1,7	2,1	5,6
Repeterbarhetsgräns (t) µg/g	12,3	74,4	62,5	4,3	3,8
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) µg/g	13	99	60	4,5	2,8
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	3,9	4,4	4,6	6,2	11,8
Reproducerbarhetsgräns (R) µg/g	35,2	278,3	169,1	12,5	7,9

Provtyper:

A Konjak, dubbel-blind-försök.

B Kirsch, dubbel-blind-försök.

C Grappa, dubbel-blind-försök.

D Whisky, "split level" (*).

E Rom, "split level" (*).

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	32
Antal prov	4
Analyt	butan-2-ol

Prov	A	B	C	E
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	21	27	29	22
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	4	3	1	3
Antal godkända resultat	42	54	58	44
Medelvärde (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	5,88	250,2	27,57	5,83 14,12 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_r) $\mu\text{g/g}$	0,40	2,2	0,87	0,64
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_r) (%)	6,8	0,9	3,2	6,4
Repeterbarhetsgräns (r) $\mu\text{g/g}$	1,1	6,1	2,5	1,8
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,89	13	3,2	0,87
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	15,2	5,1	11,5	8,7
Reproducerbarhetsgräns (R) $\mu\text{g/g}$	2,5	35,5	8,9	2,4

Provtyper:

A Konjak, dubbel-blind-försök.

B Kirsch, dubbel-blind-försök.

C Grappa, dubbel-blind-försök.

E Rom, "split level" (*).

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	32
Antal prov	5
Analyt	propan-1-ol

Prov	A	B	C	D	E
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	29	27	27	29	29
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	2	4	3	2	2
Antal godkända resultat	58	54	54	58	58
Medelvärde (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	86,4	3 541	159,1	272,1 229,3 (*)	177,1 222,1 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_r) $\mu\text{g/g}$	3,0	24	3,6	2,3	3,3
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_r) (%)	3,4	0,7	2,3	0,9	1,6
Repeterbarhetsgräns (r) $\mu\text{g/g}$	8,3	68,5	10,0	6,4	9,1
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) $\mu\text{g/g}$	5,3	150	6,5	9,0	8,1
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	6,1	4,1	4,1	3,6	4,1
Reproducerbarhetsgräns (R) $\mu\text{g/g}$	14,8	407,2	18,2	25,2	22,7

Provtyper:

A Konjak, dubbel-blind-försök.

B Kirsch, dubbel-blind-försök.

C Grappa, dubbel-blind-försök.

D Whisky, "split level" (*).

E Rom, "split level" (*).

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	32
Antal prov	5
Analyt	butan-1-ol

Prov	A	B	C
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	20	22	22
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	4	4	6
Antal godkända resultat	40	44	44
Medelvärde (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	3,79	5,57	7,54
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_p) $\mu\text{g/g}$	0,43	0,20	0,43
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_p) (%)	11,2	3,6	5,6
Repeterbarhetsgräns (t) $\mu\text{g/g}$	1,1	0,6	1,2
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) $\mu\text{g/g}$	0,59	0,55	0,82
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	15,7	9,8	10,8
Reproducerbarhetsgräns (R) $\mu\text{g/g}$	1,7	1,5	2,3

Provytyper:

A Konjak, dubbel-blind-försök.

B Kirsch, dubbel-blind-försök.

C Grappa, dubbel-blind-försök (*).

År då provningsjämförelsen gjordes	1997
Antal laboratorier	32
Antal prov	5
Analyt	2-metylpropan-1-ol

Prov	A	B	C	D	E
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	28	31	30	26	25
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	3	0	1	5	6
Antal godkända resultat	56	62	60	52	50
Medelvärde (\bar{x}) $\mu\text{g/g}$	174,2	111,7	185,0	291,0	115,99
				246,8 (*)	133,87 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_p) $\mu\text{g/g}$	2,3	1,6	2,5	1,8	0,74
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD_p) (%)	1,3	1,4	1,3	0,7	0,6
Repeterbarhetsgräns (t) $\mu\text{g/g}$	6,4	4,5	6,9	5,0	2,1
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) $\mu\text{g/g}$	8,9	8,9	9,7	6,0	6,2
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD_R) (%)	5,1	8,0	5,2	2,2	5,0
Reproducerbarhetsgräns (R) $\mu\text{g/g}$	24,9	24,9	27,2	16,9	17,4

Provytyper:

A Konjak, dubbel-blind-försök.

B Kirsch, dubbel-blind-försök.

C Grappa, dubbel-blind-försök.

D Whisky, "split level" (*).

E Rom, "split level" (*).

År då provningsjämförelsen gjordes 1997
 Antal laboratorier 32
 Antal prov 5
 Analyt 2-metyl-butan-1-ol

Prov	A	B	C	D	E
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	25	26	25	27	25
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	3	2	3	1	2
Antal godkända resultat	50	52	50	54	50
Medelvärde (\bar{x}) µg/g	113,0	48,3	91,6	72,1	39,5
				45,2 (*)	61,5 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_p) µg/g	2,1	1,5	1,7	2,3	2,3
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD _p) (%)	1,9	3,1	1,8	3,9	4,5
Repeterbarhetsgräns (r) µg/g	6,0	4,2	4,7	6,4	6,3
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) µg/g	7,4	3,8	6,6	4,7	4,5
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD _R) (%)	6,6	7,9	7,2	8,1	8,8
Reproducerbarhetsgräns (R) µg/g	20,8	10,7	18,4	13,3	12,5

Provtyper:

- A Konjak, dubbel-blind-försök.
 B Kirsch, dubbel-blind-försök.
 C Grappa, dubbel-blind-försök.
 D Whisky, "split level" (*).
 E Rom, "split level" (*).

År då provningsjämförelsen gjordes 1997
 Antal laboratorier 32
 Antal prov 5
 Analyt 3-metyl-butan-1-ol

Prov	A	B	C	D	E
Antal kvarvarande laboratorier efter eliminering av avvikande mätvärden	23	23	24	27	21
Antal avvikande mätvärden (laboratorier)	5	5	4	1	6
Antal godkända resultat	46	46	48	54	42
Medelvärde (\bar{x}) µg/g	459,4	242,7	288,4	142,2	212,3
				120,4 (*)	245,6 (*)
Standardavvikelse, repeterbarhet (S_p) µg/g	5,0	2,4	3,4	2,4	3,2
Relativ standardavvikelse, repeterbarhet (RSD _p) (%)	1,1	1,0	1,2	1,8	1,4
Repeterbarhetsgräns (r) µg/g	13,9	6,6	9,6	6,6	9,1
Standardavvikelse, reproducerbarhet (S_R) µg/g	29,8	13	21	8,5	6,7
Relativ standardavvikelse, reproducerbarhet (RSD _R) (%)	6,5	5,2	7,3	6,5	2,9
Reproducerbarhetsgräns (R) µg/g	83,4	35,4	58,8	23,8	18,7

Provtyper:

- A Konjak, dubbel-blind-försök.
 B Kirsch, dubbel-blind-försök.
 C Grappa, dubbel-blind-försök.
 D Whisky, "split level" (*).
 E Rom, "split level" (*).