

## II

(Незаконодателни актове)

## РЕГЛАМЕНТИ

## РЕГЛАМЕНТ (ЕС) № 61/2011 НА КОМИСИЯТА

от 24 януари 2011 година

**за изменение на Регламент (ЕИО) № 2568/91 относно характеристиките на маслиновото масло и маслиновото масло от остатъчен материал и съответните методи за анализ**

ЕВРОПЕЙСКАТА КОМИСИЯ,

като взе предвид Договора за функционирането на Европейския съюз,

като взе предвид Регламент (ЕО) № 1234/2007 на Съвета от 22 октомври 2007 година за установяване на обща организация на селскостопанските пазари и относно специфични разпоредби за някои земеделски продукти („Общ регламент за ООП“) <sup>(1)</sup>, и по-специално член 113, параграф 1, буква а) и член 121, буква з), във връзка с член 4 от него,

като има предвид, че:

- (1) Регламент (ЕИО) № 2568/91 <sup>(2)</sup>, определя физическите и химическите характеристики на маслиновото масло и маслиновото масло от остатъчен материал и методите за анализ на тези характеристики. Тези методи, както и пределните стойности, отнасящи се до характеристиките на маслото, следва да бъдат актуализирани, като се отчетат както мненията на експертите в областта на химията, така и дейностите, проведени в рамките на Международния съвет за маслиновото масло.
- (2) По-специално, предвид факта, че експертите в областта на химията са стигнали до заключението, че етиловите естери на мастни киселини и метиловите естери на мастни киселини представляват полезен параметър за оценка на качеството на необработеното маслиново масло с екстра качество, е целесъобразно да бъдат включени пределните стойности за посочените естери, както и метод за определяне на тяхното съдържание.
- (3) За да се предостави период за адаптиране към новите стандарти и време за въвеждане на средствата за прилагането им, и за да се избегнат нарушения при търговските сделки, измененията в настоящия регламент следва да се прилагат от 1 април 2011 г. Поради същите причини следва да се предвиди разпоредба, съгласно която маслиново масло и маслиново масло от остатъчен материал, които са произведени и етикетирани законно в Съюза или са внесени в Съюза законно и са

допуснати за свободно обръщение преди посочената дата, да могат да се продават до изчерпване на наличностите.

- (4) Регламент (ЕИО) № 2568/91 следва да бъде съответно изменен.
- (5) Мерките, предвидени в настоящия регламент, са в съответствие със становището на Управителния комитет за общата организация на селскостопанските пазари,

ПРИЕ НАСТОЯЩИЯ РЕГЛАМЕНТ:

## Член 1

Регламент (ЕИО) № 2568/91 се изменя, както следва:

- 1) В член 2, параграф 1 се добавя следното тире:

„— за установяване на съдържанието на въсьци, етилови естери на мастни киселини и метилови естери на мастни киселини посредством капилярна газова хроматография — методът, определен в приложение XX“

- 2) В съдържанието на приложенията се добавя следното:

„Приложение XX: Метод за установяване на съдържанието на въсьци, етилови естери на мастни киселини и метилови естери на мастни киселини посредством капилярна газова хроматография“

- 3) Приложение I се замества от текста в приложение I към настоящия регламент.
- 4) Добавя се приложение XX, както е посочено в приложение II към настоящия регламент.

## Член 2

Продукти, които са били законно произведени и етикетирани в Съюза или са били внесени законно в Съюза и допуснати за свободно обращение преди 1 април 2011 г. могат да се продават до изчерпване на складовите наличности.

<sup>(1)</sup> ОВ L 299, 16.11.2007 г., стр. 1.

<sup>(2)</sup> ОВ L 248, 5.9.1991 г., стр. 1.

Член 3

Настоящият регламент влиза в сила на третия ден след публикуването му в *Официален вестник на Европейския съюз*.

Той се прилага от 1 април 2011 г.

Настоящият регламент е задължителен в своята цялост и се прилага пряко във всички държави-членки.

Съставено в Брюксел на 24 януари 2011 година.

За Комисията  
Председател  
José Manuel BARROSO

---

ХАРАКТЕРИСТИКИ НА ВИДОВЕТЕ МАСЛИНОВО МАСЛО

Категория	Етилови естери на мастни киселини (FAME) и метилови естери на мастни киселини (FAEE)	Киселинност (%) (*)	Прекисно число мEq O <sub>2</sub> /kg (*)	Парафини mg/kg (**)	2-глицерил монопалмитат (%)	Стигматидиен mg/kg (1)	Разлика: ECN42 (HPLC) - ECN42 теоретично пресмятане	K <sub>232</sub> (*)	K <sub>270</sub> (*)	ΔK (*)	Органолептическа оценка Средна стойност на дефектите (Md) (*)	Органолептическа оценка Средна стойност на плодовия аромат (Mf) (*)
1. Необработено маслиново масло екстра качество	Σ FAME + FAEE ≤ 75 mg/kg или 75 mg/kg < Σ FAME + FAEE ≤ 150 mg/kg и (FAEE/FAME) ≤ 1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 ако сумарният % палмитинова киселина ≤ 14% ≤ 1,0 ако сумарният % палмитинова киселина > 14%	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
2. Необработено маслиново масло	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 ако сумарният % палмитинова киселина ≤ 14% ≤ 1,0 ако сумарният % палмитинова киселина > 14%	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 2,5	Mf > 0
3. Маслиново масло за осветление	—	> 2,0	—	≤ 300 (3)	≤ 0,9 ако сумарният % палмитинова киселина ≤ 14% ≤ 1,1 ако сумарният % палмитинова киселина > 14%	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 2,5 (2)	—
4. Рафинирано маслиново масло	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9 ако сумарният % палмитинова киселина ≤ 14% ≤ 1,1 ако сумарният % палмитинова киселина > 14%	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
5. Маслиново масло — смес от рафинирано и от висококачествено маслиново масло	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9 ако сумарният % палмитинова киселина ≤ 14% ≤ 1,0 ако сумарният % палмитинова киселина > 14%	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
6. Сурово маслиново масло от остатъчен материал	—	—	—	> 350 (4)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7. Рафинирано маслиново масло от остатъчен материал	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8. Маслиново масло от остатъчен материал	—	≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(1) Общо количество на изомерите, които могат (или не могат) да бъдат отделени чрез капиллярна колона.

(2) Или когато средната стойност на дефектите е по-малка или равна на 2,5, а средната стойност на плодовия аромат е равна на 0.

(3) Масло със съдържание на восъци между 300 mg/kg и 350 mg/kg се определя като масло за осветление, ако общото съдържание на алифатни алкохоли е по-малко или равно на 350 mg/kg или ако процентното съдържание на еритродиол и уваол е по-малко или равно на 3,5%.

(4) Масло със съдържание на восъци между 300 mg/kg и 350 mg/kg се определя като сурово маслиново масло от остатъчен материал, ако общото съдържание на алифатни алкохоли е над 350 mg/kg и ако процентното съдържание на еритродиол и уваол е над 3,5%.

Категория	Съдържание на киселини <sup>(1)</sup>						Общо кол. транс-олеинови изомери (%)	Общо кол. транс-линолеови + транс-линолеови изомери (%)	Съдържание на стероли						Общо стероли (mg/kg)	Еритродиол и уваол (%) (**)
	Миристинова (%)	Линоленова (%)	Арахидинова (%)	Ейкозенова (%)	Бехенова (%)	Лигноцеридова (%)			Холестерол (%)	Брасикастерол (%)	Кампестерол (%)	Стигмастерол (%)	Бета-ситостерол (%) <sup>(2)</sup>	Делта-7-Стигмастерол (%)		
1. Необработено маслиново масло екстра качество	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
2. Необработено маслиново масло	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
3. Маслиново масло за осветление	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 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 <sup>(3)</sup>
4. Рафинирано маслиново масло	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
5. Маслиново масло — смес от рафинирано и необработено	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
6. Сурово маслиново масло от остатъчен материал	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 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 <sup>(4)</sup>
7. Рафинирано маслиново масло от остатъчен материал	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 800	> 4,5
8. Маслиново масло от остатъчен материал	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 600	> 4,5

<sup>(1)</sup> Съдържание на други мастни киселини (%): палмитинова: 7,5 - 20,0; палмитолеинова: 0,3 - 3,5; хептадеканова: ≤0,3; хептадеценова: ≤0,3; стеаринова: 0,5 - 5,0; олеинова: 55,0 - 83,0; линолова: 3,5 - 21,0

<sup>(2)</sup> Сбор от : делта-5,23-сигмастидиенол+хлестерол+бета-ситостерол+ситостанол+делта-5-авенастерол+делта-5,24-стигмастидиенол.

<sup>(3)</sup> Масло със съдържание на восъци между 300 mg/kg и 350 mg/kg се счита за маслиново масло за осветление, ако общото съдържание на алифатни алкохоли е по-малко или равно на 350 mg/kg или ако процентното съдържание на еритродиол и уваол е по-малко или равно на 3,5%.

<sup>(4)</sup> Масло със съдържание на восъци между 300mg/kg и 350 mg/kg се счита за сурово маслиново масло от остатъчен материал, ако общото съдържание на алифатни алкохоли е над 350 mg/kg и ако процентното съдържание на еритродиол и уваол е над 3,5.

#### Забележки:

- а) Резултатите от анализите трябва да бъдат изразени с толкова знака след запетаята, с колкото се дава всяка една характеристика. Последното число трябва да бъде увеличено с една единица, ако следващото число е по-голяма от 4.
- б) Ако дори само една характеристика не отговаря на посочените стойности, категорията на маслото може да бъде променена или маслото да бъде обявено за нечисто съгласно настоящия регламент.
- в) Ако характеристиките, които се отнасят за качеството на маслото, са обозначени със звездичка (\*), това означава, че:  
— за маслиновото масло за осветление може и двете съответни граници да бъдат различни от посочените стойности;  
— за необработеното маслиново масло, ако поне една от тези граници е различна от посочените стойности, категорията на растителното масло се променя независимо от това, че то все още се класифицира в някоя от категориите на висококачественото маслиново масло.
- г) Ако характеристиките, които се отнасят до качеството на маслото са обозначени с две звездички (\*\*) това означава, че за всички видове маслиново масло от остатъчен материал не е задължително едновременно и двете съответни граници да отговарят на посочените стойности.“

## ПРИЛОЖЕНИЕ II

## „ПРИЛОЖЕНИЕ XX

**Метод за определяне на съдържанието на парафини, метилови естери на мастни киселини и етилови естери на мастни киселини чрез капилярна газова хроматография**

## 1. ЦЕЛ

Този метод се използва за определяне съдържанието на въсьци, метилови и етилови естери на мастни киселини в маслиновите масла. Отделните въсьци и алкилови естери се разделят според броя на въглеродните атоми. Методът се препоръчва като средство за разграничаване на маслиновото масло от маслиновото масло от кюспе и като качествен параметър за необработените маслинови масла с екстра качество, правещ възможно откриването на фалшифицирани смеси на необработени маслинови масла с екстра качество с по-нискокачествени, независимо дали са необработени масла, масла за осветление или обезмирисени масла.

## 2. ПРИНЦИП

Добавяне на подходящи вътрешни стандарти към маслото и разделяне чрез хроматография върху колонка от хидратиран силикагел. Добиване на елюираната при опитните условия фракция (при полярност, по-ниска от тази за триацилглицерините) и директен анализ чрез капилярна газова хроматография.

## 3. АПАРАТУРА

## 3.1. Ерленмайерова колба, 25 ml.

3.2. **Съгълена колона** за течна хроматография, с вътрешен диаметър 15 mm, дължина 30—40 cm, оборудвана с кранче.

3.3. **Газов хроматограф**, подходящ за използване с капилярна колона, снабдена със система за директно подаване в колоната, състоящ се от:

3.3.1. **Термостатирана пещ с програмиране на температурата.**

3.3.2. **Инжектор за студено пускане** за директно подаване в колоната.

3.3.3. **Пламъчно-йонизационен детектор и усилвателен преобразувател.**

3.3.4. **Записващ интегратор** (забележка 1) за използване с усилвателния преобразувател (точка 3.3.3), с инертност не по-голяма от 1 s и с променлива скорост на подаване на хартията.

*Забележка 1:* Когато данните от газовата хроматография се въвеждат с персонален компютър може да се използва компютъризирани системи.

3.3.5. **Капилярна колона, аморфен кварц (за анализиране на въсьците и метиловите и етиловите естери)**, дължина от 8—15 m, вътрешен диаметър 0,25—0,32 mm, с вътрешно покритие в течна фаза (забележка 2) до равномерна дебелина на слоя 0,10—0,30  $\mu\text{m}$ .

*Забележка 2:* За целта се продават подходящи готови течни фази като SE52, SE54 и др.

3.4. **Микроспринцовка**, 10  $\mu\text{l}$ , със закалена игла, за директно подаване в колоната.

3.5. **Електрически уред за разклащане.**

3.6. **Ротационен изпарител.**

3.7. **Муфелна пещ.**

3.8. **Аналитична везна за претегляне с точност до 0,1 mg.**

3.9. Стандартно лабораторно оборудване.

#### 4. РЕАГЕНТИ

4.1. **Силикагел**, размер на частиците — mesh 60—200 µm. Силикагелът се поставя в муфелната пещ при 500 °C в продължение на най-малко 4 часа. Остава се да се охлади и след това се добавя 2 % вода, отнесено към използваното количество силикагел. Разклаща се добре, за да се хомогенизира суспензията и се държи в сушилната поне 12 часа преди да се използва.

4.2. **n-хексан** с хроматографска чистота или чистота за остатък (чистотата трябва да бъде проверена).

**ВНИМАНИЕ** — парите за запалими. Да се държи настрана от източници на топлина, искри или открит пламък. Да се гарантира, че бутилките са винаги добре затворени. При употреба да се осигури подходяща вентилация. Да се избягва натрупването на пари и да се отстранят всички възможни причинители на пожар, като нагреватели или електрически уреди, които не са произведени от незапалим материал. Опасен е при вдишване, тъй като може да причини увреждане на нервните клетки. Да се избягва вдишването им. Ако е необходимо да се използва подходящ апарат за дишане. Да се избягва контакт с очите и кожата.

#### 4.3. Етилов етер, хроматографска чистота.

**ВНИМАНИЕ** — силно запалим и леко токсичен. Предиизвиква дразнене на кожата. Вреден при вдишване. Може да причини увреждане на очите. Ефектите може да се проявят със закъснение. Може да образува взривоопасни прекиси. Парите за запалими. Да се държи настрана от източници на топлина, искри или открит пламък. Да се гарантира, че шишетата са винаги добре затворени. При употреба да се осигурява подходяща вентилация. Да се избягва натрупването на пари и да се отстранят всички възможни причинители на пожар, като нагреватели или електрически уреди, които не са произведени от незапалим материал. Да не се изпарява до сухо или почти сухо. Добавянето на вода или друг подходящ редуктор може да намали образуването на прекис. Да не се пие. Да се избягва вдишване на парите. Да се избягва продължителен или многократен контакт с кожата.

#### 4.4. n-хептан, хроматографска чистота, или **изооктан**.

**ВНИМАНИЕ** — лесно запалим. Вреден при вдишване. Да се държи настрана от източници на топлина, искри или открит пламък. Да се гарантира, че бутилките са винаги добре затворени. При употреба да се осигурява подходяща вентилация. Да се избягва вдишване на парите. Да се избягва продължителен или многократен контакт с кожата.

#### 4.5. **Стандартен разтвор на лаурилов арахидат (забележка 3) — 0,05% (m/V) в хептан (вътрешен стандарт за восъци).**

*Забележка 3:* Може да се използват и палмитилов палмитат, миристилов стеарат или арахидилов лауреат.

#### 4.6. **Стандартен разтвор на метилов хептадеканоат — 0,02 % (m/V) в хептан (вътрешен стандарт за метилови и етилови естери).**

#### 4.7. **Судан 1 (1-фенилазо-2-нафтол).**

#### 4.8. **Газ носител: водород или хелий, пречистен, чистота за газова хроматография.**

##### **ВНИМАНИЕ**

**Водород.** Леснозапалим, намира се под налягане. Да се държи настрана от източници на топлина, искри, открит пламък или електрически уреди, които не са произведени от незапалим материал. Да се гарантира, че клапата на бутилката е затворена, когато тя не се използва. Да се използва винаги с редуцирвентил. Да се освободи пружината на редуцирвентила преди отваряне на клапата на бутилката. Да не се застива пред изходния отвор на бутилката при отваряне на клапата. При употребата да се осигурява подходяща вентилация. Да не се прехвърля водород от една бутилка в друга. Да не се смесват газове в бутилката. Да се гарантира, че бутилките не могат да бъдат преобърнати. Да се пазят от слънчева светлина и настрана от източници на топлина. Да се съхраняват в корозионноустойчива среда. Да не се използват повредени или неетикетирани бутилки.

**Хелий.** Газ, сгъстен под високо налягане. Намалява количеството на кислорода за дишане. Бутилката да се съхранява затворена. При употреба да се осигурява подходяща вентилация. Да не се влиза в складови площи, освен ако не са с подходяща вентилация. Да се използва винаги с редуцирвентил. Да се освободи пружината на редуцирвентила преди отваряне на клапата на бутилката. Да не се прехвърля газ от една бутилка в друга. Да се гарантира, че бутилките не могат да бъдат преобърнати. Да не се застива пред изходния отвор на бутилката при отваряне на клапата. Да се пазят от слънчева светлина и настрана от източници на топлина. Да се съхраняват в корозионноустойчива среда. Да не се използват повредени или неетикетирани бутилки. Да не се вдишва. Да се използва само за технически цели.

#### 4.9. Спомагателни газове:

- водород, пречистен, с чистота за газова хроматография.
- въздух, пречистен, с чистота за газова хроматография.

#### ВНИМАНИЕ

Въздух. Газ, съгъстен под високо налягане. Да се използва с повишено внимание при наличие на горими вещества, тъй като температурата на samozапалване на повечето органични съединения във въздуха е значително по-ниска при високо налягане. Да се гарантира, че клапата на шишето е затворена, когато то не се използва. Да се използва винаги редуцирвентил. Да се освободи пружината на редуцирвентила преди отваряне на клапата на бутилката. Да не се заства пред изходния отвор на бутилката при отваряне на клапата. Да не се прехвърля газ от една бутилка в друга. Да не се смесват газове в бутилката. Да се гарантира, че бутилките не могат да бъдат преобърнати. Да се пазят от слънчева светлина и настрани от източници на топлина. Да се съхраняват в корозионноустойчива среда. Да не се използват повредени или неетикетирани бутилки. Въздухът, предназначен за технически цели, не трябва да се вдишва или да се използва за уреди за дишане.

### 5. ПРОЦЕДУРА

#### 5.1. Подготовка на хроматографската колона

Суспендират се 15 g силикагел (точка 4.1) в n-хексан (точка 4.2) и се подават в колоната (точка 3.2). Остава се да се утай самостоятелно. Утаяването се завършва с помощта на електрически уред за разклащане, за да се осигури голяма еднородност на хроматографския слой. Перколират се 30 ml n-хексан, за да бъдат отстранени евентуални онечиствания. С помощта на аналитична везна (точка 3.8) се претеглят точно 500 mg от пробата в 25-милилитрова колба (точка 3.1) и се добавя подходящо количество вътрешен стандарт (точка 4.5) в зависимост от предполагаемото съдържание на восъци, например се добавя 0,1 mg лаурилов арахидат в случай на маслиново масло, 0,25 - 0,50 mg в случай на масло от маслиново кюспе и 0,05 mg метилов хептадеканоат за маслинови масла (точка 4.6).

Подготвената проба се прехвърля в хроматографската колона с помощта на две части от по 2 ml n-хексан (точка 4.2).

Остава се разтворителят да стигне до 1 mm над горното ниво на абсорбента. Перколират се допълнително n-хексан/етилов етер (99:1) и се събират 220 ml при дебит от около 15 капки на всеки 10 секунди. **(Тази фракция съдържа метиловите и етиловите естери и восъците).** (Забележка 4) (Забележка 5).

Забележка 4: Сместа от n-хексан/етилов етер (99:1) трябва да е пряко приготвена за деня.

Забележка 5: За да се контролира визуално правилното елюиране на восъците, към разтвора на пробата може да бъдат добавени 100 µl оцветител судан I (1 %).

Времето на запържане на оцветителя е между това на восъците и триацилглицерините. Следователно, когато оцветителят достигне дъното на хроматографската колона, отмиването трябва да бъде прекратено, тъй като всички восъци са били елюирани.

Получените фракции се изпаряват в ротационен изпарител до почти пълно отстраняване на разтворителя. Последните 2 ml се отстраняват при слаба струя азот. Събира се фракцията, съдържаща метиловите и етиловите естери, като се разрежда с 2-4 ml n-хептан или изооктан.

#### 5.2. Анализ чрез газова хроматография

##### 5.2.1. Предварителна процедура

Поставя се колоната в газовия хроматограф (точка 3.3), свързвайки входния отвор към системата на колоната, а изходния отвор към детектора. Проверява се апаратът за газова хроматография (работа на газовите контури, ефективност на детектора и записващата система и т.н.).

Ако колоната се използва за първи път, препоръчително е да бъде приведена към желаните условия. Подава се слаб поток от газ през колоната, след което се включва апаратът за газова хроматография. Нагрява се постепенно до достигане след около 4 часа на температура 350 °C.

Тази температура се поддържа в продължение на поне два часа, след което апаратът се регулира за работни условия (регулира се притокът на газ, запалва се пламъкът, свързва се към електронното записващо устройство (точка 3.3.4), регулира се температурата на пещта за колоната, регулира се детекторът и др.). Записва се сигналът при чувствителност поне два пъти по-висока от изискваната за анализа. Основната графика трябва да бъде линейна, без каквито и да било пикове, и да не бъде изместена.

Отрицателно линейно изместване показва, че свързките на колоната не са правилни, а положително изместване показва, че колоната не е приведена правилно към работни условия.

#### 5.2.2. Избор на работните условия за въсци и метилови и етилови естери (забележка 6).

В общия случай работните условия са следните:

— Температура на колоната:

20 °C/min 5 °C/min

първо 80 °C (1') — 140 °C — 335 °C (20)

— Температура на детектора: 350 °C.

— Инжектирано количество: 1 µl от разтвора в n-хептан (2-4 ml).

— Газ носител: хелий или водород с оптимална линейна скорост за съответния газ (виж допълнение A).

— Чувствителност на измервателния уред: подходяща, за да бъдат изпълнени горните условия.

Забележка 6: Поради високата крайна температура се допуска положително изместване, но то не трябва да надвишава 10 % от обхвата на скалата.

Тези условия могат да бъдат променени според характеристиките на колоната и на газовия хроматограф, за да се отделят всички въсци и метилови и етилови естери на мастни киселини и да бъде постигнато задоволително максимално разделяне (виж фигури 2, 3 и 4) и време на задържане от  $18 \pm 3$  минути за вътрешния стандарт от лаурилов арахидат. Най-представителният пик за въсците трябва да бъде над 60% от обхвата на скалата, а вътрешният стандарт от метил хептадеканоат за метилови и етилови естери трябва да достига обхвата на скалата.

Параметрите за интегриране на пиковете се определят по такъв начин, че да се извърши правилна оценка на съответните площи на пиковете.

#### 5.3. Извършване на анализа

Вземат се 10 µl от разтвора с помощта на микроспринцовка от 10 µl като буталото се изтегля докато иглата се изпразни. Иглата се вкарва в системата за инжектиране и се извършва инжектиране бързо след 1-2 секунди. След около 5 секунди иглата внимателно се изтегля.

Записването продължава до пълното елюиране на въсците или стигмастидиените, в зависимост от анализираната фракция.

Основната крива следва винаги да отговаря на поставените условия.

#### 5.4. Определяне на пиковете

Пиковете се определят по времената на задържане, като се сравняват с тези на смеси на въсци, чиито времена на задържане са известни и са анализирани при същите условия. Алкиловите естери се разпознават в смеси на метилови и етилови естери по главните мастни киселини в маслиновите масла (палмитинова и олеинова).

На фигура 1 е представена хроматограма на въсците в необработено маслиново масло. На фигури 2 и 3 са показани хроматограмите на две продавани на дребно необработени маслинови масла с екстра качество, едното с метилови и етилови естери, а другото без. На фигура 4 са показани хроматограмите за най-висококачествено необработено маслиново масло с екстра качество и същото масло с пикове, дължащи се на 20 % обезмиришено масло



### 5.5. Количествен анализ на восъците

С помощта на интегратора се определят площите на пиковите, съответстващи на вътрешния стандарт от лаурилов арахидат и алифатните естери от C<sub>40</sub> до C<sub>46</sub>.

Определя се общото съдържание на восъци, като се добавя всеки отделен восък в mg/kg мастно вещество както следва:

$$\text{Восъци, mg/kg} = \frac{(\sum A_x) \cdot m_s \cdot 1\,000}{A_s \cdot m}$$

където:

A<sub>x</sub> = е площта, съответстваща на пика за отделния естер, в отброяванията на компютъра.

A<sub>s</sub> = е площта, съответстваща на пика за вътрешния стандарт от лаурилов арахидат, в отброяванията на компютъра

m<sub>s</sub> = е масата на вътрешния стандарт от лаурилов арахидат, в милиграми;

m = е масата на взетата за определяне проба, в грамове.

#### 5.5.1. Количествен анализ на метиловите и етиловите естери

С помощта на интегратора се определят площите на пиковите, съответстващи на вътрешния стандарт от метил хептадеканоат, на метиловите естери на масните киселини C<sub>16</sub> и C<sub>18</sub> и на етиловите естери на масните киселини C<sub>16</sub> и C<sub>18</sub>.

Определя се общото съдържание на всеки алкилов естер в mg/kg мастно вещество, както следва:

$$\text{Естер, mg/kg} = \frac{A_x \cdot m_s \cdot 1\,000}{A_s \cdot m}$$

където:

A<sub>x</sub> = е площта, съответстваща на пика за отделния естер C<sub>16</sub> и C<sub>18</sub>, в отброяванията на компютъра

A<sub>s</sub> = е площта, съответстваща на пика за вътрешния стандарт от метилов хептадеканоат, в отброяванията на компютъра

m<sub>s</sub> = е масата на добавения вътрешен стандарт от метилов хептадеканоат, в милиграми;

m = е масата на взетата за определяне проба, в грамове.

### 6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Записва се сумата от съдържанията на отделните восъци от C<sub>40</sub> до C<sub>46</sub> (*забележка 7*) в милиграми на килограм мастно вещество.

Записват се сумите от съдържанията на метиловите и етиловите естери от C<sub>16</sub> до C<sub>18</sub> и сумарната стойност от двете суми.

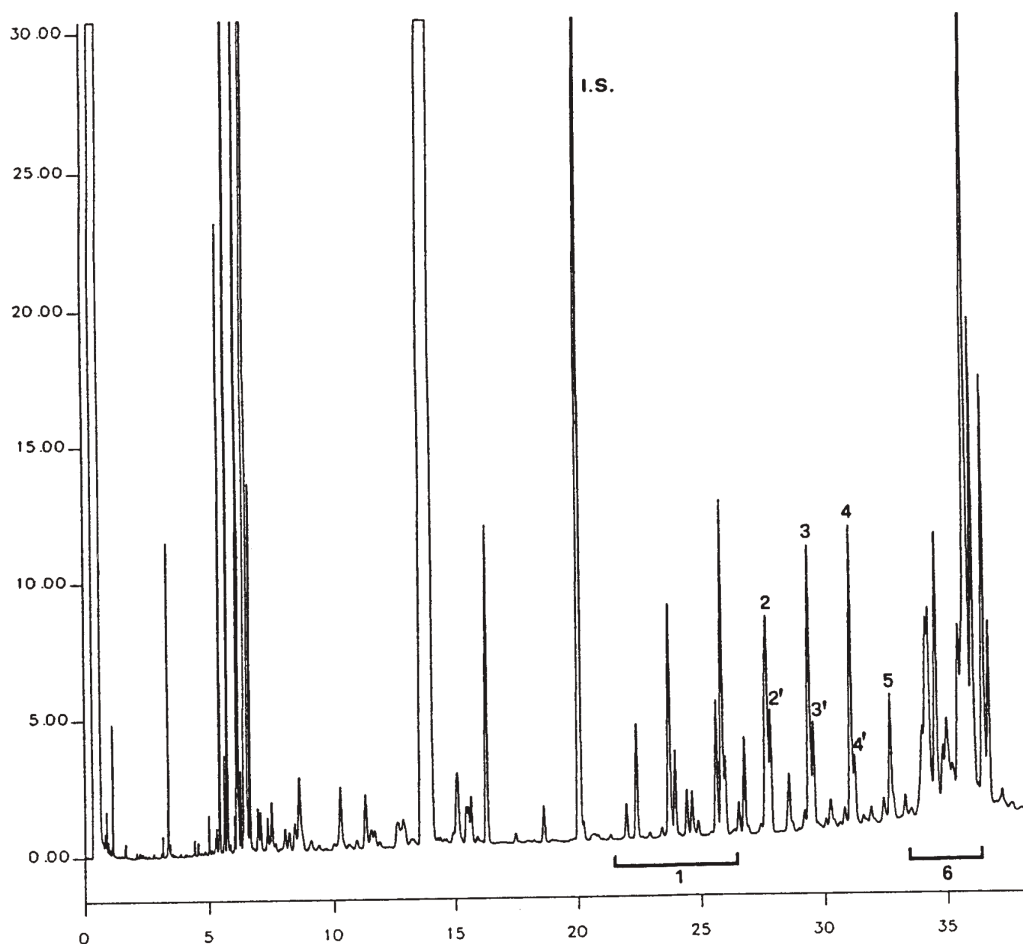
Резултатите следва да бъдат изразени чрез закръгляне до най-близкия mg/kg.

*Забележка 7:* Съставките, които трябва да бъдат определени количествено, съответстват на пиковите с четен брой въглеродни атоми сред естерите C<sub>40</sub> до C<sub>46</sub>, в съответствие с примерната хроматограма на восъците в маслиновото масло, показана на приложената фигура. За целите на разпознаването, ако естерът C<sub>46</sub> е разделен, се препоръчва да се анализира фракцията на восъците на масло от маслиново къспе, при което пикът C<sub>46</sub> е различим, защото е явно преобладаващ.

Записва се съотношението на етиловите естери към метиловите естери

Фигура 1

Примерна газова хроматограма на фракцията на осъщите в маслиново масло (\*)



Пикове с време на задържане на метиловите и етиловите естери на мастни киселини от 5 до 8 минути

Условни знаци:

I.S. — Лаурилов арахидат

1 — дитерпенови естери

2+2' — естери C<sub>40</sub>

3+3' — естери C<sub>42</sub>

4+4' — естери C<sub>44</sub>

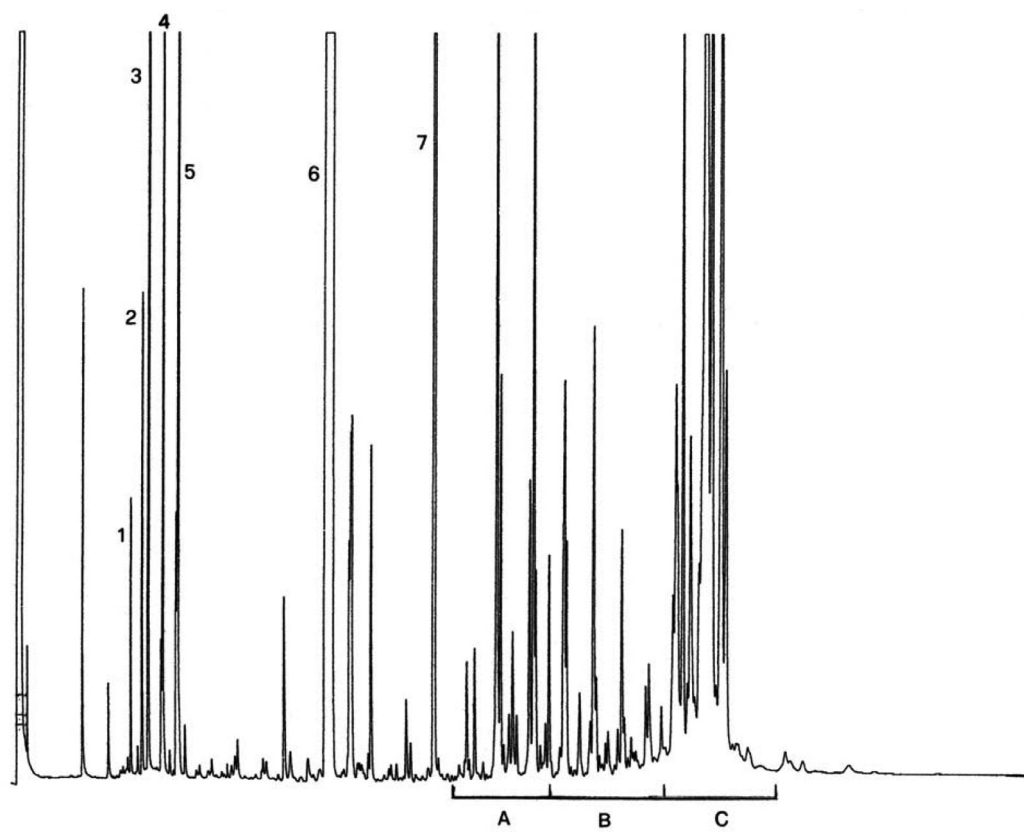
5 — естери C<sub>46</sub>

6 = стеролови естери и тритерпенови алкохоли

(\*) След елюирането на стероловите естери, хроматограмата не трябва да съдържа изразени пикове (триацилглицерини).

Фигура 2

## Метилви естери, етилови естери и восъци в необработено маслиново масло



Условни знаци:

1 – метил C<sub>16</sub>

2 – етил C<sub>16</sub>

3 – метилов хептадеканоат I.S.

4 – метил C<sub>18</sub>

5 – етил C<sub>18</sub>

6 – сквален

7 – лаурилов арахидат I.S.

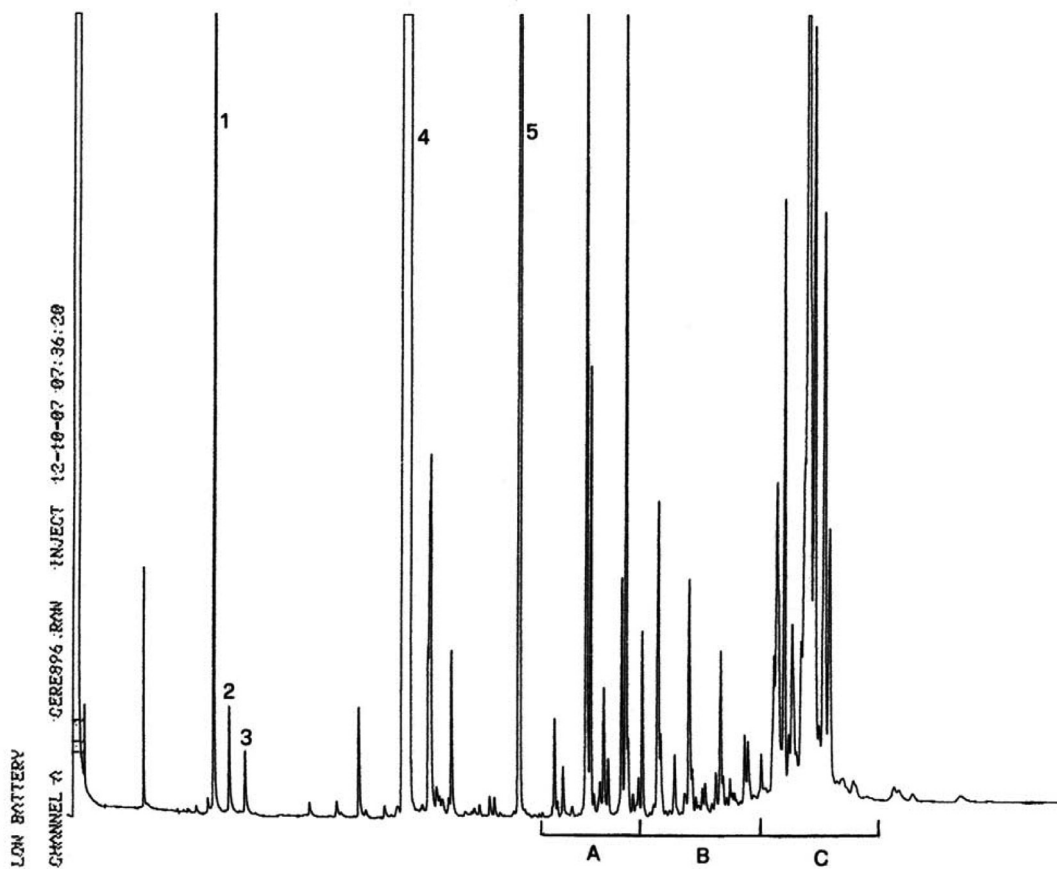
A – дитерпенови естери

B – восъци

C – стеролови естери и тритерпенови естери

Фигура 3

Метилнови естери, етилови естери и восъци в необработено маслиново масло с екстра качество

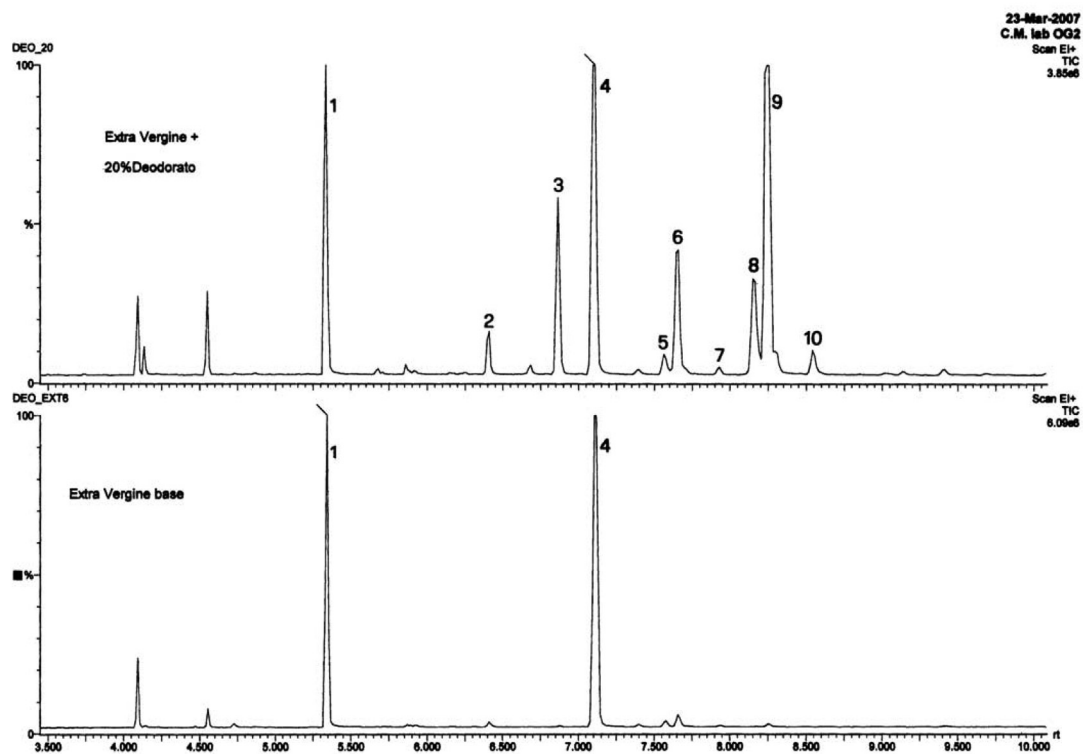


Условни знаци:

- 1 – метил хептадеканоат I.S.
- 2 – метил C<sub>18</sub>
- 3 – етил C<sub>18</sub>
- 4 – сквален
- 5 – лаурилов арахидат I.S.
- A – дитерпенови естери
- B – восъци
- C – стеролови естери и тритерпенови естери

Фигура 4

Част от хроматограма за необработено маслиново масло с екстра качество и същото масло с пикове от обезмирисено масло



Условни знаци:

- 1 – метилов миристенат I.S.
- 2 – метилов палмитат
- 3 – етилов палмитат
- 4 – метилов хептадеканат I.S.
- 5 – метилов линолеат
- 6 – метилов олеат
- 7 – метилов стеарат
- 8 – етилов линолеат
- 9 – етилов олеат
- 10 – етилов стеарат

*Приложение А***Определяне на линейната скорост на газа**

Инжектират се от 1 до 3  $\mu\text{l}$  метан (или пропан) в газовия хроматограф след настройването му към нормалните работни условия. Измерва се времето, за което газът преминава през колоната от момента на инжектирането му до появяването на пика ( $t_M$ ).

Линейната скорост в  $\text{cm/s}$  се пресмята по формулата  $L/t_M$ , където  $L$  е дължината на колоната в сантиметри, а  $t_M$  е измереното време в секунди.“

---