

ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΚ) αριθ. 796/2002 ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 6ης Μαΐου 2002

περί τροποποίησης του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2568/91 σχετικά με τον προσδιορισμό των χαρακτηριστικών των ελαιολάδων και των πυρηνελαιών καθώς και με τις σχετικές μεθόδους προσδιορισμού και τις συμπληρωματικές σημειώσεις που εμφανίζονται στο παράρτημα του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2658/87 του Συμβουλίου, για τη δασμολογική και στατιστική ονοματολογία και το κοινό δασμολόγιο

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Κοινότητας,

τον κανονισμό αριθ. 136/66/ΕΟΚ του Συμβουλίου, της 22ας Σεπτεμβρίου 1966, περί δημιουργίας κοινής οργανώσεως αγοράς στον τομέα των λιπαρών υλών ⁽¹⁾, όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1513/2001 ⁽²⁾, και ιδίως το άρθρο 35α,

τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 2658/87 του Συμβουλίου, της 23ης Ιουλίου 1987, για τη δασμολογική και στατιστική ονοματολογία και το κοινό δασμολόγιο ⁽³⁾, όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 578/2002 της Επιτροπής ⁽⁴⁾, και ιδίως το άρθρο 9,

Εκτιμώντας τα ακόλουθα:

- (1) Ο κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 2568/91 της Επιτροπής, της 11ης Ιουλίου 1991, σχετικά με τον προσδιορισμό των χαρακτηριστικών των ελαιολάδων και των πυρηνελαιών καθώς και με τις μεθόδους προσδιορισμού ⁽⁵⁾, όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 2042/2001 ⁽⁶⁾, ορίζει τα φυσικοχημικά και οργανοληπτικά χαρακτηριστικά των ελαιολάδων και πυρηνελαιών καθώς και τις μεθόδους αξιολόγησης των χαρακτηριστικών αυτών. Από την 1η Νοεμβρίου 2001, ο ορισμός της κατηγορίας του ακατέργαστου πυρηνελαιίου, που παρατίθεται στο σημείο 4 του παραρτήματος του κανονισμού αριθ. 136/66/ΕΟΚ, προβλέπει ότι ορισμένα ελαιόλαδα που λαμβάνονται από ελαιοπυρήνες αντιστοιχούν, εξαιρουμένων ορισμένων συγκεκριμένων χαρακτηριστικών, στα λαμπάντε ελαιόλαδα.
- (2) Προκειμένου να γίνεται διάκριση μεταξύ των ελαίων που λαμβάνονται με φυγοκέντρηση των ελαιοπυρήνων και των λαμπάντε ελαιολάδων, ελλείψει αναλυτικής παραμέτρου, θα πρέπει να καθοριστούν οριακές τιμές σχετικά με τη σύστασή τους σε κηρούς, σε ερυθροδιόλη και ουβαόλη ή σε ολικές αλειφατικές αλκοόλες για τη διαφοροποίηση των ελαίων αυτών, ανεξάρτητα από τις μεθόδους παραγωγής τους. Για το σκοπό αυτό, θα πρέπει να καθοριστεί μέθοδος για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε ολικές αλειφατικές αλκοόλες.
- (3) Αυτά τα νέα όρια καθιστούν αναγκαία την τροποποίηση της συμπληρωματικής σημείωσης 2 του κεφαλαίου 15 της συνδασμένης ονοματολογίας που εμφανίζεται στο παράρτημα Ι του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2658/87. Με την ευκαιρία αυτή πρέπει να διαγραφεί το άρθρο 5 και το παράρτημα XIV του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2568/91 καθώς και ορι-

σμένα λάθη που έγιναν στο κείμενο του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2568/91.

- (4) Προκειμένου να εναρμονιστούν οι διαδικασίες παρασκευής μεθυλεστερών λιπαρών οξέων με σκοπό να αναλυθεί η σύσταση των ελαίων σε λιπαρά οξέα, η τεχνική εξέλιξη των αναλυτικών μεθόδων επιτρέπει, συναρτήσει της ελεύθερης οξύτητας των ελαίων, να μειωθούν σε δύο οι μέθοδοι που παρατίθενται στο ισχύον επί του παρόντος παράρτημα X Β.
- (5) Με βάση την κτηθείσα εμπειρία, το διεθνές συμβούλιο ελαιολάδου εκπόνησε μια νέα μέθοδο αξιολόγησης των οργανοληπτικών χαρακτηριστικών των παρθένων ελαιολάδων. Η μέθοδος αυτή αποδεικνύεται πλέον αξιόπιστη και απλούστερη από τη σημερινή μέθοδο που προβλέπεται στο παράρτημα XII του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2568/91. Είναι επομένως σκόπιμο να αντικατασταθεί η μέθοδος που προβλέπεται στο παράρτημα XII από την καινούργια μέθοδο οργανοληπτικής αξιολόγησης των παρθένων ελαιολάδων.
- (6) Για την εφαρμογή της νέας μεθόδου οργανοληπτικής αξιολόγησης, είναι αναγκαίο να προβλεφθεί διαδικασία διατήρησης σε περίπτωση αντίφασης μεταξύ της δηλούμενης κατηγορίας και του αποτελέσματος της αξιολόγησης από την αναγνωρισμένη ομάδα δοκιμαστών.
- (7) Προκειμένου να κατοχυρωθούν οι όροι διεξαγωγής των αναλύσεων και λαμβάνοντας υπόψη τη γεωγραφική διασπορά ορισμένων περιφερειών, είναι αναγκαίο να προβλεφθεί διαφορετική προθεσμία για την αποστολή των δειγμάτων στο εργαστήριο μετά τη λήψη τους, συνεκτιμώντας τις κλιματολογικές συνθήκες εκάστης εποχής. Για την ταξινόμηση των ελαίων, είναι σκόπιμο να διευκρινιστεί ότι τα αποτελέσματα των αναλύσεων συγκρίνονται με τα όρια που προβλέπονται από τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 2568/91, στα οποία ήδη λαμβάνονται υπόψη τα περιθώρια επαναληψιμότητας και αναπαραγωγιμότητας των χρησιμοποιούμενων αναλυτικών μεθόδων.
- (8) Για να υπάρξει μια περίοδος προσαρμογής στα νέα πρότυπα και να καταστεί δυνατή η υιοθέτηση των αναγκαίων για την εφαρμογή τους μέσω και για να μην προκληθούν αναστατώσεις στις εμπορικές συναλλαγές, είναι σκόπιμο να μεταφερθεί στην 1η Σεπτεμβρίου 2002 η χρονική στιγμή εφαρμογής των προβλεπόμενων με τον παρόντα κανονισμό τροποποιήσεων και να προβλεφθεί εξαίρεση για τα ελαιόλαδα και τα πυρηνέλαια που έχουν συσκευασθεί για το λιανικό εμπόριο πριν από την ημερομηνία αυτή.
- (9) Τα υπαγόμενα στις αντίστοιχες αρμοδιότητές τους μέτρα που προβλέπονται στον παρόντα κανονισμό είναι σύμφωνα με τη γνώμη της επιτροπής διαχείρισης λιπαρών ουσιών καθώς και της επιτροπής τελωνειακού κώδικα,

⁽¹⁾ ΕΕ 172 της 30.9.1966, σ. 3025/66.

⁽²⁾ ΕΕ L 201 της 26.7.2001, σ. 4.

⁽³⁾ ΕΕ L 256 της 7.9.1987, σ. 1.

⁽⁴⁾ ΕΕ L 97 της 13.4.2002, σ. 1.

⁽⁵⁾ ΕΕ L 248 της 5.9.1991, σ. 1.

⁽⁶⁾ ΕΕ L 276 της 19.10.2001, σ. 8.

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

Άρθρο 1

Ο κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 2568/91 τροποποιείται ως εξής:

1. Στο άρθρο 2 παράγραφος 1:

α) η τρίτη περίπτωση αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«— για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε κηρούς, η μέθοδος που αναφέρεται στο παράρτημα IV.»

β) προστίθεται η ακόλουθη περίπτωση:

«— για τον προσδιορισμό του περιεχομένου σε αλειφατικές αλκοόλες, η μέθοδος που αναφέρεται στο παράρτημα XIX.»

2. Στο άρθρο 2, η παράγραφος 2 αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«2. Η εκτίμηση των οργανοληπτικών χαρακτηριστικών των παρθένων ελαιολάδων από τις εθνικές αρχές ή τους αντιπροσώπους τους πραγματοποιείται από ομάδες δοκιμαστών αναγνωρισμένες από τα κράτη μέλη.

Τα οργανοληπτικά χαρακτηριστικά ενός ελαιολάδου που αναφέρονται στο πρώτο εδάφιο θεωρούνται σύμφωνα με τη δηλούμενη κατηγορία του ελαιολάδου αν η αναγνωρισμένη από το υπόψη κράτος μέλος ομάδα επιβεβαιώσει τη συγκεκριμένη κατάταξη.

Στην περίπτωση που η αναγνωρισμένη ομάδα δεν επιβεβαιώσει τη δήλωση σε ό,τι αφορά τα οργανοληπτικά χαρακτηριστικά της κατηγορίας του δηλωθέντος ελαιολάδου, οι εθνικές αρχές ή οι αντιπρόσωποι τους διενεργούν ύστερα από αίτηση του ενδιαφερομένου δύο κατ'έφεση αναλύσεις από άλλες αναγνωρισμένες ομάδες, από τις οποίες η μία τουλάχιστον πραγματοποιείται από ομάδα αναγνωρισμένη από το κράτος μέλος παραγωγής του ελαιολάδου. Τα υπόψη χαρακτηριστικά θεωρούνται σύμφωνα με τα δηλωθέντα αν οι δύο κατ'έφεση αναλύσεις επιβεβαιώσουν τη συγκεκριμένη κατάταξη. Σε αντίθετη περίπτωση τα έξοδα των κατέφεση αναλύσεων, με την επιφύλαξη των κυρώσεων που έχουν επιβληθεί, καταλογίζονται στον ενδιαφερόμενο.»

3. Στο άρθρο 2, η παράγραφος 3 δεύτερο εδάφιο αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«Με την επιφύλαξη των διατάξεων της προδιαγραφής EN ISO 5555 και του κεφαλαίου 6 της προδιαγραφής EN ISO 661, τα δείγματα προφυλάσσονται από το φως και από υψηλές θερμοκρασίες το ταχύτερο δυνατό και αποστέλλονται στο εργαστήριο για τις αναλύσεις το αργότερο:

- τη δέκατη εργάσιμη ημέρα ύστερα από εκείνη της λήψης, κατά τους μήνες Οκτώβριο έως Μάιο και
- την πέμπτη εργάσιμη ημέρα ύστερα από εκείνη της λήψης, κατά τους μήνες από Ιούνιο έως Σεπτέμβριο.»

4. Στο άρθρο 2 προστίθεται η ακόλουθη παράγραφος 5:

«5. Ο προσδιορισμός των χαρακτηριστικών των ελαιολάδων πραγματοποιείται με τις μεθόδους που προβλέπονται στην παράγραφο 1, και τα αποτελέσματα των αναλύσεων συγκρίνονται απευθείας με τα όρια που προβλέπονται από τον παρόντα κανονισμό.»

5. Τα άρθρα 3 και 3α καταργούνται.

6. Το άρθρο 3β γίνεται άρθρο 3.

7. Στο άρθρο 4, η παράγραφος 1 αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«1. Για την εκτίμηση και τον έλεγχο από τις αρμόδιες αρχές ή τον εκπρόσωπό τους των οργανοληπτικών χαρακτηριστικών, τα κράτη μέλη δύνανται να αναγνωρίζουν ομάδες δοκιμαστών.

Οι όροι αναγνώρισης καθορίζονται από τα κράτη μέλη έτσι, κυρίως, ώστε:

- να ανταποκρίνονται στους όρους του παραρτήματος XII σημείο 4,
- να διασφαλίζεται ότι η κατάρτιση του επικεφαλής της ομάδας πραγματοποιείται από ίδρυμα και υπό προϋποθέσεις αναγνωρισμένες για το σκοπό αυτό από το κράτος μέλος,
- η εγκυρότητα των λαμβανόμενων αποτελεσμάτων των εξετάσεων να υπόκειται σε σύστημα ετήσιου ελέγχου διαμορφωμένο από το κράτος μέλος.

Κάθε κράτος μέλος κοινοποιεί στην Επιτροπή κατάλογο των αναγνωρισμένων ομάδων καθώς και τα μέτρα που ελήφθησαν σύμφωνα με την παρούσα παράγραφο.»

8. Το άρθρο 5 διαγράφεται.

9. Τα παραρτήματα τροποποιούνται σύμφωνα με το παράρτημα του παρόντος κανονισμού.

Άρθρο 2

Η συμπληρωματική σημείωση 2 του κεφαλαίου 15 της συνδυασμένης ονοματολογίας που εμφανίζεται στο παράρτημα I του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2658/87 τροποποιείται ως εξής:

1. Στο σημείο Β I, το στοιχείο α) αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«α) περιεκτικότητα σε κηρούς όχι ανώτερη από 300 mg/kg.»

2. Στο σημείο Β I στοιχείο ζ) το σημείο 4 αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«4. οργανοληπτικά χαρακτηριστικά από τα οποία εμφανίζεται διάμεσος τιμή ελαττωμάτων ανώτερη από 6,0 σύμφωνα με το παράρτημα XII του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2568/91.»

3. Στο σημείο Β II, το στοιχείο ζ) αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«ζ) οργανοληπτικά χαρακτηριστικά από τα οποία διαφαίνεται διάμεση τιμή ελαττωμάτων κατώτερη ή ίση με 6,0 σύμφωνα με το παράρτημα XII του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2568/91.»

4. Στο σημείο Δ, το στοιχείο β) αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«β) περιεκτικότητα σε ερυθροδιόλη και ουβαόλη ανώτερη από 4,5 %.»

Άρθρο 3

Ο παρών κανονισμός αρχίζει να ισχύει την έβδομη ημέρα από τη δημοσίευσή του στην *Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων*.

Για τα συσκευασμένα για το λιανικό εμπόριο ελαιόλαδα και πυρηνέλαια, εφαρμόζεται από την 1η Σεπτεμβρίου 2002.

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

Βρυξέλλες, 6 Μαΐου 2002.

Για την Επιτροπή
Franz FISCHLER
Μέλος της Επιτροπής

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

1. Στα περιεχόμενα των παραρτημάτων του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2568/91:
 - α) παράρτημα XIV: διαγράφονται οι συμπληρωματικές σημειώσεις 2, 3 και 4 του κεφαλαίου 15 της συνδυασμένης ονοματολογίας·
 - β) προστίθεται ο ακόλουθος τίτλος: «Παράρτημα XIX: Μέθοδος προσδιορισμού του περιεχομένου σε αλειφατικές αλκοόλες».
2. Το παράρτημα I αντικαθίσταται από τους πίνακες και το ακόλουθο κείμενο:

«ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΤΟΥ ΕΛΑΙΟΛΑΔΟΥ

Κατηγορία	Οξύτητα (%) (*)	Δείκτης υπεροξειδίου mEq O ₂ /kg (*)	Αλογονωμένοι διαλύτες mg/kg (*) (1)	Κηροί mg/kg (**)	Κορεσμένα λιπαρά οξέα στη θέση 2 τριγλυκερίδια (%)	Στιγμασταδίενια mg/kg (2)	Διαφορά HPLC και ECN42: Θεωρητικός υπολογισμός	K ₂₃₂ (*)	K ₂₇₀ (*)	K ₂₇₀ ύστερα από διέλευση υπεράνω αλουμίνιας (2)	Δ-K (*)	Οργανοληπτική αξιολόγηση Διάμεση τιμή του ελαττώματος (Με) (*)	Οργανοληπτική αξιολόγηση Διάμεση τιμή του φρουτώδους (Μφ) (*)
1. Εξαιρετικό παρθένο ελαιόλαδο	≤ 1,0	≤ 20	≤ 0,20	≤ 250	≤ 1,3	≤ 0,15	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,20	≤ 0,10	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
2. Παρθένο ελαιόλαδο	≤ 2,0	≤ 20	≤ 0,20	≤ 250	≤ 1,3	≤ 0,15	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,10	≤ 0,01	Md ≤ 2,5	Mf > 0
3. Κουράντε παρθένο ελαιόλαδο	≤ 3,3	≤ 20	≤ 0,20	≤ 250	≤ 1,3	≤ 0,15	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,10	≤ 0,01	Md ≤ 6,0 (*)	—
4. Λαμπάντε παρθένο ελαιόλαδο	> 3,3	> 20	> 0,20	≤ 300 (5)	≤ 1,3	≤ 0,50	≤ 0,3	≤ 3,70	> 0,25	≤ 0,11	—	Md > 6	—
5. Εξευγενισμένο ελαιόλαδο	≤ 0,5	≤ 5	≤ 0,20	≤ 350	≤ 1,5	—	≤ 0,3	≤ 3,40	≤ 1,20	—	≤ 0,16	—	—
6. Ελαιόλαδο	≤ 1,5	≤ 15	≤ 0,20	≤ 350	≤ 1,5	—	≤ 0,3	≤ 3,30	≤ 1,00	—	≤ 0,13	—	—
7. Ακατέργαστο πυρηνέλαιο	> 0,5 (**)	—	—	> 350 (6)	≤ 1,8	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—	—
8. Εξευγενισμένο πυρηνέλαιο	≤ 0,5	≤ 5	≤ 0,20	> 350	≤ 2,0	—	≤ 0,5	≤ 5,50	≤ 2,50	—	≤ 0,25	—	—
9. Πυρηνέλαιο	≤ 1,5	≤ 15	≤ 0,20	> 350	≤ 2,0	—	≤ 0,5	≤ 5,30	≤ 2,00	—	≤ 0,20	—	—

(1) Συνολικό μέγιστο ανώτατο όριο για τις ολικές αλογονωμένες ενώσεις που ανιχνεύονται με ανιχνευτή σύλληψης ηλεκτρονίων.

Για τα στοιχεία που ανιχνεύονται μεμονωμένα, το ανώτατο όριο είναι 0,10 mg/kg.

(2) Άθροισμα ισομερών που θα μπορούσαν να διαχωριστούν (ή όχι) με τριχοειδή στήλη.

(3) Για να προσδιοριστεί η παρουσία εξευγενισμένων ελαίων, όταν το K₂₇₀ υπερβαίνει το όριο της σχετικής κατηγορίας, πρέπει να πραγματοποιηθεί νέος προσδιορισμός του K₂₇₀ ύστερα από διαβίβαση υπεράνω αλουμίνιας.

(4) Εάν η διάμεση τιμή του φρουτώδους ισούται με 0, η διάμεση τιμή του ελαττώματος πρέπει να είναι κατώτερη ή ίση με 2,5.

(5) Τα έλαια με περιεκτικότητα σε κηρούς που περιλαμβάνεται μεταξύ 300 mg/kg και 350 mg/kg θεωρούνται ως λαμπάντε παρθένα ελαιόλαδα, αν οι ολικές αλειφατικές αλκοόλες είναι κατώτερες από ή ίσες με 350 mg/kg ή αν το ποσοστό σε ερυθροδιόλη και ουβαόλη είναι κατώτερο ή ίσο του 3,5.

(6) Τα έλαια με περιεκτικότητα σε κηρούς που περιλαμβάνεται μεταξύ 300 mg/kg και 350 mg/kg θεωρούνται ως ακατέργαστα πυρηνέλαια, αν οι ολικές αλειφατικές αλκοόλες είναι ανώτερες από 350 mg/kg και αν το ποσοστό σε ερυθροδιόλη και ουβαόλη είναι ανώτερο του 3,5.

Κατηγορία	Περιεκτικότητα σε οξέα						Άθροισμα των ισομερών trans-ελαϊκού οξέος (%)	Άθροισμα trans-λινο-λαϊκού και trans-λινο-λενικού οξέος (%)	Χοληστερόλη (%)	Βρασικαστερόλη (%)	Καμπιστερόλη (%)	Στιγμαστερόλη (%)	Β-σιτοστερόλη (%) ⁽¹⁾	Δ-7-στιγμαστερόλη (%)	Σύνολο στερόλες (mg/kg)	Ερυθροδιόλη και ουβαόλη (%) ^(**)
	Μυριστικό (%)	Λινολενικό (%)	Αραχιδικό (%)	Εικοσανικό (%)	Βεχενικό (%)	Λιγνοκηρικό (%)										
1. Εξαιρετικό παρθένο ελαιόλαδο	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
2. Παρθένο ελαιόλαδο	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
3. Κουράντε παρθένο ελαιόλαδο	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
4. Λαμπάντε παρθένο ελαιόλαδο	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,10	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5 ⁽²⁾
5. Εξευγενισμένο ελαιόλαδο	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
6. Ελαιόλαδο	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
7. Ακατέργαστο πυρηνέλαιο	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 2 500	> 4,5 ⁽³⁾
8. Εξευγενισμένο πυρηνέλαιο	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 800	> 4,5
9. Πυρηνέλαιο	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 600	> 4,5

⁽¹⁾ Άθροισμα των: δ-5,23-στιγμασταδιενόλη + κλεροστερόλη + β-σιτοστερόλη + σιτοτανόλη + δ-5-αβναστερόλη + δ-5,24-στιγμασταδιενόλη.

⁽²⁾ Τα έλαια με περιεκτικότητα σε κηρούς που περιλαμβάνεται μεταξύ 300 mg/kg και 350 mg/kg θεωρούνται ως λαμπάντε παρθένα ελαιόλαδα, αν οι ολικές αλειφατικές αλκοόλες είναι κατώτερες από ή ίσες με 350 mg/kg ή αν το ποσοστό σε ερυθροδιόλη και ουβαόλη είναι κατώτερο ή ίσο του 3,5.

⁽³⁾ Τα έλαια με περιεκτικότητα σε κηρούς που περιλαμβάνεται μεταξύ 300 mg/kg και 350 mg/kg θεωρούνται ως ακατέργαστα πυρηνέλαια, αν οι ολικές αλειφατικές αλκοόλες είναι ανώτερες από 350 mg/kg και αν το ποσοστό σε ερυθροδιόλη και ουβαόλη είναι ανώτερο του 3,5.

Σημειώσεις:

- α) Τα αποτελέσματα των αναλύσεων πρέπει να εκφράζονται αναγράφοντας τον ίδιο αριθμό δεκαδικών ψηφίων με αυτά που προβλέπονται για κάθε χαρακτηριστικό. Ο τελευταίος αριθμός πρέπει να αυξάνεται κατά μία μονάδα εάν ο τελευταίος αριθμός υπερβαίνει το 4.
- β) Αρκεί και ένα μόνο χαρακτηριστικό να μην συμφωνεί με τις αναγραφόμενες αξίες ώστε το ελαιόλαδο να αλλάξει κατηγορία ή να δηλωθεί ότι δεν είναι σύμφωνο όσον αφορά την καθαρότητα.
- γ) Τα χαρακτηριστικά που σημειώνονται με έναν αστερίσκο (*), τα οποία αναφέρονται στην ποιότητα του ελαιολάδου, συνεπάγονται ότι:
— για το λαμπάντε παρθένο ελαιόλαδο, τα σχετικά ανώτατα όρια (με εξαίρεση το K₂₃₂) μπορεί να μην πληρούνται συγχρόνως,
— για τα άλλα παρθένα ελαιόλαδα, η μη τήρηση τουλάχιστον ενός των ορίων αυτών συνεπάγεται αλλαγή κατηγορίας, παραμένοντας όμως σε μία των κατηγοριών των παρθένων ελαιολάδων.
- δ) Τα χαρακτηριστικά που αναγράφονται με δύο αστερίσκους (**) συνεπάγονται ότι, για όλα τα πυρηνέλαια που αφορούν τα σχετικά όρια, μπορούν να πληρούνται συγχρόνως.»

3. Το παράρτημα X Β αντικαθίσταται από το ακόλουθο παράρτημα:

«ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ X Β

ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΜΕΘΥΛΕΣΤΕΡΩΝ ΛΙΠΑΡΩΝ ΟΞΕΩΝ ΕΛΑΙΟΛΑΔΟΥ ΚΑΙ ΠΥΡΗΝΕΛΑΙΟΥ

Για την παρασκευή των μεθυλεστέρων λιπαρών οξέων ελαιολάδου και πυρηνελαίων συνιστώνται οι ακόλουθες δύο μέθοδοι:

Μέθοδος Α: Μετεστεροποίηση εν ψυχρώ μέσω μεθανολικού διαλύματος υδροξειδίου του καλίου

Μέθοδος Β: Μεθυλίωση εν θερμώ μέσω μεθανολικού διαλύματος μεθυλικού νατρίου ακολουθούμενη από εστεροποίηση σε όξινο περιβάλλον.

Η επιλογή της μίας ή της άλλης μεθόδου εξαρτάται από την προς προσδιορισμό αναλυτική παράμετρο και από την κατηγορία του ελαίου, όπως υποδεικνύεται παρακάτω:

α) προσδιορισμός της διαφοράς μεταξύ πραγματικής και θεωρητικής περιεκτικότητας σε τριγλυκερίδια με την ECN42 (ΔECN42):

— η μέθοδος Α εφαρμόζεται σε δείγματα ελαίων όλων των κατηγοριών ύστερα από καθαρισμό του ελαίου μέσω διέλευσής του από στήλη διοξειδίου του πυριτίου:

β) προσδιορισμός της συστάσεως σε λιπαρά οξέα:

— η μέθοδος Α εφαρμόζεται απευθείας σε δείγματα ελαίων των κατωτέρω κατηγοριών:

- παρθένο ελαιόλαδο με ελεύθερη οξύτητα κάτω του 3,3 %,
- εξευγενισμένο παρθένο ελαιόλαδο,
- ελαιόλαδο (μείγμα παρθένου ελαιολάδου και εξευγενισμένου παρθένου ελαιολάδου),
- εξευγενισμένο πυρηνέλαιο,
- πυρηνέλαιο (μείγμα παρθένου ελαιολάδου και εξευγενισμένου πυρηνελαίου),

— η μέθοδος Β εφαρμόζεται απευθείας σε δείγματα ελαίων των κατωτέρω κατηγοριών:

- παρθένο ελαιόλαδο με ελεύθερη οξύτητα άνω του 3,3 %,
- ακατέργαστο πυρηνέλαιο,

γ) προσδιορισμός των trans ισομερών λιπαρών οξέων:

— η μέθοδος Α εφαρμόζεται απευθείας σε δείγματα ελαίων των κατωτέρω κατηγοριών:

- παρθένο ελαιόλαδο με ελεύθερη οξύτητα κάτω του 3,3 %,
- εξευγενισμένο παρθένο ελαιόλαδο,
- ελαιόλαδο (μείγμα παρθένου ελαιολάδου και εξευγενισμένου παρθένου ελαιολάδου),
- εξευγενισμένο πυρηνέλαιο,
- πυρηνέλαιο (μείγμα παρθένου ελαιολάδου και εξευγενισμένου πυρηνελαίου),

— η μέθοδος Β εφαρμόζεται απευθείας σε δείγματα ελαίων των κατωτέρω κατηγοριών ύστερα από καθαρισμό του ελαίου μέσω διέλευσής του από στήλη διοξειδίου του πυριτίου:

- παρθένο ελαιόλαδο με ελεύθερη οξύτητα άνω του 3,3 %,
- ακατέργαστο πυρηνέλαιο.

ΚΑΘΑΡΙΣΜΟΣ ΔΕΙΓΜΑΤΩΝ ΕΛΑΙΟΥ

Εφόσον είναι αναγκαίο, τα δείγματα καθαρίζονται διοχετεύοντας το έλαιο από στήλη διοξειδίου του πυριτίου, χρησιμοποιώντας ως διαλύτη έκλυσης εξάνιο/διαιθυλαιθέρα (87:13, v/v), όπως περιγράφεται στη μέθοδο IUPAC 2.507.

Ως εναλλακτική μέθοδος, είναι δυνατή η προσφυγή σε εκχύλιση σε στερεά φάση χρησιμοποιώντας φύσιγγες διοξειδίου του πυριτίου. Φύσιγγα διοξειδίου του πυριτίου (1 g, 6 ml) τοποθετείται σε συσκευή εκλούσεως υπό κενό και πλένεται με 6 ml εξανίου. Η εφαρμογή κενού διακόπτεται για να αποφευχθεί ξήρανση της στήλης. Στη συνέχεια, εισάγεται στη στήλη διάλυμα ελαίου (περίπου 0,12 g) σε 0,5 ml εξανίου και εφαρμόζεται κενό για εισαγωγή του διαλύματος στο διοξείδιο του πυριτίου και στη συνέχεια γίνεται έκλυση με 10 ml εξανίου/διαιθυλαιθέρα (87:13 v/v) υπό κενό. Το σύνολο των εκλουσμάτων ομοιογενοποιείται και χωρίζεται σε δύο ίσα μέρη. Το ένα εκ των δύο μερών εξατμίζεται μέχρι ξηράσεως σε περιστροφικό εξατμιστήρα υπό ελαττωμένη πίεση και σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Το υπόλειμμα διαλύεται σε 1 ml επτανίου. Το λαμβανόμενο διάλυμα είναι έτοιμο για την ανάλυση των λιπαρών οξέων με CPG. Το δεύτερο μέρος εξατμίζεται και το υπόλειμμα διαλύεται σε 1 ml ακετόνης για ανάλυση των τριγλυκεριδίων, με HPCL εφόσον χρειάζεται.

ΜΕΘΟΔΟΙ ΠΑΡΑΣΚΕΥΗΣ ΜΕΘΥΛΕΣΤΕΡΩΝ ΛΙΠΑΡΩΝ ΟΞΕΩΝ

1. **Μέθοδος Α: Μετεστεροποίηση εν ψυχρώ με μεθανολικό διάλυμα υδροξειδίου του καλίου**

1.1. **Εφαρμογή**

Η ταχεία αυτή μέθοδος εφαρμόζεται σε ελαιόλαδα και πυρηνέλαια με περιεκτικότητα σε ελεύθερα λιπαρά οξέα κάτω του 3,3 %. Τα ελεύθερα λιπαρά οξέα δεν εστεροποιούνται με υδροξείδιο του καλίου. Οι αιθυλεστέρες των λιπαρών οξέων μετεστεροποιούνται βραδύτερα από τους γλυκεριδικούς εστέρες, ενώ είναι δυνατόν να μετεστεροποιηθούν μόνον μερικώς.

- 1.2. **Αρχή**
Οι μεθυλεστέρες σχηματίζονται με μετεστεροποίηση σε μεθανολικό διάλυμα υδροξειδίου του καλίου ως ενδιάμεση φάση πριν από τη σαπωνοποίηση (σημείο 5 της μεθόδου ISO 5509:2000, σημείο 5 της μεθόδου IUPAC 2.301).
- 1.3. **Αντιδραστήρια**
Μεθανόλη με περιεκτικότητα σε νερό όχι άνω του 0,5 % (m/m).
Επτάνιο χρωματογραφικής καθαρότητας.
Υδροξείδιο του καλίου, μεθανολικό διάλυμα περίπου 2 N: διαλύουμε 11,2 g υδροξειδίου του καλίου σε 100 ml μεθανόλης.
- 1.4. **Εξοπλισμός**
Δοκιμαστικοί σωλήνες με βιδωτό πώμα (χωρητικότητας 5 ml) εφοδιασμένο με παρέμβυσμα από PTFE.
Βαθμονομημένα ή αυτόματα σιφόνια των 2 και 0,2 ml.
- 1.5. **Τρόπος εργασίας**
Σε δοκιμαστικό σωλήνα με βιδωτό πώμα των 5 ml, ζυγίζονται περίπου 0,1 g δείγματος ελαίου. Προστίθενται 2 ml επτανίου και αναδεύονται. Προστίθενται 0,2 ml μεθανολικού διαλύματος 2 N υδροξειδίου του καλίου, ο σωλήνας πωματίζεται με το εφοδιασμένο με παρέμβυσμα από PTFE πώμα και το όλον αναδεύεται ισχυρά επί 30 δευτερόλεπτα. Ο σωλήνας αφήνεται σε ηρεμία μέχρις ότου το πάνω μέρος του διαλύματος να καταστεί διαυγές. Η άνω στιβάδα, η οποία και περιέχει τους μεθυλεστέρες, μεταγγίζεται. Το διάλυμα επτανίου είναι έτοιμο για έγχυση στο χρωματογράφο. Συνιστάται το διάλυμα να διατηρείται σε ψυγείο μέχρι τη στιγμή της χρωματογραφικής ανάλυσης και να αποφεύγεται η αποθήκευσή του επί χρονικό διάστημα άνω των δώδεκα ωρών.
2. **Μέθοδος Β: Μεθυλίωση εν θερμώ με μεθανολικό διάλυμα μεθυλικού νατρίου ακολουθούμενη από εστεροποίηση σε όξινο περιβάλλον**
- 2.1. **Εφαρμογή**
Η μέθοδος αυτή εφαρμόζεται σε ελαιόλαδα και πυρηνέλαια με περιεκτικότητα σε ελεύθερα λιπαρά οξέα άνω του 3,3 %.
- 2.2. **Αρχή**
Εξουδετέρωση των ελεύθερων λιπαρών οξέων και επίδραση αλκαλικού μεθανολικού διαλύματος στα γλυκερίδια, ακολουθούμενη από εστεροποίηση των λιπαρών οξέων σε όξινο περιβάλλον (σημείο 4.2 της μεθόδου IUPAC 2.301).
- 2.3. **Αντιδραστήρια**
— επτάνιο χρωματογραφικής καθαρότητας,
— μεθανόλη με περιεκτικότητα σε νερό όχι άνω του 0,5 % (m/m),
— μεθυλικό νάτριο, μεθανολικό διάλυμα 0,2 N: 5 g νατρίου διαλύονται σε 1 000 ml μεθανόλης (μπορεί να παρασκευαστεί από διαλύματα του εμπορίου),
— φαινολοφθαλείνη, 0,2 % μεθανολικό διάλυμα,
— θειικό οξύ, σε μεθανολικό διάλυμα 1 N: 3 ml θειικού οξέος 96 % προστίθενται σε 100 ml μεθανόλης,
— κορεσμένο διάλυμα χλωριούχου νατρίου σε νερό.
- 2.4. **Εξοπλισμός**
— ογκομετρική φιάλη χωρητικότητας 50 ml, με επίπεδο πυθμένα και μακρύ και στενό εσυρμισμένο λαιμό,
— κάδτος ψυκτήρας: αεροψυκτήρας (μήκους 1 m) με εσυρμισμένη άρθρωση,
— ρυθμιστής βρασμού,
— γυάλινο χωνί.
- 2.5. **Τρόπος εργασίας**
0,25 g δείγματος ελαίου προστίθενται σε ογκομετρική φιάλη με εσυρμισμένο λαιμό των 50 ml. Με τη βοήθεια του χωνιού, προστίθενται 10 ml του μεθανολικού διαλύματος 0,2 N μεθυλικού νατρίου και ο ρυθμιστής βρασμού. Το διάλυμα, έπειτα από δέκα λεπτά, πρέπει να γίνει διαυγές. Η αντίδραση τερματίζεται πρακτικά μετά δεκαπέντε λεπτά. Η φιάλη αποσύρεται από την πηγή θερμότητας, αναμένεται να σταματήσει η αναρροή, ο ψυκτήρας αποσύρεται και προστίθενται δύο σταγόνες διαλύματος φαινολοφθαλείνης. Στο μεθανολικό διάλυμα προστίθενται μερικά ml θειικού οξέος 1 N μέχρις ότου να καταστεί άχρουν και κατόπιν προστίθεται επιπλέον 1 ml ακόμη. Προσαρμόζεται ο ψυκτήρας και το διάλυμα φέρεται εκ νέου σε βρασμό επί είκοσι λεπτά περίπου. Η φιάλη αποσύρεται από την πηγή θερμότητας και επαναψύχεται σε ρεύμα ύδατος. Ο ψυκτήρας απομακρύνεται, προστίθενται 20 ml του κορεσμένου διαλύματος χλωριούχου νατρίου και το διάλυμα αναδεύεται. Προστίθενται 5 ml επτανίου, η φιάλη πωματίζεται και ανακινείται ζωηρά επί δεκαπέντε δευτερόλεπτα.

Αφήνεται να κατακαθίσει μέχρι πλήρους διαχωρισμού των δύο φάσεων. Προστίθεται εκ νέου μέρος του κορεσμένου διαλύματος χλωριούχου νατρίου μέχρις ότου η υδατική φάση φθάσει το κάτω μέρος του λαϊμού της φιάλης. Τους μεθυλεστέρες περιέχει η πάνω σπιβάδα που βρίσκεται στο λαϊμό της φιάλης. Το λαμβανόμενο διάλυμα είναι έτοιμο για έγχυση στον αεροχρωματογράφο.

Προσοχή: Η μεθυλίωση με τη μέθοδο Β πρέπει να γίνεται σε απαγωγό.

2.6. Εναλλακτικοί αντί της μεθυλίωσης τρόποι σύμφωνα με τη μέθοδο Β

2.6.1. Μέθοδος Γ

2.6.1.1. Αρχή

Η προς ανάλυση λιπαρή ύλη υποβάλλεται σε κατεργασία με μεθανολικό διάλυμα υδροχλωρικού οξέος σε κλειστό φιαλίδιο, στους 100 °C.

2.6.1.2. Εξοπλισμός

- Γυάλινο παχύτοιχο φιαλίδιο χωρητικότητας περίπου 5 ml (ύψος 40 έως 45 mm, διάμετρος 14 έως 16 mm).
- Βαθμονομημένα σιφώνια του 1 και 2 ml.

2.6.1.3. Αντιδραστήρια

Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος σε 2 % μεθανόλη, παρασκευαζόμενο από αέριο υδροχλώριο και άνυδρη μεθανόλη (σημείωση 1).

Εξάνιο χρωματογραφικής καθαρότητας.

Σημείωση 1: Είναι δυνατόν να χρησιμοποιηθούν διαλύματα υδροχλωρίου σε μεθανόλη του εμπορίου. Στο εργαστήριο, είναι εύκολο να παρασκευαστούν μικρές ποσότητες αερίου υδροχλωρίου τροποποιώντας το διάλυμα του εμπορίου ($P = 1,18$), με προσθήκη μερικών σταγονών πυκνού θεικού οξέος. Επειδή η μεθανόλη απορροφά ισχυρώς το αέριο υδροχλώριο, σκόπιμο είναι να λαμβάνονται όλες οι δυνατές προφυλάξεις χρήσεως κατά τη διάλυση (π.χ. εισαγωγή του αερίου με τη βοήθεια μικρού ανεστραμμένου χωνιού που μόλις εγγίζει την επιφάνεια της μεθανόλης). Είναι δυνατόν να παρασκευαστούν εκ των προτέρων σημαντικές ποσότητες μεθανολικών διαλυμάτων υδροχλωρικού οξέος που διατηρούνται απόλυτα στο σκότος μέσα σε φιάλες εφοδιασμένες με γυάλινο πώμα. Το αντιδραστήριο αυτό μπορεί επίσης να παρασκευαστεί διαλύοντας ακετυλοχλωρίδιο σε άνυδρη μεθανόλη.

2.6.1.4. Τρόπος λειτουργίας

- Στο γυάλινο φιαλίδιο προστίθενται 0,2 g λιπαρής ύλης που έχει προηγουμένως ξηρανθεί με θεικό νάτριο και διηθηθεί, και κατόπιν προστίθενται 2 ml του μεθανολικού διαλύματος υδροχλωρικού οξέος. Το φιαλίδιο κλείνεται.
- Το φιαλίδιο βυθίζεται σε λουτρό στους 100 °C επί 40 λεπτά.
- Το φιαλίδιο ψύχεται σε ρεύμα ύδατος, το ανοίγουμε και προστίθενται 2 ml απεσταγμένου νερού και 1 ml εξανίου.
- Φυγοκεντρώμε και η εξανική φάση απομακρύνεται, έτοιμη προς χρήση.

2.6.2. Μέθοδος Δ

2.6.2.1. Αρχή

Η προς ανάλυση λιπαρή ύλη θερμαίνεται υπό αναρροή με μεθανόλη, εξάνιο και θειικό οξύ. Οι λαμβανόμενοι ούτως μεθυλεστέρες εκχυλίζονται με πετρελαϊκό αιθέρα.

2.6.2.2. Εξοπλισμός

- Δοκιμαστικός σωλήνας χωρητικότητας περίπου 20 ml με κάθετο αεροψυκτήρα μήκους περίπου 1 m, εφοδιασμένο με εσφυρισμένη άρθρωση.
- Βαθμονομημένο σιφώνιο 5 ml.
- Διαχωριστική χοάνη 50 ml.
- Ογκομετρικοί κύλινδροι των 10 και 25 ml.
- Δοκιμαστικός σωλήνας με κωνικό πυθμένα των 15 ml.

2.6.2.3. Αντιδραστήρια

- Αντιδραστήριο μεθυλίωσης: άνυδρη μεθανόλη, εξάνιο και πυκνό θειικό οξύ ($p = 1,84$ στην ακόλουθη αναλογία: 75:25:1 (V/V/V)).

- Πετρελαϊκός αιθέρας 40 έως 60 °C.
- Άνυδρο θειικό νάτριο.

2.6.2.4. Τρόπος εργασίας

Στο σωλήνα των 20 ml εισάγονται 0,1 g ελαίου και προστίθενται 5 ml από το αντιδραστήριο μεθυλίωσης. Συνδέεται ο ψυκτήρας και θερμαίνουμε σε υδρόλουτρο μέχρι βρασμού επί 30 λεπτά (σημείωση 2).

Το μείγμα μεταφέρεται ποσοτικά σε διαχωριστική χοάνη 50 ml με 10 ml απεσταγμένου ύδατος και 10 ml πετρελαϊκού αιθέρα. Ανακινούμε ισχυρά και αναμένουμε μέχρις ότου να επέλθει διαχωρισμός φάσεων. Η υδατική φάση απομακρύνεται και η αιθερική στιβάδα πλένεται δύο φορές με 20 ml απεσταγμένου ύδατος. Στη διαχωριστική χοάνη προστίθεται μικρή ποσότητα άνυδρου θειικού νατρίου, αναδεύουμε, αφήνουμε σε ηρεμία επί μερικά λεπτά και διηθούμε, συλλέγοντας το διήθημα σε σωλήνα κωνικού πυθμένα 15 ml.

Ο διαλύτης εξατμίζεται σε υδρόλουτρο σε ρεύμα αζώτου.

Σημείωση 2: Για τον έλεγχο του βρασμού, στο σωλήνα εισάγεται μικρή γυάλινη ράβδος και η θερμοκρασία του υδρόλουτρου περιορίζεται στους 90 °C.

3. Παράμετροι ακριβείας

Η στατιστική αξιολόγηση της ακριβείας των μεθόδων Α και Β δημοσιεύτηκε από το διεθνές συμβούλιο ελαιολάδου στον κανονισμό του COI/T.20/CO. αριθ. 24.

ΣΥΣΤΑΣΕΙΣ ΓΙΑ ΤΗΝ ΑΝΑΛΥΣΗ ΜΕ ΧΡΩΜΑΤΟΓΡΑΦΙΑ ΑΕΡΙΑΣ ΦΑΣΗΣ ΤΩΝ ΕΣΤΕΡΩΝ ΤΩΝ ΛΙΠΑΡΩΝ ΟΞΕΩΝ ΤΟΥ ΕΛΑΙΟΛΑΔΟΥ ΚΑΙ ΤΟΥ ΠΥΡΗΝΕΛΑΙΟΥ

1. Τρόπος εργασίας

Η ανάλυση με χρωματογραφία αέριας φάσης διαλυμάτων λιπαρών εστέρων σε εξάνιο πραγματοποιείται σύμφωνα με το πρότυπο ISO 5508, μέσω τριχοειδούς στήλης (50 m μήκος × 0,25 ή 0,32 mm εσωτερική διάμετρος) καλυμμένης με κυανοπροπυλοσιλικόνη, όπως υποδεικνύεται για τον προσδιορισμό των trans ισομερών λιπαρών οξέων (COI/T.20/Doc. αριθ. 17).

Στην εικόνα 1 παρουσιάζεται το τυπικό χρωματογραφικό προφίλ πυρηνελαίου περιέχοντος μεθυλικούς και αιθυλικούς εστέρες λιπαρών οξέων και trans ισομερή μεθυλικών εστέρων.

2. Υπολογισμοί

- 2.1. Για να υπολογιστεί η σύσταση σε λιπαρά οξέα και το ΔECN42, πρέπει να λαμβάνονται υπόψη τα ακόλουθα λιπαρά οξέα:

Μυριστικό (C14:0).

Παλμιτικό (C16:0). Άθροισμα των εμβαδών των κορυφών που αντιστοιχούν στους μεθυλικούς και αιθυλικούς εστέρες.

Παλμιτελαϊκό (C16:1). Άθροισμα των εμβαδών των κορυφών που αντιστοιχούν στα ισομερή ω9 και ω7 του μεθυλικού εστέρα.

Δεκαεπτανοϊκό (C17:0).

Δεκαεπτενοϊκό (C17:1).

Στεατικό (C18:0).

Ελαϊκό (C18:1). Άθροισμα των εμβαδών των κορυφών που αντιστοιχούν στα ισομερή ω9 και ω7 του μεθυλικού εστέρα, του αιθυλικού εστέρα και των trans ισομερών του μεθυλικού εστέρα.

Λινελαϊκό (C18:2). Άθροισμα των εμβαδών των κορυφών που αντιστοιχούν στους μεθυλικούς και αιθυλικούς εστέρες και στα trans ισομερή του μεθυλικού εστέρα.

Αραχιδικό (C20:0).

Λινολενικό (C18:3). Άθροισμα των εμβαδών του μεθυλικού εστέρα και των trans ισομερών του μεθυλικού εστέρα.

Εικοσenoϊκό (C20:1).

Βεχενικό (C22:0).

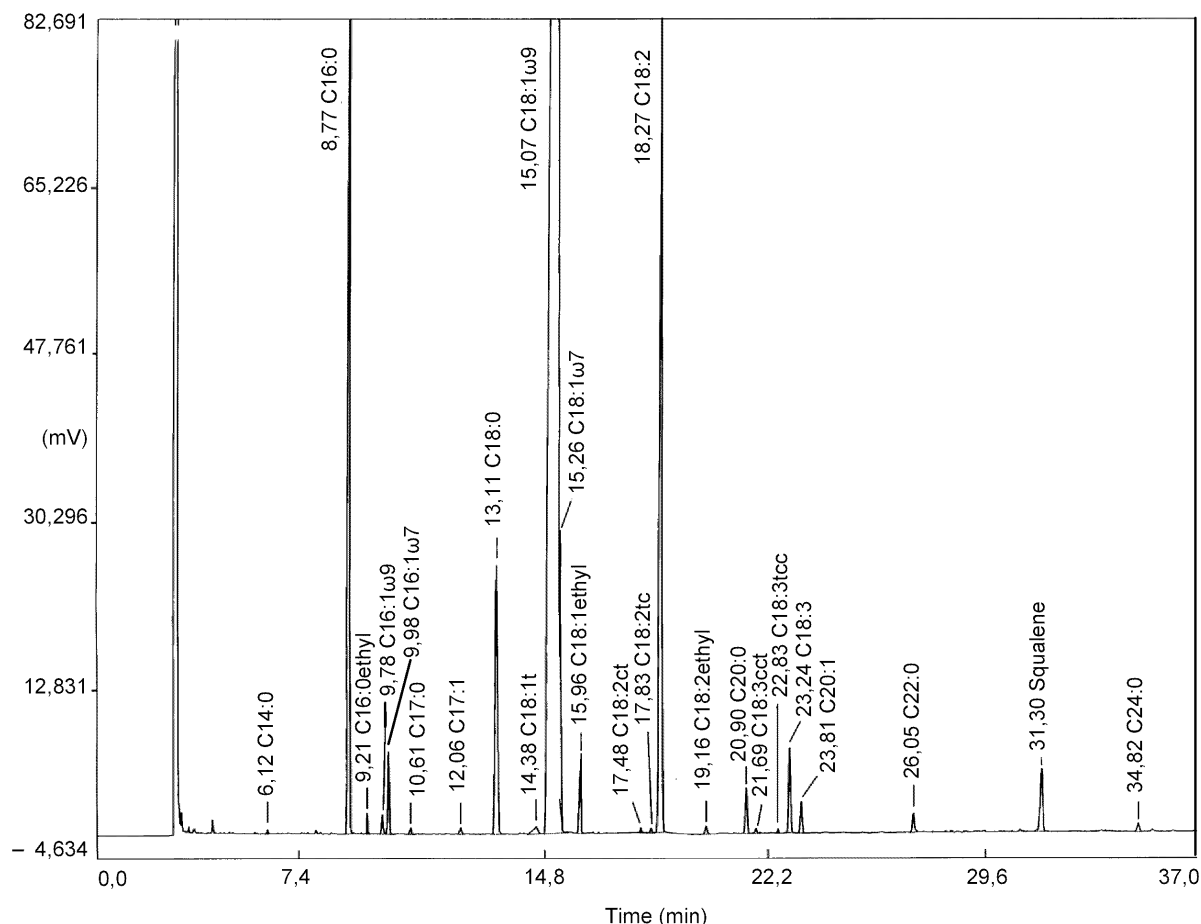
Λιγνοκηρικό (C24:0).

Το σκουαλένιο δεν λαμβάνεται υπόψη στον υπολογισμό του συνολικού εμβαδού.

- 2.2. Για τον υπολογισμό του ποσοστού του trans-C18:1, χρησιμοποιείται η κορυφή που αντιστοιχεί στους μεθυλικούς εστέρες του λιπαρού αυτού οξέος. Για το άθροισμα [trans-C18:2 + trans-C18:3], προστίθενται όλες οι κορυφές που αντιστοιχούν στα trans ισομερή των δύο αυτών λιπαρών οξέων. Για να υπολογιστεί το συνολικό εμβαδόν, λαμβάνονται υπόψη όλες οι αναφερόμενες στο 2.1 κορυφές (βλέπε COI/T.20/Doc. αριθ. 17).

Ο υπολογισμός του ποσοστού κάθε λιπαρού οξέος πραγματοποιείται με τον ακόλουθο τύπο:

$$\% X = (\text{Εμβαδόν } X \times 100) / (\text{συνολικό εμβαδόν})$$



Εικόνα 1: Χρωματογραφικό προφίλ πυρηνελαίου, ληφθέν με τη μέθοδο της μεθυλίωσης εν ψυχρώ. Οι χρωματογραφικές κορυφές αντιστοιχούν στους μεθυλεστέρες, εκτός αν υποδεικνύεται διαφορετικά».

4. Το παράρτημα XII αντικαθίσταται από το ακόλουθο παράρτημα:

«ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ XII

ΟΡΓΑΝΟΛΗΠΤΙΚΗ ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ ΤΩΝ ΠΑΡΘΕΝΩΝ ΕΛΑΙΟΛΑΔΩΝ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος έχει σκοπό τη θέσπιση των αναγκαίων κριτηρίων για την αξιολόγηση των οργανοληπτικών χαρακτηριστικών των παρθένων ελαιολάδων κατά την έννοια του σημείου 1 του παραρτήματος του κανονισμού 136/66/ΕΟΚ και την περιγραφή της σχετικής μεθόδου ταξινόμησης τους.

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται μόνο για την ταξινόμηση των παρθένων ελαιολάδων, βάσει της ύπαρξης του φρουτώδους γεύσεως και της έντασης των ελαττωμάτων τους, κατά την κρίση ομάδας επιλεγμένων και εκπαιδευμένων δοκιμαστών, συγκροτημένων σε ομάδα, σύμφωνα με το σημείο 4.

2. ΓΕΝΙΚΑ

Για το γενικό βασικό λεξιλόγιο, η αίθουσα δοκιμών, η γενική μεθοδολογία καθώς και το ποτήρι δοκιμής των ελαίων συνιστάται να είναι σύμφωνα με τις προδιαγραφές που προβλέπονται από το διεθνές συμβούλιο ελαιολάδου.

3. ΕΙΔΙΚΟ ΛΕΞΙΛΟΓΙΟ

3.1. Θετικές ιδιότητες

Φρουτώδης: σύνολο οσφραντικών αισθήσεων, οι οποίες εξαρτώνται από την ποικιλία των ελαίων και είναι χαρακτηριστικές του ελαίου που προέρχεται από υγιείς και φρέσκιες ελιές, πράσινες ή ώριμες, το οποίο γίνεται αισθητό απευθείας από τη μύτη ή από την οπισθορινική οδό.

Πικρό: χαρακτηριστική γεύση ελαιολάδου που έχει ληφθεί από πράσινες ελιές ή από ελιές που αρχίζει να αλλάζει το χρώμα τους.

Πικάντικο: έντονη κιναισθητική αίσθηση, χαρακτηριστική ελαίων που παράγονται στην αρχή της ελαιοκομικής περιόδου, κυρίως από πράσινες ακόμη ελιές.

3.2. Αρνητικά χαρακτηριστικά

Ατροχάδο: χαρακτηριστική οσμή-γεύση ελαιολάδου που έχει παραληφθεί από ελιές αποθηκευμένες σε σωρούς και που βρίσκονται σε προχωρημένο στάδιο αναερόβιας ζύμωσης.

Μουχλιασμένο — νοτισμένο: χαρακτηριστική οσμή-γεύση ελαιολάδων που έχουν παραληφθεί από ελιές προσβεβλημένες από μύκητες και ζυμομύκητες λόγω αποθήκευσης των καρπών για πολλές ημέρες σε περιβάλλον με υγρασία.

Μούργα: χαρακτηριστική οσμή-γεύση ελαιολάδου που έχει παραμείνει σε επαφή με το ίζημα που καθιζάνει σε βαρέλια και δεξαμενές φύλαξης.

Κρασώδες — οξώδες: χαρακτηριστική οσμή-γεύση ελαιολάδων που θυμίζουν κρασί ή ξύδι. Οφείλεται, βασικά, σε διαδικασία ζύμωσης στις ελιές που οδηγεί στο σχηματισμό οξικού οξέος, οξικού αιθυλεστέρα και αιθανόλης.

Μεταλλική: χαρακτηριστική οσμή-γεύση ελαιολάδου που θυμίζει μέταλλο. Είναι χαρακτηριστική ελαίου που έχει παραμείνει επί μακρόν σε επαφή με μεταλλικές επιφάνειες, κατά τη διάρκεια της θραύσης του ελαιοκάρπου, μάλαξης, πίεσης ή αποθήκευσης.

Ταγγό: χαρακτηριστική οσμή-γεύση ελαιολάδων που έχουν υποστεί διαδικασία οξείδωσης.

Ψημένο ή καμένο: χαρακτηριστική οσμή-γεύση ελαιολάδου που προήλθε από υπερβολική ή/και παρατεταμένη θέρμανση κατά την παραλαβή του και, ιδιαίτερα, κατά τη θερμομάλαξη της ελαιοπάστας, όταν αυτή πραγματοποιηθεί σε ακατάλληλες θερμικές συνθήκες.

Άχυρο — ξύλο: χαρακτηριστική οσμή-γεύση ορισμένων ελαιολάδων που προέρχονται από ελιές που έχουν αφυδατωθεί.

Τραχύ: χαρακτηριστική πιχτή και ζυμώδης αίσθηση που παράγεται στο στόμα από ορισμένα έλαια.

Λιπαντικά: οσμή-γεύση ελαιολάδου που θυμίζει πετρέλαιο, γράσο ή ορυκτέλαιο.

Απόνερα: οσμή-γεύση ελαιολάδου που αποκτάται από το ελαιόλαδο ύστερα από παρατεταμένη επαφή τους με απόνερα του ελαιοτριβείου.

Άλμη: οσμή-γεύση ελαιολάδου που προέρχεται από ελιές διατηρημένες σε άλμη.

Σπάρτο: χαρακτηριστική οσμή-γεύση ελαιολάδου που προέρχεται από ελιές που έχουν υποστεί έκθλιψη σε καινούργιους σάκους από σπάρτο. Μπορεί να διαφέρει ανάλογα με το αν πρόκειται για σάκους κατασκευασμένους από πράσινο ή από ξηρό σπάρτο.

Χωματίλα: οσμή-γεύση ελαιολάδου προερχόμενο από ελιές που έχουν συλλεγεί μαζί με χώμα ή λάσπες και δεν έχουν πλυθεί.

Σκουλήκι: οσμή-γεύση ελαιολάδου που παραλαμβάνεται από ελιές που έχουν υποστεί σοβαρή προσβολή από νύμφες δάκου της ελαίας (*Bactrocera oleae*).

Αγγούρι: Οσμή-γεύση ελαιολάδου που παράγεται όταν το ελαιόλαδο είναι συσκευασμένο σε ερμητικά κλειστά δοχεία για υπερβολικό χρονικό διάστημα και ειδικά σε λευκοσιδηρά δοχεία, και η οποία αποδίδεται στο σχηματισμό 2,6-εννεανοδιενάλης.

4. ΟΜΑΔΑ ΟΡΓΑΝΟΛΗΠΤΙΚΗΣ ΕΞΕΤΑΣΗΣ

Η ομάδα ορίζεται από το κράτος μέλος και αποτελείται από τον επικεφαλής της ομάδας και από οκτώ έως δώδεκα δοκιμαστές. Ωστόσο, για την περίοδο 2001-2002 οι δοκιμαστές μπορεί να είναι λιγότεροι από οκτώ.

Ο επικεφαλής της ομάδας πρέπει να είναι εξαιρετικά καταρτισμένος, γνώστης και με ιδιαίτερη εμπειρία στους διάφορους τύπους ελαίων. Είναι υπεύθυνος για την ομάδα, την οργάνωση και τη λειτουργία της, την προετοιμασία, την κωδικοποίηση και την παρουσίαση των δειγμάτων στους δοκιμαστές, καθώς και για τη συλλογή των δεδομένων και τη στατιστική τους επεξεργασία.

Ο επικεφαλής της ομάδας επιλέγει τους δοκιμαστές και επιβλέπει για την εκπαίδευσή τους και τον έλεγχο των επιδόσεών τους, ώστε οι ικανότητές τους να διατηρούνται πάντοτε σε ικανό επίπεδο.

Οι δοκιμαστές για τους οργανοληπτικούς ελέγχους του ελαιολάδου πρέπει να επιλέγονται και να εκπαιδεύονται ανάλογα με την ικανότητά τους στη διάκριση μεταξύ παρομοίων δειγμάτων, σύμφωνα με τον οδηγό του διεθνούς συμβουλίου ελαιολάδου για την επιλογή, την εκπαίδευση και τον έλεγχο των χαρακτηρισμένων ως δοκιμαστών παρθένου ελαιολάδου.

Οι ομάδες οργανοληπτικής εξέτασης πρέπει να συμμετέχουν στις οργανοληπτικές αξιολογήσεις που προβλέπονται σε εθνικό, κοινοτικό ή διεθνές επίπεδο για τον περιοδικό έλεγχο και την εναρμόνιση των κριτηρίων αντίληψης. Εξάλλου, πρέπει να παρέχουν κάθε χρόνο στο συγκεκριμένο κράτος μέλος κάθε πληροφορία σχετικά με τη σύνθεση και τον αριθμό των αξιολογήσεων που πραγματοποίησαν ως αναγνωρισμένη ομάδα.

5. ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΓΙΑ ΤΗΝ ΟΡΓΑΝΟΛΗΠΤΙΚΗ ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ ΚΑΙ ΚΑΤΑΤΑΞΗ

5.1. Χρησιμοποίηση του φύλλου χαρακτηριστικών από τον δοκιμαστή

Το φύλλο χαρακτηριστικών που χρησιμοποιείται από τον δοκιμαστή εμφανίζεται στο προσάρτημα Α της παρούσας μεθόδου.

Κάθε δοκιμαστής που αποτελεί μέλος της ομάδας πρέπει να οσφραίνεται και στη συνέχεια να γεύεται ⁽¹⁾ το υπό εξέταση έλαιο, το οποίο περιέχεται στο ποτήρι δοκιμής, προκειμένου να αναλύσει τις αντιλήψεις του από πλευράς όσφρησης, γεύσης, αφής και κιναισθησίας. Στη συνέχεια, πρέπει να καταγράφει στο φύλλο χαρακτηριστικών που έχει στη διάθεσή του, την ένταση με την οποία αντιλαμβάνεται καθεμία από τις αρνητικές και θετικές ιδιότητες.

Στην περίπτωση όπου γίνουν αντιληπτές αρνητικές ιδιότητες που δεν αναφέρονται στο φύλλο χαρακτηριστικών, αυτές πρέπει να καταγράφονται στο χώρο με το χαρακτηρισμό "άλλες", χρησιμοποιώντας τον ή τους όρους που τις περιγράφουν με τη μεγαλύτερη δυνατή ακρίβεια μεταξύ εκείνων που ορίζονται στο σημείο 3.2 της παρούσας μεθόδου.

5.2. Χρήση των δεδομένων από τον επικεφαλής της ομάδας

Ο επικεφαλής της ομάδας πρέπει να μαζεύει τα φύλλα χαρακτηριστικών που έχουν συμπληρωθεί από τους δοκιμαστές και να ελέγχει τις αποδοθείσες εντάσεις των ιδιοτήτων. Σε περίπτωση εντοπισμού κάποιας ανωμαλίας, ζητά από τον δοκιμαστή να αναθεωρήσει το φύλλο χαρακτηριστικών και, αν κρίνει αναγκαίο, να επαναλάβει τη δοκιμή.

Ο επικεφαλής της ομάδας μπορεί να εισαγάγει τα δεδομένα κάθε δοκιμαστή σε πρόγραμμα πληροφορικής σύμφωνο με τη μέθοδο του στατιστικού υπολογισμού της διάμεσης τιμής που εμφανίζεται στο προσάρτημα Β. Η εισαγωγή των δεδομένων για ένα δείγμα πρέπει να γίνεται με τη βοήθεια πίνακα αποτελούμενου από δέκα στήλες αντιστοιχούσες στις δέκα αισθητηριακές ιδιότητες και η γραμμές αντιστοιχούσες στους η δοκιμαστές της ομάδας.

Όταν κάποια αρνητική ιδιότητα έχει καταγραφεί στη στήλη "άλλες" από το 50 % τουλάχιστον της ομάδας, ο επικεφαλής πρέπει να προβαίνει στον υπολογισμό της διάμεσης τιμής της ιδιότητας αυτής και στην αντίστοιχη κατάταξη.

Σε περίπτωση αναλύσεων που πραγματοποιούνται στο πλαίσιο ελέγχων συμφωνίας με το πρότυπο ή κατ' έφεση εξετάσεων, ο επικεφαλής της ομάδας πρέπει να προβαίνει σε τριπλή οργανοληπτική αξιολόγηση του ελαίου, με μία τουλάχιστον ημέρα διάλειμμα. Η διάμεση τιμή των ιδιοτήτων υπολογίζεται από το σύνολο των δεδομένων των φύλλων χαρακτηριστικών των τριών δοκιμών.

5.3. Κατάταξη των ελαίων

Το έλαιο κατατάσσεται στις ακόλουθες κατηγορίες, ανάλογα με τη διάμεση τιμή των ελαττωμάτων και τη διάμεση τιμή της φρουτώδους ιδιότητας. Με τον όρο διάμεση τιμή των ελαττωμάτων νοείται η διάμεση τιμή της αρνητικής ιδιότητας που γίνεται αντιληπτή με τη μεγαλύτερη ένταση. Η τιμή του ανθεκτικού συντελεστή διακύμανσης για αυτή την αρνητική ιδιότητα πρέπει να είναι μικρότερη ή ίση με 20 %.

- α) *Εξαιρετικό παρθένο ελαιόλαδο*: η διάμεση τιμή των ελαττωμάτων είναι ίση με 0 και η διάμεση τιμή για το φρουτώδες είναι μεγαλύτερη του 0.
- β) *Παρθένο ελαιόλαδο*: η διάμεση τιμή των ελαττωμάτων είναι μεγαλύτερη του 0 και μικρότερη ή ίση με 2,5 και η διάμεση τιμή για το φρουτώδες είναι μεγαλύτερη του 0.
- γ) *Κοινό παρθένο ελαιόλαδο*: η διάμεση τιμή των ελαττωμάτων είναι μεγαλύτερη του 2,5 και μικρότερη ή ίση του 6,0· ή η διάμεση τιμή των ελαττωμάτων είναι μικρότερη ή ίση με το 2,5 και η διάμεση τιμή για το φρουτώδες είναι ίση με 0.
- δ) *Λαμπάντε παρθένο ελαιόλαδο*: η διάμεση τιμή των ελαττωμάτων είναι μεγαλύτερη του 6,0.

Ωστόσο, από την 1η Νοεμβρίου 2003, οι κατηγορίες γ) και δ) αντικαθίστανται από την κατηγορία:

- γ) *Λαμπάντε ελαιόλαδο*: η διάμεση τιμή των ελαττωμάτων είναι μεγαλύτερη του 2,5· ή η διάμεση τιμή των ελαττωμάτων είναι μικρότερη ή ίση με 2,5 και η διάμεση τιμή για το φρουτώδες είναι ίση με 0.

5.4. Ιδιαίτερες περιπτώσεις

Όταν η διάμεση τιμή θετικής ιδιότητας εκτός του φρουτώδους είναι μεγαλύτερη του 5,0, ο επικεφαλής της ομάδας το σημειώνει στο πιστοποιητικό ανάλυσης του ελαίου.

⁽¹⁾ Όταν παρατηρήσει ορισμένες εξαιρετικά αρνητικές ιδιότητες, μπορεί να απόσχει της πρόγευσης και να σημειώσει στο φύλλο χαρακτηρισμού την εξαιρετική αυτή κατάσταση.

ΠΡΟΣΑΡΤΗΜΑ Α

Φύλλο χαρακτηρισμού
(για χρήση από τον δοκιμαστή)

ΑΝΤΙΑΨΗ ΤΩΝ ΕΛΑΤΤΩΜΑΤΩΝ

ΕΝΤΑΣΗ

Ατροχάδο	----->
Μουχλιασμένο-νοτισμένο	----->
Κρασώδες-οξώδες	----->
Μούργα	----->
Μεταλλική	----->
Ταγγό	----->
Άλλα (να καθορισθούν)	----->

ΑΝΤΙΑΨΗ ΤΩΝ ΘΕΤΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ

Φρουτώδες	----->
Πικρό	----->
Πικάντικο	----->

Όνομα δοκιμαστή

Κωδικός δείγματος

Ημερομηνία

ΠΡΟΣΑΡΤΗΜΑ Β

ΜΕΘΟΔΟΣ ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΥ ΤΗΣ ΔΙΑΜΕΣΗΣ ΤΙΜΗΣ ΚΑΙ ΤΩΝ ΟΡΙΩΝ ΕΜΠΙΣΤΟΣΥΝΗΣ

Διάμεση τιμή

$$Me = [P(X < X_m) \leq 1/2 \wedge P(X \leq X_m) \geq 1/2]$$

Διάμεση τιμή είναι ο πραγματικός αριθμός X_m που χαρακτηρίζεται από το γεγονός ότι η πιθανότητα (P) οι τιμές της κατανομής (X) να είναι μικρότερες από τον αριθμό αυτό (X_m), είναι μικρότερη ή ίση με 0,5 και ότι, ταυτόχρονα, η πιθανότητα (P) οι τιμές της κατανομής (X) να είναι μικρότερες ή ίσες με X_m , είναι μεγαλύτερη ή ίση με 0,5. Ένας άλλος ορισμός ορίζει τη διάμεση τιμή ως το 50ό εκατοστημόριο διαμερισμού μιας κατανομής αριθμών διατεταγμένων κατ' αύξουσα τάξη. Με άλλα λόγια, η διάμεση τιμή αντιπροσωπεύει την κεντρική τιμή μιας διατεταγμένης σειράς περιττού πλήθους ή το μέσο όρο των δύο κεντρικών τιμών μιας διατεταγμένης σειράς άρτιου πλήθους.

Ανθεκτική τυπική απόκλιση

$$S = \frac{1,25 \text{ IQR}}{1,35 \sqrt{N}}$$

Για να υπάρξει μια αξιόπιστη εκτίμηση της διακύμανσης που παράγεται γύρω από τη διάμεση τιμή, πρέπει να αναφερθούμε στην εκτίμηση της ανθεκτικής τυπικής απόκλισης κατά Stuart et Kendall. Ο τύπος της ασυμπτωτικής τυπικής απόκλισης S εξαρτάται από το N και το IQR. N είναι ο αριθμός των παρατηρήσεων και IQR το διατεταρτημοριακό διάστημα, δηλαδή η σταθερή εκτίμηση της διακύμανσης των εξεταζόμενων δεδομένων (το διατεταρτημοριακό διάστημα περικλείει ακριβώς το 50 % των περιπτώσεων μιας οποιασδήποτε κατανομής πιθανότητας). Ο υπολογισμός του διατεταρτημοριακού διαστήματος πραγματοποιείται υπολογίζοντας το μέγεθος της απόκλισης μεταξύ του 75ου και του 25ου εκατοστημορίου.

$$\text{IQR} = 75o - 25o \text{ εκατοστημόριο}$$

Εκατοστημόριο είναι η τιμή X_{rc} που χαρακτηρίζεται από το γεγονός ότι η πιθανότητα (P) οι τιμές της κατανομής να είναι μικρότερες της X_{rc} είναι μικρότερη ή ίση με ένα καθορισμένο εκατοστό και ότι, ταυτόχρονα, η πιθανότητα (P) οι τιμές της κατανομής να είναι μικρότερες ή ίσες με τη X_{rc} είναι μεγαλύτερη ή ίση με το εν λόγω εκατοστό. Εκατοστό είναι το κλάσμα της λαμβανόμενης κατανομής. Στην περίπτωση της διάμεσης τιμής, αυτή είναι ίση με το 50/100.

$$\text{Εκατοστημόριο} = [P(X < X_{rc}) \leq \frac{n}{100} \wedge P(X \leq X_{rc}) \geq \frac{n}{100}]$$

Με άλλα λόγια, εκατοστημόριο είναι η τιμή κατανομής που αντιστοιχεί σε καθορισμένο εμβαδόν χارασσόμενο από την καμπύλη κατανομής ή πυκνότητας. Για παράδειγμα, το 25ο εκατοστημόριο αντιπροσωπεύει την τιμή κατανομής που αντιστοιχεί σε εμβαδόν ίσο με 0,25 ή 25/100.

Ανθεκτικός συντελεστής διακύμανσης %

$$\text{CVR} = \frac{S}{Me} 100$$

Ο CVR είναι καθαρός αριθμός, δηλαδή χωρίς διαστάσεις, που δείχνει το ποσοστό διακύμανσης της αναλυόμενης σειράς αριθμών σε σχέση με την τιμή Me της διάμεσης τιμής. Για το λόγο αυτό, ο συντελεστής αυτός είναι πολύ χρήσιμος για την επαλήθευση της αξιοπιστίας των μελών της ομάδας.

Όρια εμπιστοσύνης 95 % στη διάμεση τιμή

Τα όρια εμπιστοσύνης (I.C.) με πιθανότητα 95 % (τιμή σφάλματος πρώτου είδους ίση με 0,05 ή 5 %) αντιπροσωπεύουν τα όρια όπου η διάμεση τιμή θα μπορούσε να κυμαίνεται αν υποθεθεί ότι είναι δυνατή η επανάληψη του πειράματος άπειρες φορές. Στην πράξη, το εύρος αυτό δείχνει την περιοχή διακύμανσης της δοκιμής υπό τις κρατούσες λειτουργικές συνθήκες, με την υπόθεση ότι η δοκιμή θα μπορεί να επαναληφθεί πολλές φορές. Το εύρος βοηθά στην εκτίμηση, όπως και στην περίπτωση του CVR %, της αξιοπιστίας της δοκιμής.

$$\text{I.C. ανώτατο} = Me + (c.S)$$

$$\text{I.C. S κατώτατο} = Me - (c.S)$$

όπου c, στην περίπτωση των ορίων εμπιστοσύνης 0,95, είναι 1,96.

Η κατάταξη γίνεται συγκρίνοντας τις διάμεσες τιμές με τα διαστήματα αναφοράς που καθορίζονται στο σημείο 5.3 της μεθόδου. Το λογισμικό επιτρέπει την οπτική απεικόνιση της κατάταξης σε πίνακα στατιστικών δεδομένων ή σε γράφημα.»

5. Το παράρτημα XIV διαγράφεται.
6. Προστίθεται το ακόλουθο παράρτημα XIX.

«ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ XIX

**ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΣΕ ΑΛΕΙΦΑΤΙΚΕΣ ΑΛΚΟΟΛΕΣ ΜΕΣΩ ΧΡΩΜΑΤΟΓΡΑΦΙΑΣ ΑΕΡΙΑΣ
ΦΑΣΗΣ ΜΕ ΤΡΙΧΟΕΙΔΗ ΣΤΗΛΗ**

1. **ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ**
Η μέθοδος περιγράφει διαδικασία προσδιορισμού της περιεκτικότητας λιπαρών υλών σε αλειφατικές αλκοόλες, απλές και ολικές.
2. **ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ**
Η λιπαρή ύλη, μετά από προσθήκη 1-εικοσανόλης ως εσωτερικό πρότυπο, σαπωνοποιείται με αιθανολικό διάλυμα υδροξειδίου του καλίου και στη συνέχεια τα ασαπωνοποίητα συστατικά εκχυλίζονται με αιθυλαϊθέρα. Το κλάσμα των αλκοολών διαχωρίζεται από το εκχύλισμα των ασαπωνοποιητών με χρωματογραφία σε βασική πλάκα βασικού διοξειδίου του πυριτίου· οι ανακτώμενες από το διοξείδιο του πυριτίου αλκοόλες μετατρέπονται σε τριμεθυλοσιυλαϊθέρες και αναλύονται με χρωματογραφία αέριας φάσης τριχοειδούς στήλης.
3. **ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ**
 - 3.1. Σφαιρική φιάλη 250 ml που φέρει κάθετο ψυκτήρα με εσφυρισμένα άκρα.
 - 3.2. Διαχωριστική χοάνη 500 ml.
 - 3.3. Σφαιρικές φιάλες 250 ml.
 - 3.4. Πλήρης εξοπλισμός για χρωματογραφία λεπτής στιβάδας, με γυάλινες πλάκες 20 × 20 cm.
 - 3.5. Λυχνία υπεριώδους, μήκους κύματος 366 ή 254 nm.
 - 3.6. Μικροσύριγγες 100 και 500 μl.
 - 3.7. Κυλινδρική διηθητική χοάνη με πορώδη ηθμό G3 (πορώδες 15 έως 40 μm) διαμέτρου περίπου 2 cm και ύψους 5 cm, με κατάλληλο άκρο για διήθηση υπό κενό και αρσενικό εσφυρισμένο άκρο 12/21.
 - 3.8. Φιάλη κενού των 50 ml με θηλυκό εσφυρισμένο άκρο 12/21 κατάλληλο για τη διηθητική χοάνη (3.7).
 - 3.9. Σωλήνας με κωνικό πυθμένα, των 10 ml, με πόμα ασφαλείας.
 - 3.10. Χρωματογράφος αέριας φάσης κατάλληλος για λειτουργία με τριχοειδή στήλη, εφοδιασμένος με σύστημα κλασμάτωσης, αποτελούμενος από:
 - 3.10.1. Θερμοστατούμενο θάλαμο για τη στήλη, που επιτρέπει τη διατήρηση της επιθυμητής θερμοκρασίας με ακρίβεια περίπου 1 °C.
 - 3.10.2. Σύστημα έγχυσης με ρυθμιζόμενη θερμοκρασία και είσοδο από υπεροιλανισμένο γυαλί.
 - 3.10.3. Ανιχνευτής ιονισμού φλόγας και μετατροπέας-ενισχυτής.
 - 3.10.4. Καταγραφέας-ολοκληρωτής κατάλληλος για λειτουργία με μετατροπέα-ενισχυτή με χρόνο απόκρισης το πολύ ένα δευτερόλεπτο και με μεταβλητή ταχύτητα χαρτιού.
 - 3.11. Τριχοειδής στήλη από γυαλί ή από τετηγμένο διοξείδιο του πυριτίου, μήκους 20 έως 30 μέτρων, εσωτερικής διαμέτρου 0,25 έως 0,32 mm, καλυμμένη εσωτερικά από υγρό SE-52 ή SE-54 ή ισοδύναμο, με πάχος μεταξύ 0,10 και 0,30 μm.
 - 3.12. Μικροσύριγγα για χρωματογραφία αέριας φάσης των 10 μl με εσκληρωμένη βελόνη.
 - 3.13. Ζυγός ακριβείας με ευαισθησία 1 mg (με ένδειξη 0,1 mg).
4. **ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ**
 - 4.1. Υδροξείδιο του καλίου, αιθανολικό διάλυμα περίπου 2 N: 130 g υδροξειδίου του καλίου (ελάχιστου τίτλου 85 %) διαλύονται υπό ψύξη σε 200 ml απεσταγμένου νερού και κατόπιν το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου ενός λίτρου με αιθανόλη. Το διάλυμα φυλάσσεται σε γυάλινες καλά πωματισμένες αδιαφανείς φιάλες.
 - 4.2. Αιθυλαϊθέρας, αναλυτικής καθαρότητας.
 - 4.3. Άνυδρο θειικό νάτριο, αναλυτικής καθαρότητας.

- 4.4. Γυάλινες πλάκες καλυμμένες με διοξείδιο του πυριτίου χωρίς δείκτη φθορισμού, πάχους 0,25 mm (διατίθενται στο εμπόριο έτοιμες για χρήση).
- 4.5. Υδροξείδιο του καλίου, αιθανολικό διάλυμα 0,2 N: 13 g υδροξειδίου του καλίου διαλύονται σε 20 ml απεσταγμένο νερό και το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου ενός λίτρου με αιθανόλη.
- 4.6. Βενζόλιο, χρωματογραφικής καθαρότητας (5.2.2).
- 4.7. Ακετόνη, χρωματογραφικής καθαρότητας (5.2.2).
- 4.8. Εξάνιο χρωματογραφικής καθαρότητας (5.2.2).
- 4.9. Αιθυλαιθέρας, χρωματογραφικής καθαρότητας (5.2.2).
- 4.10. Χλωροφόρμιο, αναλυτικής καθαρότητας.
- 4.11. Διάλυμα αναφοράς για τη χρωματογραφία σε πλάκα: χοληστερόλη ή φυτοστερόλη, διάλυμα 0,5 % σε χλωροφόρμιο.
- 4.12. Διχλωρο-2'-7'-φλουορεσκείνη, αιθανολικό διάλυμα 0,2 %. Καθίσταται ελαφρώς βασικό με προσθήκη μερικών σταγονών αλκοολικού διαλύματος υδροξειδίου του καλίου 2 N.
- 4.13. Άνυδρη πυριδίνη, χρωματογραφικής καθαρότητας.
- 4.14. Εξαμεθυλοδισιλαζάνιο.
- 4.15. Τριμεθυλοχλωροσιλάνιο.
- 4.16. Πρότυπα διαλύματα τριμεθυλοσιλυλαιθέρων των αλειφατικών αλκοολών από C₂₀ έως C₂₈. Πρέπει να παρασκευάζονται τη στιγμή της χρήσης από μείγματα καθαρών αλκοολών.
- 4.17. 1-εικοσανόλη, διάλυμα 0,1 % (m/v) σε χλωροφόρμιο (εσωτερικό πρότυπο).
- 4.18. Φέρον αέριο: καθαρό υδρογόνο ή ήλιο, χρωματογραφικής καθαρότητας.
- 4.19. Βοηθητικό αέριο: καθαρό άζωτο, για αέρια χρωματογραφία.

5. ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

5.1. Παρασκευή των ασαπωνοποιητών

- 5.1.1. Με τη βοήθεια της μικροσύριγγας 500 μl, εισάγεται στη σφαιρική φιάλη 250 ml διάλυμα 1-εικοσανόλης 0,1 % σε χλωροφόρμιο (4.17) που περιέχει ποσότητα 1-εικοσανόλης που αντιστοιχεί στο 10 % περίπου του περιεχομένου σε αλειφατικές αλκοόλες στην ποσότητα του προς δοκιμή δείγματος. Για παράδειγμα, για 5 g δείγματος, πρέπει να προστίθενται 250 μl του διαλύματος 1-εικοσανόλης 0,1 % εάν πρόκειται για δείγμα ελαιολάδου ή σπορελαίου και 1 500 μl εάν πρόκειται για πυρηνέλαιο.

Ακολουθεί εξάτμιση σε ρεύμα αζώτου μέχρι ξηράνσεως και κατόπιν ζυγίζονται 5 g ακριβώς ξηρού δείγματος και προστίθενται υπό διήθηση στην ίδια σφαιρική φιάλη.

- 5.1.2. Προστίθενται 50 ml αιθανολικού διαλύματος υδροξειδίου του καλίου 2 N, τοποθετείται ο κάθετος ψυκτήρας και θερμαίνουμε σε ατμόλουτρο μέχρις ελαφρού βρασμού υπό ταυτόχρονη ζωηρή ανάδευση μέχρις ότου πραγματοποιηθεί σαπωνοποίηση (το διάλυμα γίνεται διαυγές). Η θέρμανση συνεχίζεται επί είκοσι λεπτά και κατόπιν προστίθενται 50 ml απεσταγμένο νερό από την κορυφή του ψυκτήρα, ο ψυκτήρας αποσυνδέεται και η σφαιρική φιάλη ψύχεται στους 30 °C περίπου.
- 5.1.3. Το περιεχόμενο της σφαιρικής φιάλης μεταγγίζεται ποσοτικώς σε διαχωριστική χοάνη 500 ml, υποβοηθώντας τη μεταγγίση με την προσθήκη ποσοτήτων απεσταγμένου ύδατος, χρησιμοποιώντας συνολικά 50 ml. Προστίθενται περίπου 80 ml αιθυλαιθέρα, η χοάνη ανακινείται ζωηρά για 30 περίπου δευτερόλεπτα και αφήνεται σε ηρεμία μέχρι να επέλθει διαχωρισμός (σημείωση 1).

Η υποκείμενη υδατική φάση διαχωρίζεται συλλέγοντάς την σε άλλη διαχωριστική χοάνη. Πραγματοποιούνται ακόμη δύο εκχυλίσεις της υδατικής φάσεως, με τον ίδιο τρόπο, χρησιμοποιώντας κάθε φορά 60 έως 70 ml αιθυλαιθέρα.

Σημείωση 1: Τυχόν γαλακτώματα μπορούν να εξαλειφθούν προσθέτοντας με υδροβόλεα μικρή ποσότητα αιθυλικής ή μεθυλικής αλκοόλης.

- 5.1.4. Τα αιθερικά εκχυλίσματα συγκεντρώνονται σε μία μόνη διαχωριστική χοάνη και πλένονται με απεσταγμένο νερό (50 ml κάθε φορά) μέχρις ουδετέρας αντιδράσεως του νερού πλύσεως.

Το νερό πλύσεως απομακρύνεται, το διάλυμα ξηραίνεται με άνυδρο θειικό νάτριο και διηθείται μέσω ανύδρου θειικού νατρίου σε προζυγισμένη σφαιρική φιάλη 250 ml, εκπλένοντας τη χοάνη και το φίλτρο με μικρές ποσότητες αιθυλαιθέρα.

- 5.1.5. Ο αιθέρας αποστάζεται μέχρις ότου να παραμείνει μόνον μια μικρή ποσότητα και κατόπιν ξηραίνεται υπό ελαφρό κενό ή σε ρεύμα αζώτου, η ξήρανση ολοκληρώνεται σε ξηραντήριο στους 100 °C επί ένα τέταρτο της ώρας περίπου, ακολουθεί ζύγιση και έπειτα ψύξη σε ξηραντήρα.

5.2. Διαχωρισμός του αλκοολικού κλάσματος

- 5.2.1. Ετοιμασία των βασικών πλακών: οι πλάκες διοξειδίου του πυριτίου (4.4) βυθίζονται πλήρως στο αιθανολικό διάλυμα 0,2 N υδροξειδίου του καλίου (4.5) επί δέκα δευτερόλεπτα και αφήνονται στη συνέχεια να στεγνώσουν καλά σε απαγωγό επί δύο ώρες και τοποθετούνται τελικά σε κλίβανο στους 100 °C επί μία ώρα.

Απομακρύνονται από τον κλίβανο και φυλάσσονται σε ξηραντήρα με χλωριούχο ασβέστιο μέχρι να χρησιμοποιηθούν (οι πλάκες που έχουν προετοιμαστεί με αυτό τον τρόπο πρέπει να χρησιμοποιούνται μέσα σε δεκαπέντε ημέρες).

Σημείωση 2: Η χρήση των βασικών πλακών διοξειδίου του πυριτίου για το διαχωρισμό του αλκοολικού κλάσματος εξαλείφει την ανάγκη κατεργασίας των ασαπωνοποιητών με αλουμίνα. Με τον τρόπο αυτό, όλες οι ενώσεις όξινου χαρακτήρα (λιπαρά οξέα και άλλες) συγκρατούνται στη γραμμική εναπόθεση. Έτσι, η λωρίδα των αλειφατικών και τερπενικών αλκοολών λαμβάνεται σαφώς διαχωρισμένη από την ταινία των στερολών.

- 5.2.2. Στο θάλαμο ανάπτυξης εισάγεται μείγμα εξανίου-αιθυλαιθέρα 65/35 (V/V) μέχρις ύψους περίπου 1 cm (*).

Ο θάλαμος κλείνεται με κατάλληλο καπάκι και αφήνεται έτσι επί μισή ώρα τουλάχιστον έτσι ώστε να αποκατασταθεί ισορροπία υγρού/ατμού. Στις εσωτερικές επιφάνειες του θαλάμου είναι δυνατόν να στερεωθούν λωρίδες διηθητικού χαρτιού που βυθίζονται στο υγρό έκλυσης: με τον τρόπο αυτό μπορεί να μειωθεί κατά το ένα τρίτο περίπου ο χρόνος μετατόπισης του μετώπου του υγρού και να επιτευχθεί πλέον ομοιόμορφη έκλυση των συστατικών.

Σημείωση 3: Για να έχουμε απολύτως αναπαραγώγιμες συνθήκες έκλυσης, το μείγμα πρέπει να αλλάζει σε κάθε δοκιμή.

- 5.2.3. Παρασκευάζεται διάλυμα 5 % περίπου ασαπωνοποιητών (5.1.5) σε χλωροφόρμιο και, με τη μικροσύριγγα των 100 μl, αποτίθενται στη χρωματογραφική πλάκα (5.2.1) σε απόσταση 2 cm περίπου από το ένα χείλος, 0,3 ml του προαναφερθέντος διαλύματος σε μια συνεχή γραμμή, όσο το δυνατό λεπτότερη και πιο ομοιόμορφη. Στην ευθεία της γραμμής απόθεσης, σε μια από τις άκρες της πλάκας, φέρονται 2 έως 3 μl του διαλύματος αναφοράς των αλειφατικών αλκοολών (4.1.1), για την ταυτοποίηση της λωρίδας των αλειφατικών αλκοολών κατά την τελευταία ανάπτυξη.

- 5.2.4. Η πλάκα τοποθετείται στο θάλαμο ανάπτυξης, ο οποίος έχει προετοιμαστεί όπως περιγράφεται στο σημείο 5.2.2. Η θερμοκρασία του περιβάλλοντος πρέπει να διατηρείται μεταξύ 15 και 20 °C. Ο θάλαμος κλείνεται αμέσως με το καπάκι και αφήνεται να επέλθει έκλυση μέχρις ότου το μέτωπο του διαλύτη να φθάσει περίπου 1 cm από το πάνω χείλος της πλάκας.

Η πλάκα στη συνέχεια απομακρύνεται από το θάλαμο ανάπτυξης και ο διαλύτης εξατμίζεται σε ρεύμα θερμού αέρα ή καλύτερα αφήνοντας την πλάκα να στεγνώσει σε απαγωγό.

- 5.2.5. Η πλάκα ψεκάζεται ελαφρά και ομοιόμορφα με το διάλυμα της διχλωρο-2'-7'-φλουορεσκεΐνης. Ως λωρίδα των αλειφατικών αλκοολών αναγνωρίζεται εκείνη που είναι στην ίδια ευθεία με την κηλίδα που λαμβάνεται με το διάλυμα αναφοράς. Με ένα μαύρο μολύβι σημειώνεται το σύνολο της λωρίδας των αλειφατικών αλκοολών και της αμέσως παραπάνω λωρίδας που αντιστοιχεί στις τερπενικές αλκοόλες.

Σημείωση 4: Η υπόδειξη για συλλογή του συνόλου της λωρίδας των αλειφατικών αλκοολών και της λωρίδας των τερπενικών αλκοολών οφείλεται στο ότι σε αυτή, υπό τις συνθήκες της μεθόδου, εγκλωβίζονται σημαντικές ποσότητες αλειφατικών αλκοολών.

- 5.2.6. Με μια μεταλλική σπάτουλα ξύνεται το διοξείδιο του πυριτίου που περιλαμβάνεται στην οριοθετημένη ζώνη. Το ξύσμα εισάγεται στη χοάνη διηθήσεως (3.7), προστίθενται 10 ml θερμού χλωροφορμίου, αναμειγνύουμε επισταμένως με τη μεταλλική σπάτουλα και διηθούμε με τη βοήθεια κενού. Στη συνέχεια το διήθημα συλλέγεται στη φιάλη (3.8), η οποία είναι συνδεδεμένη με τη χοάνη διηθήσεως.

Το υπόλειμμα στη χοάνη πλένεται τρεις φορές με αιθυλαιθέρα (περίπου 10 ml κάθε φορά) και συλλέγεται όπως και το διήθημα στη συνδεδεμένη με τη χοάνη διηθήσεως φιάλη (3.8). Το διήθημα εξατμίζεται μέχρις όγκου περίπου 4 έως 5 ml, το υπολειπόμενο διάλυμα μεταγγίζεται σε προζυγισμένο σωλήνα 10 ml (3.9), ξηραίνεται θερμαίνοντάς το σε ελαφρύ ρεύμα αζώτου, προστίθενται μερικές σταγόνες ακετόνης, ξηραίνεται εκ νέου, τοποθετείται για δέκα λεπτά περίπου στον κλίβανο στους 105 °C, αφήνεται να ψυχθεί σε ξηραντήρα και ζυγίζεται.

Το υπόλειμμα στο σωλήνα αποτελείται από το κλάσμα των αλειφατικών αλκοολών.

5.3. Παρασκευή των τριμεθυλοσιλυλαιθέρων

- 5.3.1. Στο σωλήνα που περιέχει το κλάσμα των αλειφατικών αλκοολών, προστίθεται το αντιδραστήριο σιλυλίωσης, το οποίο είναι μείγμα πυριδίνης-εξαμεθυλοδιισιλαζάνιου-τριμεθυλοχλωροσιλανίου 9/3/1 (V/V/V) (σημείωση 5) σε αναλογία 50 μl ανά χιλιοστόγραμμα αλειφατικών αλκοολών, αποφεύγοντας κάθε απορρόφηση υγρασίας (σημείωση 6).

Σημείωση 5: Στο εμπόριο υπάρχουν έτοιμα προς χρήση διαλύματα. Υπάρχουν και άλλα σιλυλιωτικά αντιδραστήρια όπως π.χ. το δις-τριμεθυλοσιλυλοτριφθορακεταμίδιο + 1 % τριμεθυλοχλωροσιλάνιο που αραιώνεται με ίσο όγκο άνυδρης πυριδίνης.

Σημείωση 6: Η ενδεχόμενη εμφάνιση μιας ελαφράς θολότητας είναι φυσιολογική και δεν εμπνέει καμία ανησυχία. Ένδειξη παρουσίας υγρασίας ή αλλοίωσης του αντιδραστήριου αποτελεί ο σχηματισμός λευκών νιφάδων ή η εμφάνιση ροζ χρωματισμού. Στην περίπτωση αυτή, η δοκιμή πρέπει να επαναληφθεί.

- 5.3.2. Ο σωλήνας πωματίζεται, ανακινείται προσεκτικά (χωρίς να αναποδογυριστεί) έως την πλήρη διαλυτοποίηση των αλειφατικών αλκοολών. Αφήνεται σε ηρεμία για δεκαπέντε τουλάχιστον λεπτά σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και κατόπιν φυγοκεντρείται για μερικά λεπτά: το διαυγές διάλυμα είναι έτοιμο για ανάλυση με αεριοχρωματογραφική ανάλυση.

(*) Σε ιδιαίτερες περιπτώσεις, για να επιτευχθεί καλός διαχωρισμός των λωρίδων πρέπει να χρησιμοποιηθεί ως μείγμα έκλυσης βενζόλιο-ακετόνη 95/5 (V/V).

5.4. Ανάλυση με χρωματογραφία αέριας φάσης

5.4.1. Προκαταρκτικές εργασίες, σταθεροποίηση της στήλης

5.4.1.1. Τοποθετείται η στήλη στο χρωματογράφο αέριας φάσης, συνδέοντας το άκρο εισόδου με τον εισαγωγέα που είναι συνδεδεμένος με το σύστημα κλασμάτωσης και το άκρο εξόδου με τον ανιχνευτή. Πραγματοποιούνται οι εν γένει έλεγχοι που απαιτούνται για μια διάταξη χρωματογραφίας αέριας φάσης (στεγανότητα του κυκλώματος των αερίων, αποτελεσματικότητα του ανιχνευτή, αποτελεσματικότητα του συστήματος κλασμάτωσης και του συστήματος καταγραφής κ.λπ.).

5.4.1.2. Εάν η στήλη χρησιμοποιείται για πρώτη φορά, συνιστάται να προηγηθεί σταθεροποίηση. Διοχετεύεται ένα ελαφρό ρεύμα φέροντος αερίου διαμέσου της στήλης αυτής, τίθεται σε λειτουργία ο αέριος χρωματογράφος και αρχίζει μια βαθμιαία θέρμανση μέχρις ότου να φθάσουμε σε μια θερμοκρασία τουλάχιστον 20 °C πάνω από εκείνη της συνήθους λειτουργίας (σημείωση 7). Η θερμοκρασία αυτή διατηρείται για δύο ώρες τουλάχιστον και κατόπιν η διάταξη φέρεται σε συνθήκες λειτουργίας (ρύθμιση της ροής του αερίου και του διαχωρισμού, άναμμα της φλόγας, σύνδεση με τον ηλεκτρονικό καταγραφέα, ρύθμιση της θερμοκρασίας του θαλάμου για τη στήλη, του ανιχνευτή και του εκκινητήρα κ.λπ.) και καταγράφεται το σήμα με ευαισθησία τουλάχιστον δύο φορές πάνω από εκείνη που προβλέπεται για την εκτέλεση της ανάλυσης. Το ίχνος της λαμβανόμενης γραμμής βάσεως πρέπει να είναι γραμμικό, χωρίς οποιαδήποτε φύσεως κορυφή και δεν πρέπει να παρουσιάζει μετατόπιση. Τυχόν αρνητική ευθύγραμμη μετατόπιση δείχνει ατελή στεγανότητα των συνδέσεων της στήλης, τυχόν θετική μετατόπιση δείχνει ανεπαρκή σταθεροποίηση της στήλης.

Σημείωση 7: Η θερμοκρασία σταθεροποίησης πρέπει να είναι πάντοτε κατώτερη κατά 20 °C τουλάχιστον από τη μέγιστη θερμοκρασία που προβλέπεται για το χρησιμοποιούμενο υγρό κατανομής.

5.4.2. Επιλογή συνθηκών εργασίας

5.4.2.1. Οι ενδεικτικές συνθήκες εργασίας είναι οι ακόλουθες:

- θερμοκρασία της στήλης: ισοθερμική έναρξη οκτώ λεπτών στους 180 °C, κατόπιν πρόγραμμα 5 °C ανά λεπτό μέχρι τους 260 °C και κατόπιν ακόμη δεκαπέντε λεπτά στους 260 °C,
- θερμοκρασία του εξατμιστή: 280 °C,
- θερμοκρασία του ανιχνευτή: 290 °C,
- γραμμική ταχύτητα του φέροντος αερίου: ήλιο, 20 έως 35 cm ανά δευτερόλεπτο, υδρογόνο, 30 έως 50 cm ανά δευτερόλεπτο,
- λόγος της διαίρεσης διαχωρισμού: από 1/50 έως 1/100,
- ευαισθησία οργάνου: τετραπλάσια έως 16πλάσια της ελάχιστης εξασθένησης,
- ευαισθησία καταγραφής: 1 έως 2 millivolts στη βασική κλίμακα,
- ταχύτητα του χαρτιού: 30 έως 60 cm ανά ώρα,
- ποσότητα εγχύσιμης ουσίας: 0,5 έως 1 μl διαλύματος TMSE.

Οι συνθήκες αυτές μπορούν να τροποποιούνται ανάλογα με τα χαρακτηριστικά της στήλης και του χρωματογράφου έτσι ώστε να λαμβάνονται χρωματογραφήματα που να ικανοποιούν τις ακόλουθες συνθήκες:

- ο χρόνος κατακράτησης της αλκοόλης C₂₆ πρέπει να είναι 18 ± πέντε λεπτά,
- η κορυφή της αλκοόλης C₂₂ πρέπει να είναι 80 ± 20 % της βασικής κλίμακας για το ελαιόλαδο και για τα σπορέλαια 40 ± 20 % της βασικής κλίμακας.

5.4.2.2. Για τον έλεγχο των απαιτούμενων ανωτέρω συνθηκών, πραγματοποιούνται επανειλημμένες εγχύσεις με τα δείγματα μειγμάτων των TMSE των αλκοολών και οι λειτουργικές συνθήκες προσαρμόζονται μέχρις ότου ληφθούν τα καλύτερα αποτελέσματα.

5.4.2.3. Οι παράμετροι ολοκλήρωσης των κορυφών πρέπει να τίθενται κατά τρόπον ώστε να λαμβάνονται σωστές τιμές για τις εξεταζόμενες κορυφές.

5.4.3. Εκτέλεση της ανάλυσης

5.4.3.1. Λαμβάνεται με τη μικροσύριγγα των 10 μl, 1 μl εξανίου, αναρροφώνται 0,5 μl αέρα και διαδοχικώς 0,5 έως 1 μl του διαλύματος του δείγματος. Τραβάμε λίγο ακόμη το έμβολο της σύριγγας έτσι ώστε η βελόνα να κενωθεί. Εισάγουμε τη βελόνα στη μεμβράνη της διάταξης εγχύσεως και μετά ένα έως δύο δευτερόλεπτα εγχύουμε ταχύτατα, εξάγοντας στη συνέχεια αργά τη βελόνα, μετά πέντε δευτερόλεπτα περίπου.

5.4.3.2. Εκτελείται καταγραφή μέχρι πλήρους εκλούσεως των TMSE των υπαρχουσών αλειφατικών αλκοολών. Η γραμμική βάσης πρέπει να πληροί πάντοτε τις απαιτούμενες συνθήκες (5.4.1.2).

5.4.4. Ταυτοποίηση των κορυφών

Η ταυτοποίηση των μεμονωμένων κορυφών πραγματοποιείται βάσει των χρόνων κατακράτησης και διά συγκρίσεως με το μείγμα των ΤΜΣΕ των αλειφατικών αλκοολών, με ανάλυση υπό τις ίδιες συνθήκες.

Η εικόνα 1 δείχνει χρωματογράφημα του αλκοολικού κλάσματος ενός παρθένου ελαιολάδου.

5.4.5. Ποσοτικός προσδιορισμός

5.4.5.1. Προβαίνουμε με τον ολοκληρωτή στον υπολογισμό του εμβαδού των κορυφών της 1-εικοσανόλης και των αλειφατικών αλκοολών C_{22} , C_{24} , C_{26} και C_{28} .

5.4.5.2. Η περιεκτικότητα σε κάθε μεμονωμένη αλειφατική αλκοόλη υπολογίζεται σε χιλιοστόγραμμα για 1 000 γραμμάρια λιπαρής ύλης, ως εξής:

$$\text{Αλκοόλη } x = \frac{A_x \cdot m_s \cdot 1\,000}{A_s \cdot m}$$

όπου:

A_x = εμβαδόν της κορυφής της αλκοόλης x

A_s = εμβαδόν της κορυφής της 1-εικοσανόλης

m_s = βάρος προστιθέμενης 1-εικοσανόλης, σε χιλιοστόγραμμα

m = βάρος ληφθέντος δείγματος για τον προσδιορισμό, σε γραμμάρια.

6. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

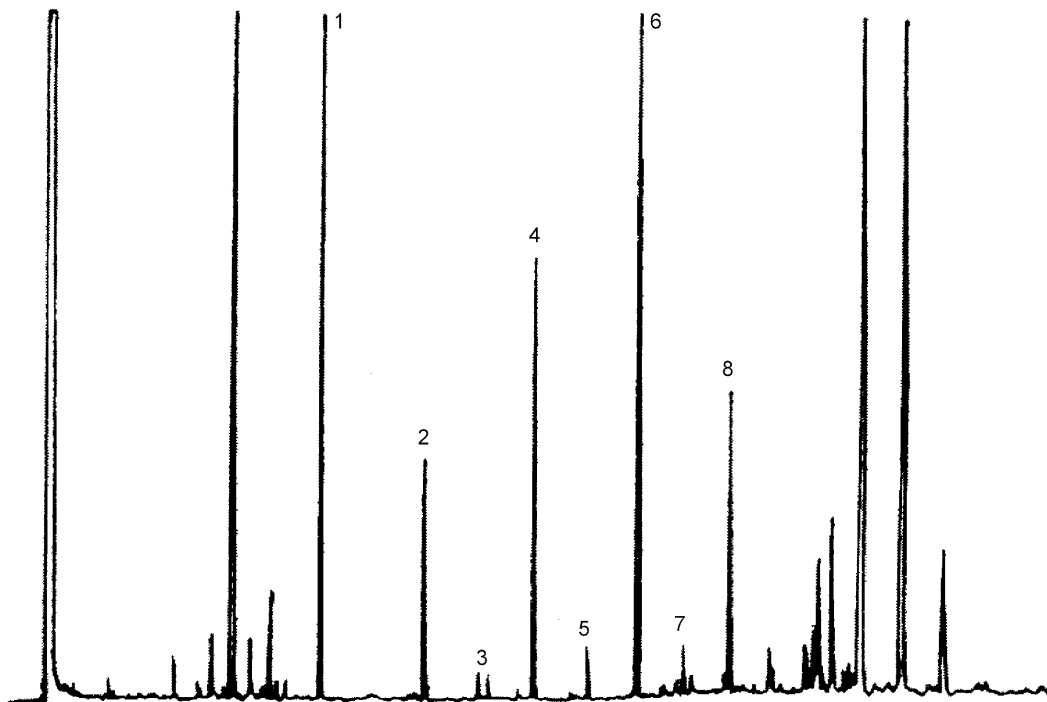
Οι περιεκτικότητες των μεμονωμένων αλειφατικών αλκοολών αναφέρονται σε χιλιοστόγραμμα για 1 000 γραμμάρια λιπαρής ύλης και το άθροισμά τους ως "συνολικές αλειφατικές αλκοόλες".

ΠΡΟΣΑΡΤΗΜΑ

Προσδιορισμός της γραμμικής ταχύτητας του αερίου

Στο χρωματογράφο αέριας φάσης, ρυθμισμένο σε φυσιολογικές συνθήκες λειτουργίας, εγχύονται 1 έως 3 μl μεθανίου (ή προπανίου) και μετράται ο χρόνος που χρειάζεται το αέριο να διασχίσει τη στήλη, μεταξύ της στιγμής εγχύσεως και εκείνης της εξέδου της κορυφής (tM).

Η γραμμική ταχύτητα σε εκατοστόμετρα ανά δευτερόλεπτο δίδεται από τον τύπο L/tM , όπου L είναι το μήκος της στήλης σε εκατοστόμετρα και tM ο μετρούμενος χρόνος σε δευτερόλεπτα.



Εικόνα 1 — Χρωματογράφημα του αλκοολικού κλάσματος ενός παρθένου ελαιολάδου

1 = Εικοσανόλη	5 = Εικοσιπεντανόλη
2 = Εικοσιδυνάολη	6 = Εικοσιεξάολη
3 = Εικοσιτριανόλη	7 = Εικοσιεπτανόλη
4 = Εικοσιτετρανόλη	8 = Εικοσιοκτανόλη»