РЕГЛАМЕНТ ЗА ИЗПЪЛНЕНИЕ (ЕС) № 1348/2013 НА КОМИСИЯТА

от 16 декември 2013 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 г. за установяване на обща организация на селскостопанските пазари и относно специфични разпоредби за някои земеделски продукти (Общ регламент за ООП) ([1]), и по-специално член 113, параграф 1, буква а) и член 121, първа алинея, букви а) и з) във връзка с член 4 от него,

като има предвид, че:

(1) В Регламент (ЕИО) № 2568/91 на Комисията ([2]) се определят химичните и органолептичните характеристики на маслиновото масло и маслиновото масло от остатъчен материал, както и методите за оценка на тези характеристики. Тези методи и пределните стойности, отнасящи се до характеристиките на маслото, следва да бъдат актуализирани, като се вземат предвид както мненията на експертите в областта на химията, така и дейностите, проведени в рамките на Международния съвет за маслиновите продукти (IOC).

(2) За да се гарантира, че установените от IOC най-нови международни стандарти се прилагат на равнището на Съюза, следва да се актуализират някои методи за анализ и пределни стойности, отнасящи се до характеристиките на маслата, определени в Регламент (ЕИО) № 2568/91.

(3) Поради това следва да се адаптират пределните стойности за стигмастадиените, восъците, алкиловите естери на миристиновата киселина и на мастните киселини, както и да се въведат съответните изменения в някои схеми на решенията, чрез които се установява дали дадена проба маслиново масло отговаря на декларираната категория. Следва да се въведат схеми на решенията по отношение на кампестерола и делта7-стигмастенола, придружени от по-ограничителни параметри, за да се улесни търговията и да се гарантира автентичността на маслиново масло, което ще подпомогне защитата на потребителите. Методът за анализ, отнасящ се до компонентния състав и съдържанието на стероли и определянето на еритродиол и уваол, следва да бъде заменен от по-надежден метод, който обхваща и тритерпеновите диалкохоли. Наред с това е уместно да се направи преглед на органолептичната оценка на маслиновото масло и да се добави метод, позволяващ откриването на чужди растителни масла в маслиновите масла.

(4) В контекста на промените на процедурите, свързани с проверките за съответствие на маслата, следва да се извърши съответното адаптиране и на метода за вземане на проби от маслиново масло и маслиново масло от остатъчен материал.

(5) Поради това Регламент (ЕИО) № 2568/91 следва да бъде съответно изменен.

(6) За да се предостави срок за адаптиране към новите разпоредби и време за въвеждане на средствата за прилагането им, както и да се избегнат затрудненията при осъществяване на търговските сделки, измененията в настоящия регламент следва да се прилагат от 1 март 2014 г. Поради същите причини следва да се предвиди разпоредба, съгласно която маслиновото масло и маслиновите масла от остатъчен материал, които са произведени и етикетирани законно в Съюза или са внесени законно в Съюза и допуснати за свободно обращение преди посочената дата, да могат да се продават до изчерпване на наличностите.

(7) 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) Член 2 се заменя със следния текст:

„*Член 2*

1. Характеристиките на маслата, установени в приложение I, се определят в съответствие със следните методи за анализ:

а) за определяне на свободните мастни киселини, изразени като процент олеинова киселина, се използва методът, описан в приложение II;

б) за определяне на пероксидното число се използва методът, описан в приложение III;

в) за определяне на съдържанието на восъци се използва методът, описан в приложение IV;

г) за определяне на компонентния състав и съдържанието на стероли и тритерпенови диалкохоли чрез капилярна газова хроматография се използва методът, описан в приложение V;

д) за определяне на процентното съдържание на 2-глицерилмонопалмитат се използва методът, описан в приложение VII;

е) за извършване на спектрофотометричен анализ се използва методът, описан в приложение IX;

ж) за определяне на компонентния състав на мастните киселини се използва методът, описан в приложения Ха и Хб;

з) за определяне на съдържанието на летливи халогенирани разтворители се използва методът, описан в приложение XI;

([1]) ОВ L 299, 16.11.2007 г., стр. 1.

([2]) Регламент (ЕИО) № 2568/91 на Комисията от 11 юли 1991 г. относно характеристиките на маслиновото масло и маслиновото масло от остатъчен материал и съответните методи за анализ (ОВ L 248, 5.9.1991 г., стр. 1).

и) за оценка на органолептичните характеристики на необработеното маслиново масло се използва методът, описан в приложение XII;

й) за определяне на съдържанието на стигмастадиени се използва методът, описан в приложение XVII;

к) за определяне на съдържанието на триглицериди с ECN42 се използва методът, описан в приложение XVIII;

л) за определяне на съдържанието на алифатни алкохоли се използва методът, описан в приложение XIX;

м) за определяне на съдържанието на восъци, метилови естери на мастни киселини и етилови естери на мастни киселини се използва методът, описан в приложение XX.

С цел да се установи наличието на чужди растителни масла в маслиновите масла се прилага методът за анализ, описан в приложение XXa.

2. Проверката на органолептичните характеристики на необработените масла от страна на националните органи или техни представители се извършва посредством групи от дегустатори, одобрени от държавите членки.

Ако такава група потвърди класифицирането на дадено масло, органолептичните характеристики на маслото, посочени в първа алинея, се приемат за отговарящи на категорията.

Ако групата не потвърди декларираната категория по отношение на органолептичните характеристики, при поискване от заинтересованата страна националните органи или техни представители своевременно организират две насрещни оценки, които се извършват от други одобрени групи дегустатори, като поне една от тези оценки се извършва от одобрена от засегнатата държава членка производител група дегустатори. Ако декларираната категория бъде потвърдена при най-малко две от насрещните оценки, съответните характеристики се приемат за отговарящи на декларираните. При липса на такова потвърждение разходите за насрещните оценки се поемат от заинтересованата страна.

3. Когато националните органи или техни представители извършват проверка на характеристиките на маслото съгласно посоченото в параграф 1, вземането на проби се извършва в съответствие с международните стандарти EN ISO 661 относно подготовката на пробата за изпитване и EN ISO 5555 относно вземането на проби. Независимо от разпоредбите на точка 6.8 от стандарт EN ISO 5555 обаче в случай на партиди от такива масла в директни опаковки пробите се вземат съгласно приложение Ia към настоящия регламент. При наличието на наливни масла, при които вземането на проби не може да се извърши в съответствие със стандарт EN ISO 5555, пробите се вземат в съответствие с инструкциите, предоставени от компетентния орган на държавата членка.

Без да се засягат разпоредбите на стандарт EN ISO 5555 и глава 6 от стандарт EN ISO 661, взетите проби се пренасят възможно най-бързо на тъмно и хладно място и се изпращат за лабораторен анализ не по-късно от петия работен ден след вземането им; в противен случай пробите се съхраняват така, че да се избегне тяхното повреждане или влошаването на състоянието им по време на транспортирането или съхранението, преди да бъдат изпратени в лабораторията.

4. За целите на предвидената в параграф 3 проверка анализите, посочени в приложения II, III, IX, XII и XX, и — когато е приложимо — всички необходими насрещни анализи, изисквани съгласно националното законодателство, се провеждат преди изтичането на срока на минималната трайност, ако тази проверка засяга пакетирани продукти. При вземане на проби от наливни масла анализите се извършват не по-късно от шестия месец след месеца, през който са били взети пробите.

По отношение на другите анализи, предвидени в настоящия регламент, срок не е предвиден.

Освен в случаите, когато пробата е била взета по-малко от два месеца преди изтичането на срока на минималната трайност, ако резултатите от анализите не отговарят на характеристиките на декларираната категория маслиново масло или маслиново масло от остатъчен материал, засегнатата страна бива уведомена не по-късно от един месец преди изтичането на срока, посочен в първа алинея.

5. С оглед определянето на характеристиките на маслиновото масло по методите, предвидени в параграф 1, първа алинея, резултатите от анализа се подлагат на пряко сравнение с пределните стойности, посочени в настоящия регламент.“

(2) Приложение I се заменя с текста на приложение I към настоящия регламент.

(3) Приложение Ia се заменя с текста на приложение II към настоящия регламент.

(4) Приложение Iб се заменя с текста на приложение III към настоящия регламент.

(5) Приложение V се заменя с текста на приложение IV към настоящия регламент.

(6) Приложение VI се заличава.

(7) Приложение XII се заменя с текста на приложение V към настоящия регламент.

(8) След приложение XX се вмъква приложение XXa, чийто текст се съдържа в приложение VI към настоящия регламент.

Член 2

Продуктите, които са законно произведени и етикетирани в Съюза или са внесени законно в Съюза и допуснати за свободно обращение преди 1 март 2014 г., могат да се продават до изчерпване на наличностите.

Член 3

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

Той се прилага се от 1 март 2014 г.

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

Съставено в Брюксел на 16 декември 2013 година.

За Комисията

Председател

José Manuel BARROSO

ПРИЛОЖЕНИЕ I

„ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ХАРАКТЕРИСТИКИ НА КАТЕГОРИИТЕ МАСЛИНОВО МАСЛО

Категория	Етилови естери на мастни киселини (FAEEs) mg /kg (*)	Киселинност (%) (*)	Пероксидно число mEq O_2/kg (*)	Восъци mg /kg (**)	2-глицерилмонопалмитат (%)	Стигмастадиени mg /kg [1]	Разлика: ECN42 (BETX) – ECN42 [2] (теоретично изчисление)	K_{232} (*)	K_{268} или K_{270} (*)	Делта-К (*)	Органолептична оценка Медиана на недостатъците (Md) (*)	Органолептична оценка Медиана на признака „плодов аромат“ (Mf) (*)
1. Необработено маслиново масло екстра качество	FAEEs ≤ 40 (2013—2014 стопанска година) [3] FAEEs ≤ 35 (2014—2015 стопанска година) FAEEs ≤ 30 (след 2015 стопанска година)	≤ 0,8	≤ 20	$C_{42} + C_{44} + C_{46} \leq 150$	≤ 0,9 ако сумарният % палмитинова киселина ≤ 14 % ≤ 1,0 ако сумарният % палмитинова киселина > 14 %	≤ 0,05	≤ |0,2|	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
2. Необработено маслиново масло	—	≤ 2,0	≤ 20	$C_{42} + C_{44} + C_{46} \leq 150$	≤ 0,9 ако сумарният % палмитинова киселина ≤ 14 % ≤ 1,0 ако сумарният % палмитинова киселина > 14 %	≤ 0,05	≤ |0,2|	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
3. Маслиново масло за осветление	—	> 2,0	—	$C_{40} + C_{42} + C_{44} + C_{46} \leq 300$ [4]	≤ 0,9 ако сумарният % палмитинова киселина ≤ 14 % ≤ 1,1 ако сумарният % палмитинова киселина > 14 %	≤ 0,50	≤ |0,3|	—	—	—	Md > 3,5 [5]	—
4. Рафинирано маслиново масло	—	≤ 0,3	≤ 5	$C_{40} + C_{42} + C_{44} + C_{46} \leq 350$	≤ 0,9 ако сумарният % палмитинова киселина ≤ 14 % ≤ 1,1 ако сумарният % палмитинова киселина > 14 %	—	≤ |0,3|	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—

Категория	Етилови естери на мастни киселини (FAEEs) mg /kg (*)	Киселинност (%) (*)	Пероксидно число mEq O_2/kg (*)	Восъци mg /kg (**)	2-глицерилмонопалмитат (%)	Стигмастадиени mg /kg (1)	Разлика: ECN42 (BETX) – ECN42 (2) (теоретично изчисление)	K_{232} (*)	K_{268} или K_{270} (*)	Делта-K (*)	Органолептична оценка Медиана на недостатъците (Md) (*)	Органолептична оценка Медиана на признака „плодов аромат“ (Mf) (*)
5. Маслиново масло, съставено от рафинирано и необработено маслиново масло	—	≤ 1,0	≤ 15	$C_{40} + C_{42} + C_{44} + C_{46} \leq 350$	≤ 0,9 ако сумарният % палмитинова киселина ≤ 14 % ≤ 1,0 ако сумарният % палмитинова киселина > 14 %	—	≤ |0,3|	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
6. Нерафинирано маслиново масло от остатъчен материал	—	—	—	$C_{40} + C_{42} + C_{44} + C_{46} > 350$ (6)	≤ 1,4	—	≤ |0,6|	—	—	—	—	—
7. Рафинирано маслиново масло от остатъчен материал	—	≤ 0,3	≤ 5	$C_{40} + C_{42} + C_{44} + C_{46} > 350$	≤ 1,4	—	≤ |0,5|	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8. Маслиново масло от остатъчен материал	—	≤ 1,0	≤ 15	$C_{40} + C_{42} + C_{44} + C_{46} > 350$	≤ 1,2	—	≤ |0,5|	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(1) Общо количество на изомерите, които могат (или не могат) да бъдат отделени чрез капилярна колона.
(2) Маслиновото масло трябва да съответства на метода, описан в приложение XXa.
(3) Това ограничение се отнася за маслиновите масла, произведени след 1 март 2014 г.
(4) 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 ≤ 350 mg/kg или ако процентното съдържание на еритродиол и уваол е ≤ 3,5 %.
(5) Или когато медианата на недостатъците е над 3,5 или медианата на недостатъците е ≤ 3,5 % и медианата на признака „плодов аромат“ е равна на 0.
(6) Маслата със съдържание на восъци между 300 mg/kg и 350 mg/kg се считат за нерафинирано маслиново масло от остатъчен материал, ако общото съдържание на алифатни алкохоли е над 350 mg/kg и съдържанието на еритродиол и уваол е над 3,5 %.

Категория	Компонентен състав на мастни киселини (1)						Общо кол. *транс*-олеинови изомери (%)	Общо кол. *транс*-линолови + *транс*-линоленови изомери (%)	Компонентен състав на стероли						Общо стероли (mg/kg)	Еритродиол и уваол (%) (**)
	Миристинова (%)	Линоленова (%)	Арахинова (%)	Ейкозенова (%)	Бехенова (%)	Лигноцеринова (%)			Холестерол (%)	Брасикастерол (%)	Кампестерол (2) (%)	Стигмастерол (%)	Привиден β-ситостерол (%) (3)	Делта7-стигмастенол (2) (%)		
1. Необработено маслиново масло екстра качество	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
2. Необработено маслиново масло	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
3. Маслиново масло за осветление	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,10	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5 (4)
4. Рафинирано маслиново масло	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5

Категория	Компонентен състав на мастни киселини ([1])						Общо кол. *транс*-олеинови изомери (%)	Общо кол. *транс*-линолови + *транс*-линоленови изомери (%)	Компонентен състав на стероли						Общо стероли (mg/kg)	Еритродиол и уваол (%) (**)
	Миристинова (%)	Линоленова (%)	Арахинова (%)	Ейкозенова (%)	Бехенова (%)	Лигноцеринова (%)			Холестерол (%)	Брасикастерол (%)	Кампестерол ([2]) (%)	Стигмастерол (%)	Привиден β-ситостерол (%) ([3])	Делта7-стигмастенол ([2]) (%)		
5. Маслиново масло, съставено от рафинирано и необработено маслиново масло	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
6. Нерафинирано масло от остатъчен материал	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,30	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 2 500	> 4,5 ([5])
7. Рафинирано масло от остатъчен материал	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,30	≤ 0,20	≤ 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	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,30	≤ 0,20	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Камп.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 600	≤ 4,5

([1]) Съдържание на други мастни киселини (%): палмитинова: 7,50—20,00; палмитолеинова: 0,30—3,50; хептадеканова: ≤ 0,30; хептадеценова: ≤ 0,30; стеаринова: 0,50—5,00; олеинова: 55,00—83,00; линолова: 3,50—21,00.

([2]) Вж. допълнението към настоящото приложение.

([3]) Привиден β-ситостерол: делта5,23-сигмастадиенол+клеростерол+бета-ситостерол+ситостанол+делта5-авенастерол+делта5,24-стигмастадиенол.

([4]) 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 ≤ 350 mg/kg или ако процентното съдържание на еритродиол и уваол е ≤ 3,5 %.

([5]) Маслата със съдържание на восъци между 300 mg/kg и 350 mg/kg се считат за нерафинирано 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 десетичната запетая, с колкото се дава всяка една характеристика. Последната цифра трябва да бъде увеличена с една единица, ако следващата цифра е по-голяма от 4.

б) Ако дори само една характеристика не отговаря на посочените стойности, категорията на маслото може да бъде променена или то да бъде обявено за нечисто съгласно настоящия регламент.

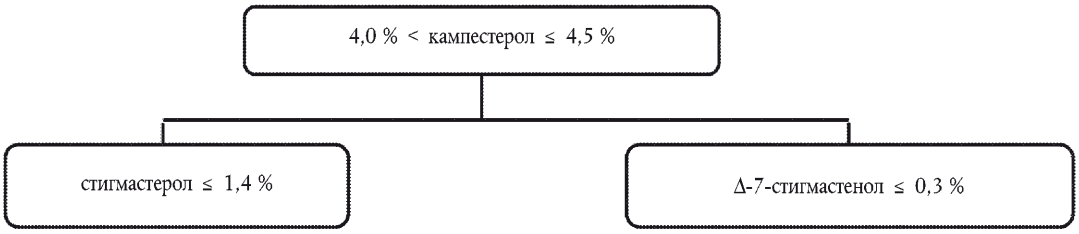
в) Ако дадена характеристика, която се отнася до качеството на маслото, е обозначена със звездичка (*), това означава следното: за маслиновото масло за осветление — може и двете съответни граници да бъдат едновременно различни от посочените стойности; за необработеното маслиново масло — ако поне една 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 необработено маслиново масло.

г) Ако дадена характеристика е обозначена с две звездички (**), това означава, че може двете съответни граници за всички видове маслиново масло от остатъчен материал да бъдат едновременно различни от посочените стойности.

Допълнение

Схема на решенията

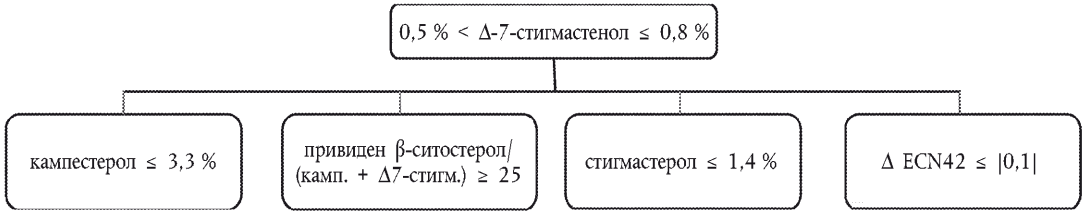
Схема на решенията по отношение на **кампестерола** за необработено маслиново масло и необработено маслиново масло екстра качество:



Другите параметри трябва да са в границите, определени в настоящия регламент.

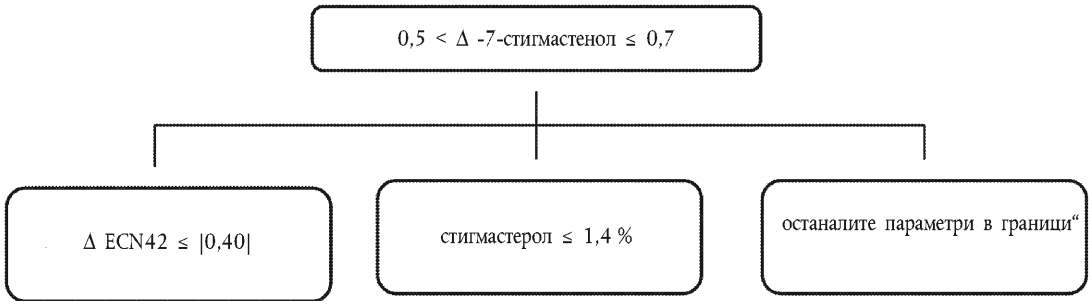
Схема на решенията по отношение на **делта7-стигмастенола** за:

— необработено маслиново масло екстра качество и необработено маслиново масло



Другите параметри трябва да са в границите, определени в настоящия регламент.

— масла от остатъчен материал (нерафинирани и рафинирани)



ПРИЛОЖЕНИЕ II

„ПРИЛОЖЕНИЕ Ia

ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ОТ МАСЛИНОВО МАСЛО ИЛИ МАСЛИНОВО МАСЛО ОТ ОСТАТЪЧЕН МАТЕРИАЛ, ДОСТАВЯНИ В ДИРЕКТНИ ОПАКОВКИ

Методът за вземане на проби се прилага за партиди маслиново масло или маслиново масло от остатъчен материал в директни опаковки. В зависимост от това, дали директната опаковка надвишава 5 литра или не, се прилагат различни методи за вземане на проби.

„Партида“ означава набор продажни единици, които са произведени, изработени и опаковани в условия, позволяващи маслото, съдържащо се във всяка продажна единица, да бъде считано за хомогенно по отношение на всички аналитични характеристики. Идентифицирането на дадена партида трябва да се извършва в съответствие с Директива 2011/91/ЕС на Европейския парламент и на Съвета ([1]).

„Единична проба“ означава количеството масло, съдържащо се в директна опаковка и взето произволно от партидата.

1. СЪДЪРЖАНИЕ НА ПЪРВИЧНАТА ПРОБА

1.1. **Директна опаковка, която не надвишава 5 литра**

„Първична проба“ за директна опаковка, която не надвишава 5 литра, означава броят на единичните проби, взети от дадена партида и отговарящи на изискванията по таблица 1.

Таблица 1

Изисквания относно максималния размер на първичните проби

Когато директната опаковка е с капцитет от	Първичната проба трябва да съдържа масло от
а) 1 литър или повече	а) 1 директна опаковка
б) по-малко от 1 литър	б) минималния брой опаковки с общ капацитет най-малко 1,0 литър

В зависимост от потребностите си (например органолептична оценка, извършена от лаборатория, различна от тази, която е провела химичните анализи, насрещен анализ и др.) всяка държава членка може да увеличи посочения в таблица 1 брой опаковки, който представлява първична проба.

1.2. **Директна опаковка, която надвишава 5 литра**

„Първична проба“ за директна опаковка, която надвишава 5 литра, означава представителна част от общия брой единични проби, взети от дадена партида и отговарящи на изискванията по таблица 2. Първичната проба трябва да се състои от различни извадки.

„Извадка“ от първична проба означава всяка една от опаковките, съставляващи първичната проба.

Таблица 2

Минимален брой единични проби, които подлежат на подбор

Брой опаковки в партидата	Минимален брой единични проби, които подлежат на подбор
До 10	1
От … 11 до 150	2
От … 151 до 500	3
От … 501 до 1 500	4
От … 1 501 до 2 500	5
> 2 500 на 1 000 опаковки	1 допълнителна единична проба

([1]) Директива 2011/91/ЕС на Европейския парламент и на Съвета от 13 декември 2011 г. относно означенията или маркировките, идентифициращи партидата, към която принадлежи дадена храна (ОВ L 334, 16.12.2011 г., стр. 1).

С цел да се намали обемът на директните опаковки, използвани при пробите, съдържанието на единичните проби се хомогенизира за приготвяне на първичната проба. Различните единични проби се изсипват в общ контейнер за хомогенизиране чрез разбъркване, така че да се осигури възможно най-добра защита от въздуха.

Съдържанието на първичната проба трябва да се излее в поредица от опаковки с минимален капацитет 1,0 литър, всяка от които представлява извадка от първичната проба.

В зависимост от потребностите си (например органолептична оценка, извършена от лаборатория, различна от тази, която е провела химичните анализи, насрещен анализ и др.) всяка държава членка може да увеличи броя първични проби.

Всяка опаковка трябва да се напълни така, че горният въздушен слой да бъде ограничен до минимум, след което да се затвори и запечата по подходящ начин, гарантиращ, че продуктът е защитен от външна намеса.

Извадките трябва да бъдат етикетирани, за да се гарантира правилното им идентифициране.

2. АНАЛИЗИ И РЕЗУЛТАТИ

2.1. Всяка първична проба трябва да се раздели на лабораторни проби в съответствие с точка 2.5 от стандарт EN ISO 5555 и да се анализира съобразно реда, показан в съдържащата се в приложение Iб схема на решенията, или по всеки друг начин на случаен принцип.

2.2. В случаите, когато всички резултати от анализите отговарят на характеристиките на обявената категория масло, цялата партида се обявява за отговаряща на изискванията.

Ако дори един резултат от анализите не отговаря на характеристиките на обявената категория масло, цялата партида се обявява за неотговаряща на изискванията.

3. ПРОВЕРКА НА КАТЕГОРИЯТА НА ПАРТИДАТА

3.1. С цел да се провери категорията на дадена партида, компетентният орган може да увеличи броя на първичните проби, взети от различни точки на партидата, в съответствие със следната таблица:

Таблица 3

Брой първични проби съгласно размера на партидата

Размер на партидата (в литри)	Брой първични проби
По-малко от 7 500	2
От 7 500 до по-малко от 25 000	3
От 25 000 до по-малко от 75 000	4
От 75 000 до по-малко от 125 000	5
125 000 и повече	6 + 1 за всеки допълнителни 50 000 литра

Всяка единична проба, съставляваща първична проба, трябва да се взема от точно определено място в партидата, без да се прави прекъсване; необходимо е местоположението на всяка първична проба да се записва и да може да се идентифицира безпогрешно.

Съставянето на всяка първична проба трябва да се извършва в съответствие с процедурите, посочени в точки 1.1 и 1.2.

След това всяка първична проба се подлага на анализите, посочени в член 2, параграф 1.

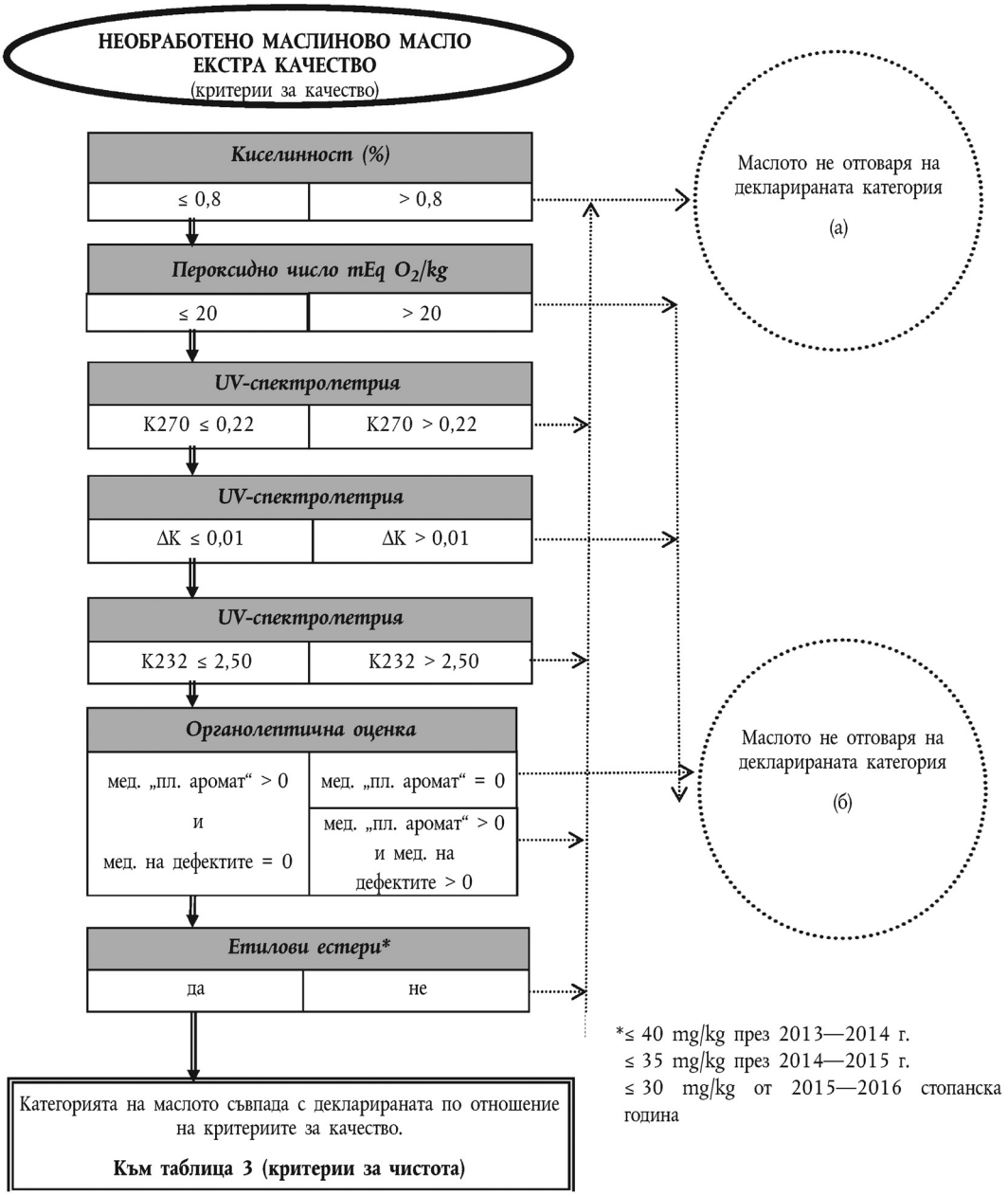
3.2. Когато един от резултатите от посочените в член 2, параграф 1 анализи на поне една първична проба не отговаря на характеристиките на декларираната категория масло, цялата партида, от която е била взета пробата, се обявява за неотговаряща на изискванията.“

ПРИЛОЖЕНИЕ III

„ПРИЛОЖЕНИЕ Iб

СХЕМА НА РЕШЕНИЯТА ЗА ПРОВЕРКА НА СЪВМЕСТИМОСТТА НА ПРОБАТА ОТ МАСЛИНОВО МАСЛО С ДЕКЛАРИРАНАТА КАТЕГОРИЯ

Таблица 1



*≤ 40 mg/kg през 2013—2014 г.
≤ 35 mg/kg през 2014—2015 г.
≤ 30 mg/kg от 2015—2016 стопанска година

Таблица 2

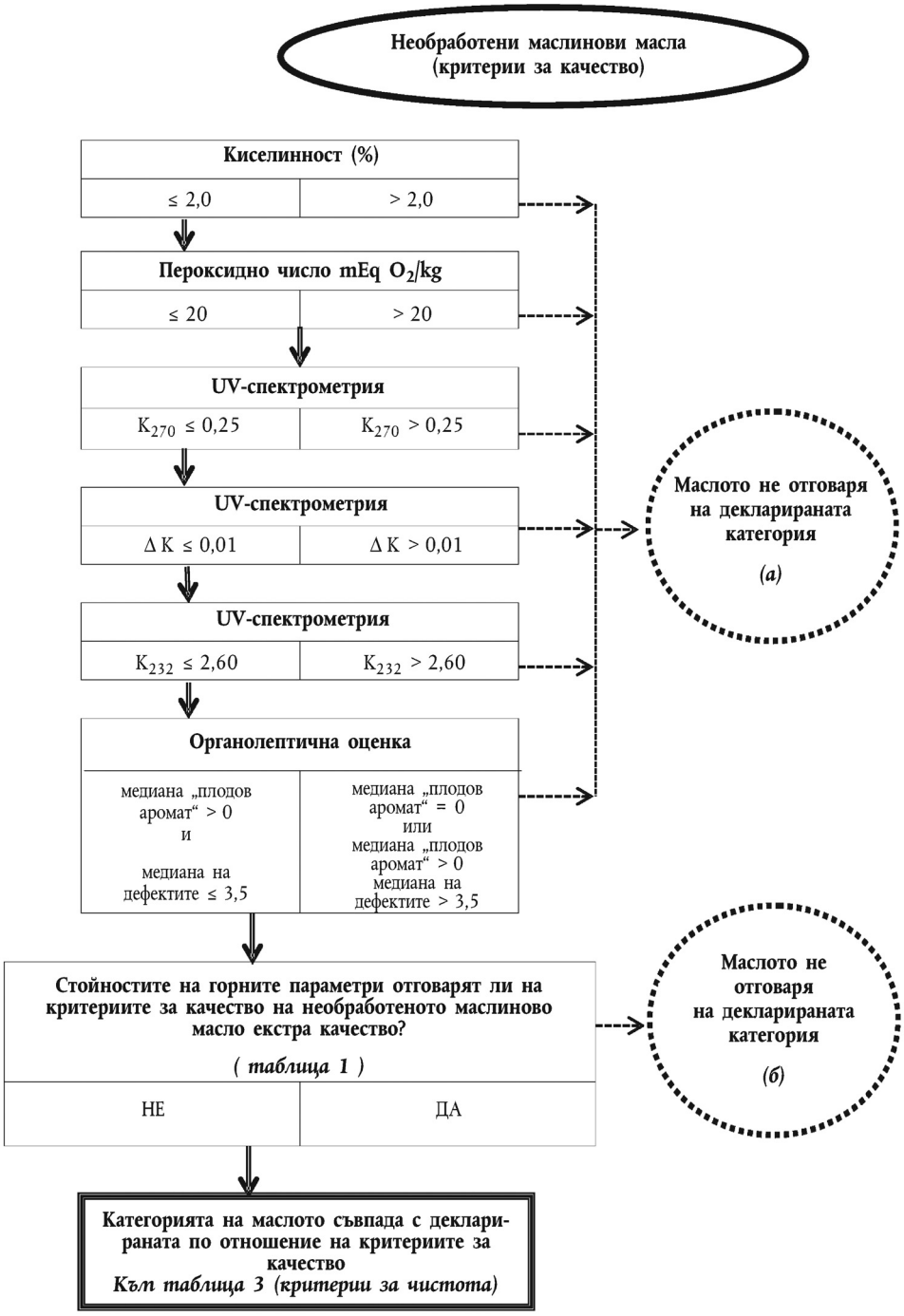
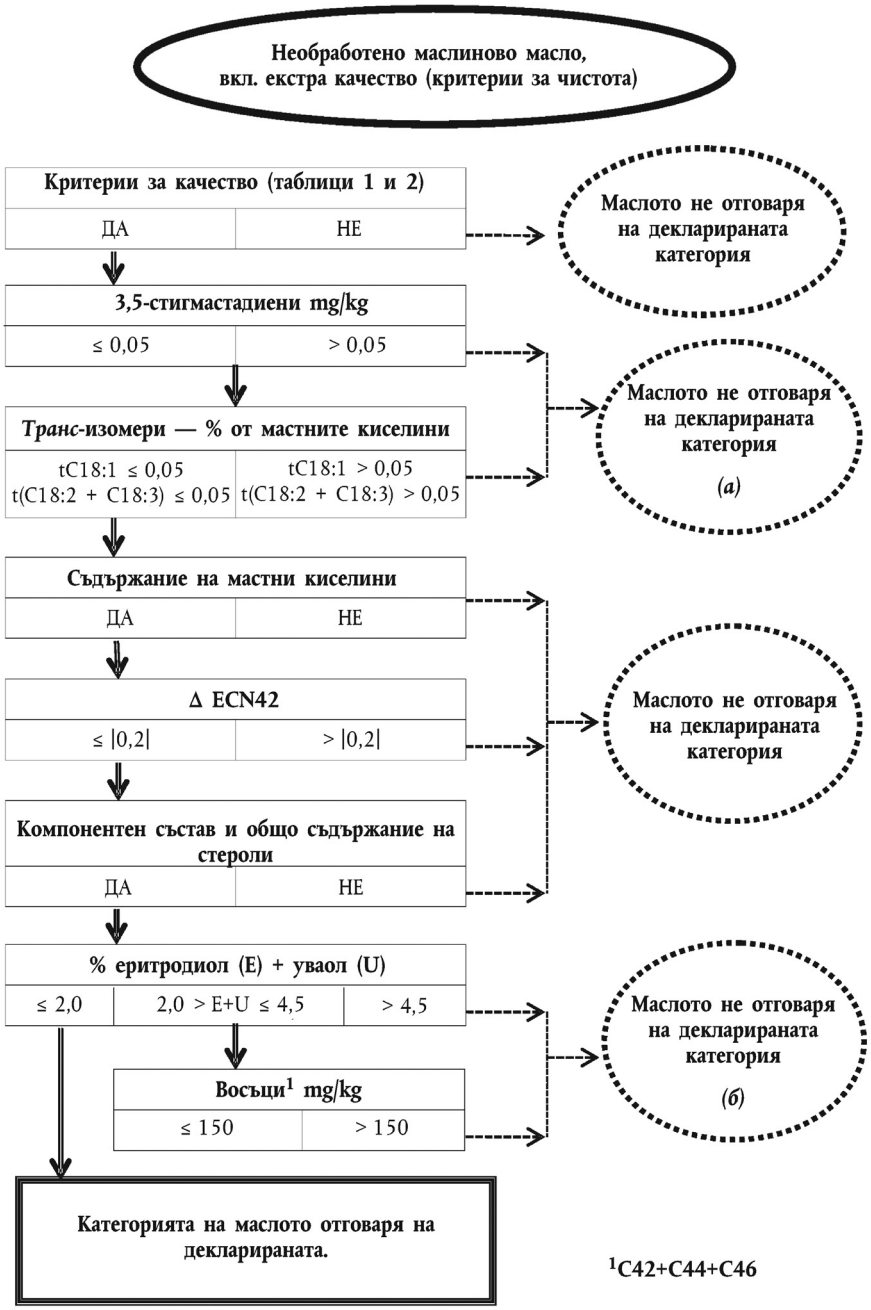

Необработени маслинови масла (критерии за качество)
Киселинност (%)
≤ 2,0
> 2,0
Пероксидно число mEq O_2/kg
≤ 20
> 20
UV-спектрометрия
K_{270} ≤ 0,25
K_{270} > 0,25
UV-спектрометрия
ΔK ≤ 0,01
ΔK > 0,01
UV-спектрометрия
K_{232} ≤ 2,60
K_{232} > 2,60
Органолептична оценка
медиана „плодов аромат“ > 0 и медиана на дефектите ≤ 3,5
медиана „плодов аромат“ = 0 или медиана „плодов аромат“ > 0 медиана на дефектите > 3,5
Маслото не отговаря на декларираната категория (а)
Стойностите на горните параметри отговарят ли на критериите за качество на необработеното маслиново масло екстра качество? (таблица 1)
НЕ
ДА
Маслото не отговаря на декларираната категория (б)
Категорията на маслото съвпада с декларираната по отношение на критериите за качество
Към таблица 3 (критерии за чистота)

Таблица 3


Необработено маслиново масло, вкл. екстра качество (критерии за чистота)
Критерии за качество (таблици 1 и 2)
ДА
НЕ
Маслото не отговаря на декларираната категория
3,5-стигмастадиени mg/kg
≤ 0,05
> 0,05
Транс-изомери — % от мастните киселини
tC18:1 ≤ 0,05 t(C18:2 + C18:3) ≤ 0,05
tC18:1 > 0,05 t(C18:2 + C18:3) > 0,05
Маслото не отговаря на декларираната категория (а)
Съдържание на мастни киселини
ДА
НЕ
Δ ECN42
≤ |0,2|
> |0,2|
Маслото не отговаря на декларираната категория
Компонентен състав и общо съдържание на стероли
ДА
НЕ
% еритродиол (E) + уваол (U)
≤ 2,0
2,0 > E+U ≤ 4,5
> 4,5
Восъци[1] mg/kg
≤ 150
> 150
Маслото не отговаря на декларираната категория (б)
Категорията на маслото отговаря на декларираната.
[1]C42+C44+C46

Допълнение 1

Таблица на съответствието между приложенията към настоящия регламент и анализите, определени в схемата на решенията

— Киселинност	Приложение II	Определяне на свободни мастни киселини, студен метод
— Пероксидно число	Приложение III	Определяне на пероксидното число
— UV-спектрометрия	Приложение IX	Спектрофотометричен анализ
— Органолептична оценка	Приложение XII	Органолептична оценка на необработено маслиново масло
— Етилови естери	Приложение XX	Метод за определяне на съдържанието на восъци, метилови естери на мастни киселини и етилови естери на мастни киселини чрез капилярна газова хроматография
— 3,5-стигмастадиени	Приложение XVII	Метод за определяне на стигмастадиени в растителни масла
— *Транс*-изомери на мастните киселини	Приложение Ха и	Анализ на метилови естери на мастни киселини чрез газова хроматография
	Приложение Хб	Приготвяне на метилови естери на мастни киселини
— Съдържание на мастни киселини	Приложение Ха и	Анализ на метилови естери на мастни киселини чрез газова хроматография
	Приложение Хб	Приготвяне на метилови естери на мастни киселини
— ΔECN42	Приложение XVIII	Определяне на компонентния състав на триглицеридите с ECN42 (разлика между данните от ВЕТХ и теоретичното съдържание)
— Компонентен състав и общо съдържание на стероли — Еритродиол и уваол	Приложение V	Определяне на компонентния състав и съдържанието на стероли и на тритерпенови алкохоли чрез капилярна газова хроматография
— Восъци	Приложение IV	Определяне на съдържанието на восъци чрез капилярна газова хроматография
— Алифатни алкохоли	Приложение XIX	Определяне на съдържанието на алифатни алкохоли чрез капилярна газова хроматография
— Наситени мастни киселини в позиция 2	Приложение VII	Определяне на процентното съдържание на 2-глицерилмонопалмитат“

ПРИЛОЖЕНИЕ IV

„ПРИЛОЖЕНИЕ V

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА КОМПОНЕНТНИЯ СЪСТАВ И СЪДЪРЖАНИЕТО НА СТЕРОЛИ И НА ТРИТЕРПЕНОВИ ДИАЛКОХОЛИ ЧРЕЗ КАПИЛЯРНА ГАЗОВА ХРОМАТОГРАФИЯ

1. ОБХВАТ

Методът описва процедура за определяне на отделното и общото съдържание на стероли и тритерпенови диалкохоли в маслиновите масла и маслиновите масла от остатъчен материал.

2. ПРИНЦИП

Маслото, към което е добавен α-холестанол като вътрешен стандарт, се осапунява с етанолов разтвор на калиев хидроксид, след което неосапуняемите съставки се екстрахират с помощта на етилов етер.

Фракцията на стеролите и на тритерпеновите диалкохоли се отделя от неосапуняемите съставки чрез тънкослойна хроматография на основна плака със силикагел. Фракциите, възстановени от силикагела, се преобразуват в триметилсилилови етери, след което се анализират чрез капилярна газова хроматография.

3. ОБОРУДВАНЕ

Стандартно лабораторно оборудване, включващо по-конкретно следното:

3.1. Колба с вместимост 250 ml с обратен хладник със стъклен шлиф.

3.2. Делителна фуния с вместимост 500 ml.

3.3. Колби с вместимост 250 ml.

3.4. Пълен набор за анализ чрез тънкослойна хроматография с използване на стъклени плаки с размер 20 × 20 cm.

3.5. Ултравиолетова лампа с дължина на вълната 254 или 366 nm.

3.6. Микроспринцовки с вместимост 100 µl и 500 µl.

3.7. Цилиндрична фуния за филтруване, подходяща за филтруване под вакуум, с порьозна преграда G3 (порьозност 15—40 µm), диаметър приблизително 2 cm, височина 5 cm и мъжка муфа с шлиф.

3.8. Конусовидна колба с вместимост 50 ml и женска муфа с шлиф, която може да се монтира към фунията за филтруване (точка 3.7).

3.9. Епруветка с вместимост 10 ml с конично дъно и стъклена тапа.

3.10. Газов хроматограф, подходящ за използване с капилярна колона, снабдена с инжекционна система за разделяне, който се състои от:

3.10.1. Термостатична камера за колони с възможност за поддържане на желаната температура с точност до ± 1 °C;

3.10.2. Инжектор с възможност за настройка на температурата с изпарителен елемент от персиланизирано стъкло и със система за разделяне.

3.10.3. Пламъчно-йонизационен детектор (ПЙД).

3.10.4. Система за добив на данни, подходяща за употреба с ПЙД (точка 3.10.3.), с възможност за ръчно въвеждане.

3.11. Капилярна колона от стопен кварц с дължина 20—30 m и вътрешен диаметър 0,25—0,32 mm, покрита с 5 % дифенил — 95 % диметилполисилоксан (неподвижна фаза с SE-52 или SE-54 или еквивалентна) до постигането на еднородна дебелина между 0,10 и 0,30 µm.

3.12. Микроспринцовка за газова хроматография с вместимост 10 µl и циментирана игла, подходяща за инжектиране с разделяне.

3.13. Десикатор за калциев дихлорид.

4. РЕАГЕНТИ

4.1. Калиев хидроксид с минимален титър 85 %.

4.2. Етанолов разтвор на калиев хидроксид — приблизително 2 N.

130 g калиев хидроксид (точка 4.1) се разтваря с охлаждане в 200 ml дестилирана вода и се долива до един литър с етанол (точка 4.10). Разтворът се съхранява в плътно затворени бутилки от тъмно стъкло за не повече от два дни.

4.3. Етилов етер с чистота за анализ.

4.4. Етанолов разтвор на калиев хидроксид — приблизително 0,2 N.

13 g калиев хидроксид (точка 4.1) се разтваря в 20 ml дестилирана вода и се долива до един литър с етанол (точка 4.10).

4.5. Безводен натриев сулфат с чистота за анализ.

4.6. Стъклени плаки (20 × 20 cm), покрити със силикагел, без флуоресцентен индикатор и с дебелина 0,25 mm (могат да се доставят от търговската мрежа готови за употреба).

4.7. Толуен с чистота за хроматографски анализ.

4.8. Ацетон с чистота за хроматографски анализ.

4.9. n-Хексан с чистота за хроматографски анализ.

4.10. Етилов етер с чистота за хроматографски анализ.

4.11. Етанол с чистота за анализ.

4.12. Етилацетат с чистота за анализ.

4.13. Референтен разтвор за тънкослойна хроматография: холестерол или фитостероли плюс 5 % разтвор на еритродиол в етилацетат (точка 4.11).

4.14. 0,2 % разтвор на 2,7-дихлорофлуоресцеин в етанол. Той се подлага на слаба алкализация чрез добавяне на няколко капки 2 N алкохолен разтвор на калиев хидроксид (точка 4.2).

4.15. Безводен пиридин с чистота за хроматографски анализ (вж. бележка 5).

4.16. Хексаметилдисилазан с чистота за анализ.

4.17. Триметилхлоросилан с чистота за анализ.

4.18. Разтвори на проби от триметилсилилови етери.

Те се приготвят в момента на употреба от стероли и еритродиол, получени от масла, в които се съдържат.

4.19. α-Холестанол с чистота над 99 % (чистотата трябва да бъде проверена чрез газова хроматография).

4.20. Вътрешен стандартен разтвор на α-холестанол, 0,2 % разтвор (m/V) в етилацетат (точка 4.11).

4.21. Разтвор на фенолфталеин, 10 g/l в етанол (точка 4.10).

4.22. Газ носител: водород или хелий, пречистени за газова хроматография.

4.23. Помощни газове: водород, хелий, азот и въздух, пречистени за газова хроматография.

4.24. Смес от n-хексан (точка 4.9)/етилов етер (точка 4.10) в съотношение 65:35 (V/V).

4.25. Реагент за силилиране, състоящ се от смес от пиридин/ хексаметилдисилазан/ триметилхлоросилан в съотношение 9:3:1 (V/V/V).

5. ПРОЦЕДУРА

5.1. Приготвяне на неосапуняемите съставки.

5.1.1. С помощта на микроспринцовка с вместимост 500 µl (точка 3.6) в колба с вместимост 250 ml (точка 3.1) се въвежда обем вътрешен стандартен разтвор на α-холестанол (точка 4.20), чието съдържание на холестанол съответства на приблизително 10 % от съдържанието на стероли в пробата. Така например за мостра маслиново масло с маса 5 g се прибавят 500 µl разтвор на α-холестанол (точка 4.20) и 1 500 µl, ако маслиновото масло е от остатъчен материал. Мострата се подлага на изпарение до изсъхване на топла водна баня със слаба струя азот; след охлаждане на колбата в нея се претеглят 5 ± 0,01 g от сухата филтрувана проба.

Бележка 1: Животинските или растителните масла, съдържащи значителни количества холестерол, могат да отбележат пик с време на задържане, подобно на това при холестанола. В този случай стероловата фракция се подлага на двукратен анализ — с вътрешен стандарт и без него.

5.1.2. Добавят се 50 ml 2 N етанолов разтвор на калиев хидроксид (точка 4.2) и малко пемза, поставя се обратният хладник и се нагрява до слабо кипене, докато се извърши осапуняването (разтворът се избистря). Нагряването продължава още 20 минути, след което през върха на хладника се прибавят 50 ml дестилирана вода, хладникът се отделя и колбата се охлажда до приблизително 30 °C.

5.1.3. Съдържанието на колбата се прехвърля количествено в делителна фуния с вместимост 500 ml (точка 3.2), като се използват няколко части дестилирана вода (50 ml). Добавят се приблизително 80 ml етилов етер (точка 4.10) и делителната фуния се разклаща енергично в продължение на около 60 секунди, като налягането се освобождава периодично чрез нейното обръщане и отваряне на спирателния кран. Изчаква се до получаването на пълно разделяне на две фази (бележка 2).

След това сапуненият разтвор се отлива възможно най-изчерпателно в отделна делителна фуния. По същия начин се извършват още две екстракции на фазата на водно-алкохолна смес, като всеки път се използват 60 до 70 ml етилов етер (точка 4.10).

Бележка 2: Всяка емулсия може да бъде разрушена с прибавяне на малки количества етанол (точка 4.11).

5.1.4. Трите етерни екстракта се смесват в делителна фуния, съдържаща 50 ml вода. Промиването с вода (50 ml) продължава, докато промивната вода престане да се оцветява в розово при добавянето на капка разтвор на фенолфталеин (точка 4.21).

След отстраняване на промивната вода се филтрува безводен натриев сулфат (точка 4.5) в предварително претеглена колба с вместимост 250 ml, като фунията и филтърът се промиват с малки количества етилов етер (точка 4.10).

5.1.5. Разтворителят се изпарява под вакуум чрез дестилация в ротационен изпарител при температура 30 °C. Добавят се 5 ml ацетон и летливият разтворител се отстранява напълно посредством лека въздушна струя. Остатъкът се изсушава в пещ при температура 103 ± 2 °C в продължение на 15 минути. След това се охлажда в десикатори и се претегля с точност до 0,1 mg.

5.2. Отделяне на фракцията на стеролите и тритерпеновите диалкохоли (еритродиол + уваол)

5.2.1. Подготовка на основните плаки за тънкослойна хроматография. Плаките със силикагел (точка 4.6) се потапят на 4 cm в 0,2 N етанолов разтвор на калиев хидроксид (точка 4.5) за 10 секунди, след което се оставят да изсъхнат в лабораторна камина за два часа и накрая се поставят в пещ при 100 °C за един час.

Изваждат се от пещта и се съхраняват в десикатор за калциев хлорид (точка 3.13) до момента на употреба (така обработените плаки трябва да се използват в рамките на 15 дни).

Бележка 3: Когато за отделяне на стероловата фракция се използват основни плаки със силикагел, не е необходимо неосапуняемата фракция да се обработва с диалуминиев триоксид. По този начин всички съединения с киселинни свойства (мастни киселини и други) се задържат в точката на накапване и ивицата на стеролите се отделя ясно от ивицата на алифатните и тритерпеновите алкохоли.

5.2.2. В проявителната камера се налива до дълбочина около 1 cm смес от хексан и етилов етер (точка 4.24) (бележка 4). Камерата се затваря с подходящ капак и се оставя най-малко за половин час на хладно, така че да се установи равновесие между течността и парите. Към вътрешните повърхности на камерата могат да се прикрепят ивици от филтърна хартия, потопени в елуента. Това намалява времето за проявяване с приблизително една трета и осигурява по-равномерно и правилно елуиране на съставките.

Бележка 4: Необходимо е проявителната смес да се подменя за всяко изпитване, за да се получат напълно възпроизводими условия за елуиране; допуска се употребата на алтернативен разтворител 50:50 (V/V) n-хексан/етилов етер.

5.2.3. Приготвя се приблизително 5 % разтвор на неосапуняемите съставки (точка 5.1.5) в етилацетат (точка 4.12) и с помощта на микроспринцовка с вместимост 100 µl 0,3 ml от разтвора се нанасят на тънка и равномерна ивица върху долния край (2 cm) на хроматографската плака (точка 5.2.1). На същото равнище като ивицата се накапват 2 до 3 µl от референтния разтвор (точка 4.13.), така че ивицата на стеролите и тритерпеновите диалкохоли да може да бъде разпозната след проявяването.

5.2.4. Плаката се поставя в проявителната камера, приготвена съгласно изискванията в точка 5.2.2. Околната температура се поддържа между 15 и 20 °C (бележка 5). Камерата се затваря веднага с капака и се оставя за елуиране, докато фронтът на разтворителя достигне приблизително 1 cm от горния ръб на плаката. След това плаката се изважда от проявителната камера и разтворителят се изпарява под струя горещ въздух или като плаката се остави за кратко време под камина.

Бележка 5: По-високата температура може да влоши разделянето.

5.2.5. Плаката се напръсква леко и равномерно с разтвора на 2,7-дихлорофлуоресцеин (точка 4.14), след което се оставя да изсъхне. Когато плаката се наблюдава под ултравиолетова светлина, ивиците на стеролите и тритерпеновите диалкохоли могат да се разпознаят, като се изравнят с петната, получени от референтния разтвор (точка 4.13). Границите на ивиците се очертават с черен молив по краищата на флуоресценцията (вж. фигура 3 относно плаките за тънкослойна хроматография).

5.2.6. Силикагелът в очертаните участъци се изтърква с помощта на метална шпатула. Отделеният надробен материал от силикагел се поставя във фунията за филтруване (точка 3.7). Прибавят се 10 ml горещ етилов ацетат (точка 4.12), разбърква се добре с металната шпатула и се филтрува под вакуум, като филтратът се събира в конусовидната колба (точка 3.8.), свързана с фунията за филтруване.

Утайката от фунията се промива три пъти с етилов етер (точка 4.3) (приблизително 10 ml всеки път) и филтратът се събира в същата колба, свързана с фунията; филтратът се изпарява до обем 4—5 ml и остатъчният разтвор се прехвърля в епруветка с вместимост 10 ml (точка 3.9.), която е била претеглена предварително; изпарява се до изсъхване чрез слабо подгряване под слаба струя азот; утайката се разтваря отново с няколко капки ацетон (точка 4.8), след което отново се изпарява до изсъхване.

Остатъкът в епруветката трябва да се състои от фракциите на стеролите и на тритерпеновите диалкохоли.

5.3. Приготвяне на триметилсилиловите етери.

5.3.1. В епруветката, съдържаща фракцията на стеролите и тритерпена, се добавя реагентът за силилиране (точка 4.25) (бележка 6) в съотношение 50 µl за всеки милиграм стероли и тритерпенови диалкохоли, като се избягва проникването на влага (бележка 7).

Бележка 6: Готови за употреба разтвори могат да се доставят от търговската мрежа. Могат да се доставят и други реагенти за силилиране, като например бистриметилсилилтрифлуороацетамид + 1 % триметилхлоросилан, който трябва да се разреди със същия обем безводен пиридин.

Пиридинът може да се замени със същото количество ацетонитрил.

5.3.2. Епруветката се затваря и внимателно се разклаща (без да се преобръща) до пълно разтваряне на съставките. Оставя се за да престои най-малко 15 минути при стайна температура, след което се центрофугира в продължение на няколко минути. Бистрият разтвор е готов за анализ чрез газова хроматография.

Бележка 7: Слабата опалесценция, която може да се получи, е нормална и не причинява аномалии. Формирането на бял флокулат или появата на розово оцветяване е знак за наличието на влага или за увреждането на реагента. Ако това се случи, анализът трябва да бъде повторен (само ако се използва хексаметилдисилазан/ триметилхлоросилан).

5.4. Анализ чрез газова хроматография

5.4.1. Предварителни операции, кондициониране на капилярната колона.

5.4.1.1. Колоната (точка 3.11) се монтира в газовия хроматограф чрез свързване на входния край с инжектора с разделяне и на изходния край — с детектора.

Извършва се обща проверка на газовохроматографския агрегат (течове от газовите вериги, ефикасност на детектора, ефикасност на разделителната система и на записващата система и т.н.).

5.4.1.2. Ако колоната се използва за първи път, се препоръчва тя да бъде кондиционирана: през нея се прокарва слаба струя газ, след което се включва газовохроматографският агрегат и се започва постепенно нагряване до достигането на температура от поне 20 °C над температурата за експлоатация (бележка 8). Тази температура се поддържа в продължение на най-малко два часа, след което целият агрегат се привежда в работен режим (настройка на газовата струя и разделяне, възпламеняване на пламъка, свързване с изчислителната система, настройване на температурата на колоната, детектора и инжектора и т.н.) и след това се записва сигналът с поне два пъти по-висока чувствителност от тази, която ще се използва при анализа. Ходът на базовата линия трябва да е прав, без пикове от какъвто и да било вид и без изместване.

Отрицателното праволинейно изместване е показател за изтичане от свръзките на колоната, а положителното изместване — за нейното неподходящо кондициониране.

Бележка 8: Температурата на кондициониране трябва винаги да е поне с 20 °C по-ниска от максималната температура, определена за използваната неподвижна фаза.

5.4.2. Избор на условия за работа

5.4.2.1. Условията за работа са следните:

— температура на колоната: 260 ± 5 °C,

— температура на инжектора: 280—300 °C,

— температура на детектора: 280—300 °C,

— линейна скорост на газа носител: хелий — 20 до 30 cm/s, водород — 30 до 50 cm/s,

— коефициент на разделяне: 1:50 до 1:100,

— чувствителност на инструмента: 4 до 16 пъти минималното намаляване,

— чувствителност на записване: 1 до 2 mV от пълната скала,

— количество на инжектираното вещество: 0,5 до 1 μl от разтвора на триметилсилилови етери.

Тези условия могат да се изменят в зависимост от характеристиките на колоната и на газовия хроматограф с цел да се получат хроматограми, отговарящи на следните изисквания:

— времето на задържане на β-ситостерола трябва да е 20 ± 5 минути,

— пикът на кампестерола трябва да е, както следва: за маслиновото масло (средно съдържание 3 %) — 20 ± 5 % от пълната скала, за соевото масло (средно съдържание 20 %) — 80 ± 10 % от пълната скала,

— всички налични стероли трябва да са разделени. В добавка към изискването за разделяне на пиковете те трябва да бъдат напълно отделени един от друг, т.е. следата на всеки пик трябва да се върне напълно до основата, преди да се издигне за следващия пик. Допуска се обаче непълно отделяне, при условие че пикът при RRT 1,02 (ситостанол) може да се изрази количествено чрез използването на перпендикуляр.

5.4.3. Провеждане на анализа

5.4.3.1. С помощта на микроспринцовката с вместимост 10 μl се изтегля 1 μl хексан, въвежда се 0,5 μl въздух и впоследствие — 0,5 до 1 μl от разтвора на пробата. Буталото на спринцовката се изтегля, за да се изпразни иглата. Иглата се въвежда през мембраната на инжектора и след една до две секунди разтворът се инжектира бързо, като иглата се изважда бавно след приблизително пет секунди.

Също така може да се използва автоматичен инжектор.

5.4.3.2. Записването продължава до пълното елуиране на триметилсилиловите етери на наличните тритерпенови диалкохоли. Базовата линия трябва да продължи да отговаря на изискванията (точка 5.4.1.2).

5.4.4. Идентифициране на пиковете

Идентифицирането на отделните пикове се извършва съгласно времената на задържане и чрез сравнение със сместа от стероли и триметилсилилови етери на тритерпеновите диалкохоли, анализирани при същите условия (вж. допълнението).

Стеролите и тритерпеновите диалкохоли се елуират в следния ред: холестерол, брасикастерол, ергостерол, 24-метиленхолестерол, кампестерол, кампестанол, стигмастерол, Δ7-кампестерол, Δ5,23-стигмастадиенол, клеростерол, β-ситостерол, ситостанол, Δ5-авенастерол, Δ5,24-стигмастадиенол, Δ7-стигмастенол, Δ7-авенастерол, еритродиол и уваол.

Времената на задържане за ß-ситостерол за колони SE-52 и SE-54 са посочени в таблица 1.

Типичните хроматограми за някои масла са показани на фигури 1 и 2.

5.4.5. Количествена оценка.

5.4.5.1. С помощта на изчислителната система се намира площта на пиковете на α-холестанола и на стеролите и тритерпеновите диалкохоли. Пиковете за всички съединения, които не са включени (ергостеролът не трябва да се изчислява) в таблица 1, не се вземат под внимание. Корекционният фактор за α-холестанола се приема за равен на 1.

5.4.5.2. Концентрацията на всеки отделен стерол, изразена в mg/kg мастно вещество, се изчислява по следния начин:

$$\text{стерол x} = \frac{A_x \times m_s \times 1\,000}{A_s \times m}$$

където:

A_x = площта на пика на стерол x в единиците, използвани от изчислителната система,

A_s = площта на пика на α-холестанола в единиците, използвани от изчислителната система,

m_s = масата на добавения α-холестанол в милиграми,

m = масата на използваната за определянето проба в грамове.

6. ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

6.1. Индивидуалните концентрации на стеролите се докладват в mg/kg мастно вещество, а сборът им — като общо количество на стеролите.

Компонентният състав на всеки отделен стерол, както и на еритродиола и уваола, се изразяват до един знак след десетичната запетая.

Общият компонентен състав на стеролите трябва да бъде изразен без десетична запетая.

6.2. Изчислява се процентното съдържание на всеки отделен стерол чрез съотношението на площта на съответния пик спрямо общата площ на пиковете на стеролите и еритродиола и уваола:

$$\text{стерол x} = \frac{A_x}{\Sigma A} \times 100$$

където:

A_x = площта на пика на x,

ΣA = общата площ на пиковете на стеролите.

6.3. Привиден β-ситостерол: Δ5,23-стигмастадиенол + клеростерол + β-ситостерол + ситостанол + Δ5-авенастерол + Δ5,24-стигмастадиенол.

6.4. Изчислява се процентът на еритродиола и уваола:

$$\text{еритродиол} + \text{уваол} = \frac{Er + Uv}{Er + Uv + \Sigma A} \times 100$$

където:

ΣA = общата площ на пиковете на стеролите в единиците, използвани от изчислителната система,

ER = площта на пика на еритродиола в единиците, използвани от изчислителната система,

Uv = площта на пика на уваола в единиците, използвани от изчислителната система.

Допълнение

Определяне на линейната скорост на газа

В газовия хроматограф, настроен на нормални условия за работа, се инжектират 1 до 3 μl метан (или пропан) и се измерва времето, необходимо за преминаване на метана (или пропана) през колоната от момента на инжектиране до появата на пика (tM).

Линейната скорост на газа в cm/s е представена чрез L/tM, където L е дължината на колоната в сантиметри, а tM е измереното време в секунди.

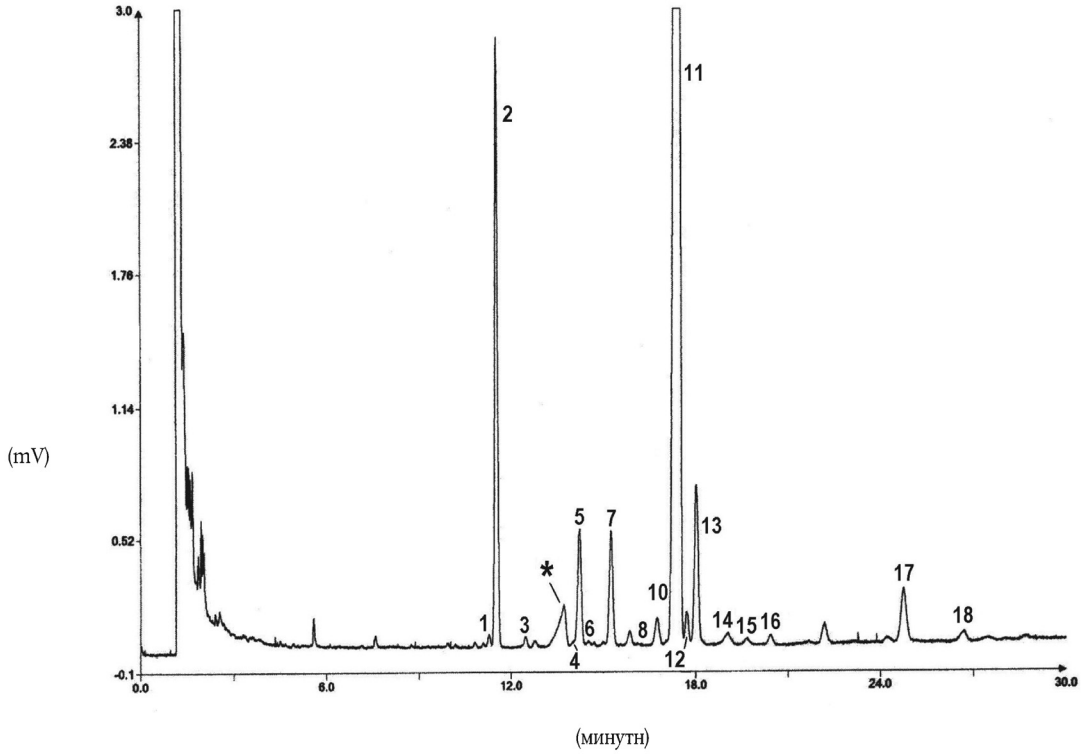
Таблица 1

Относително време на задържане на стеролите

Пик	Идентификация		Относително време на задържане	
			SE 54 колона	SE 52 колона
1	холестерол	Δ5-холестен-3*ß*-ол	0,67	0,63
2	холестанол	5α-холестан-3*ß*-ол	0,68	0,64
3	брасикастерол	[24*S*]-24-метил-Δ5,22-холестадиен-3*ß*-ол	0,73	0,71
*	ергостерол	[24*S*]-24 метил-D5,7,22-холестатриен-3β-ол	0,78	0,76
4	24-метиленхолестерол	24-метилен-Δ5,24-холестадиен-3*ß*-ол	0,82	0,80
5	кампестерол	(24*R*)-24-метил-Δ5-холестен-3*ß*-ол	0,83	0,81
6	кампестанол	(24*R*)-24-метилхолестан-3*ß*-ол	0,85	0,82
7	Стигмастерол	(24*S*)-24-етил-Δ5,22-холестадиен-3*ß*-ол	0,88	0,87
8	Δ7-кампестерол	(24*R*)-24-метил-Δ7-холестен-3*ß*-ол	0,93	0,92
9	Δ5,23-стигмастадиенол	(24*R*,*S*)-24-етил-Δ5,23-холестадиен-3*ß*-ол	0,95	0,95
10	клеростерол	(24*S*)-24-етил-Δ5,25-холестадиен-3*ß*-ол	0,96	0,96
11	*ß*-ситостерол	(24*R*)-24-етил-Δ5-холестен-3*ß*-ол	1,00	1,00
12	ситостанол	24-етилхолестан-3*ß*-ол	1,02	1,02
13	Δ5-авенастерол	(24*Z*)-24-етилиден-Δ-холестен-3*ß*-ол	1,03	1,03
14	Δ5,24-стигмастадиенол	(24*R*,*S*)-24-етил-Δ5,24-холестадиен-3*ß*-ол	1,08	1,08
15	Δ7-стигмастенол	(24*R*,*S*)-24-етил-Δ7-холестен-3*ß*-ол	1,12	1,12
16	Δ7-авенастерол	(24*Z*)-24-етилиден-Δ7-холестен-3*ß*-ол	1,16	1,16
17	еритродиол	5α-олеан-12-ен-3β28-диол	1,41	1,41
18	уваол	Δ12-урсен-3β28-диол	1,52	1,52

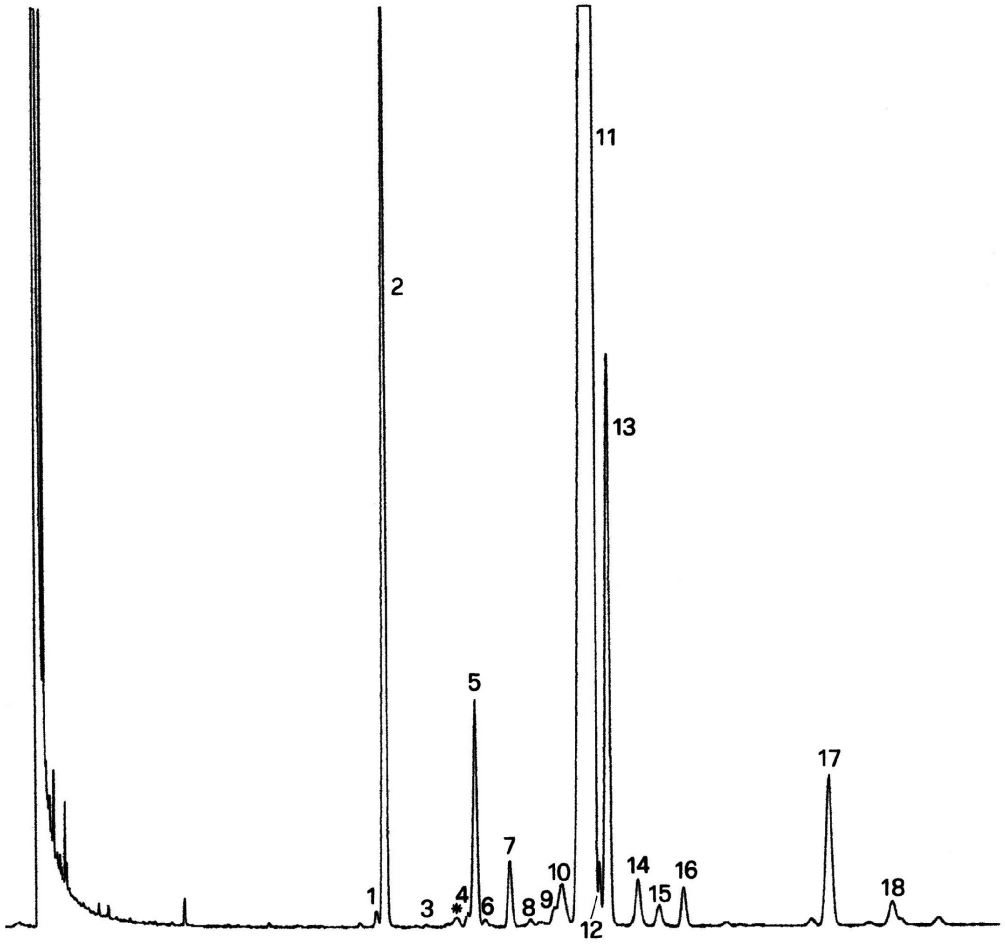
Фигура 1

Газова хроматограма на фракцията на стеролите и тритерпеновите диалкохоли на маслиново масло за осветление (с добавен вътрешен стандарт)



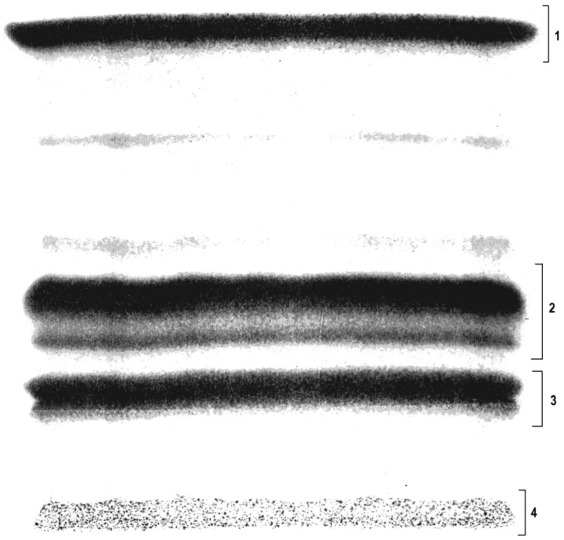
Фигура 2

Газова хроматограма на фракцията на стеролите и тритерпеновите диалкохоли на рафинирано маслиново масло (с добавен вътрешен стандарт)



Фигура 3

Плака за тънкослойна хроматография на маслиново масло от остатъчен материал с участъка, който трябва да бъде изтъркан с оглед определянето на стеролите и тритерпеновите диалкохоли



1 – сквален

2 – тритерпенови и алифатни алкохоли

3 – стероли и тритерпенови диалкохоли

4 – начало и свободни мастни киселини.“

ПРИЛОЖЕНИЕ V

„ПРИЛОЖЕНИЕ XII

МЕТОД ЗА ОРГАНОЛЕПТИЧНА ОЦЕНКА НА НЕОБРАБОТЕНО МАСЛИНОВО МАСЛО НА МЕЖДУНАРОДНИЯ СЪВЕТ ЗА МАСЛИНОВИТЕ ПРОДУКТИ (IOC)

1. ЦЕЛ И ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Целта на този международно използван метод е да се установи процедура за оценка на органолептичните характеристики на необработеното маслиново масло по смисъла на точка 1 от приложение XVI към Регламент (ЕО) № 1234/2007 и на метод за неговото класифициране въз основа на посочените характеристики. Методът съдържа също така указания за незадължително етикетиране.

Описаният метод се прилага само за необработеното маслиново масло и за неговото класифициране или етикетиране в зависимост от интензитета на разграничените недостатъци и на плодовия аромат, определени от група подбрани, обучени и проверени дегустатори.

Методът предвижда и указания за незадължително етикетиране.

Посочените в настоящото приложение стандарти на IOC се използват в тяхната последна налична редакция.

2. ОСНОВНИ ОБЩИ ПОНЯТИЯ, ИЗПОЛЗВАНИ ПРИ СЕТИВНИЯ АНАЛИЗ

Вж. стандарт IOC/T.20/Doc. № 4 — „Сетивен анализ — основни общи понятия“

3. СПЕЦИФИЧНИ ПОНЯТИЯ

3.1. **Отрицателни признаци**

Мухъл/кални отлагания характерен вкус на масло, което е получено от маслини, складирани на купчини или съхранявани при такива условия, че са достигнали напреднал стадий на анаеробна ферментация, или на масло, което е било в контакт с отложена в бъчви и подземни цистерни кал, и в което също се е развил процес на анаеробна ферментация.

Плесен/влага/пръст характерен вкус на масло, получено от маслини, в които са се развили големи количества плесен и дрожди поради съхранението на плодовете на влага в продължение на няколко дни, или на масло, получено от маслини, които при събирането си са били замърсени с пръст или кал и не са били измити.

Винен/оцетен/кисел/горчив характерен за някои масла вкус, който напомня на вино или оцет. Той се дължи най-вече на образуването на оцетна киселина, етилацетат и етанол в резултат на аеробната ферментация на маслините или маслиновата паста, оставени върху непочистени подложки за пресоване.

Гранивост вкус на масло, преминало през интензивен процес на окисляване.

Замръзнали маслини (влажна дървесина) характерен вкус на масло, извлечено от маслини, които са били замръзнали още на дървото.

3.2. **Други отрицателни признаци**

Затоплено или характерен вкус на масло, предизвикан от прекалено и/или продължително

прегорено загряване при обработката (особено при термично смесване на пастата), ако този процес е извършен при неподходящи температурни условия.

Сено–дърво характерен вкус на някои масла, получени от изсъхнали маслини.

Блудкав характерен за някои стари масла, които в устата създават усещане за плътност и кашкавост.

Грес вкус на масло, който напомня вкуса на петролни продукти, смазочни материали или минерални масла.

Зеленчукова вода вкус, придобит от маслото в резултат на продължителен контакт със зеленчуковата вода, подложена на процес на ферментация.

Саламура вкус на масло, извлечено от маслини, които са били съхранявани в солен разтвор.

Металически вкус, напомнящ на метал. Характерен е за масло, което е престояло в продължителен контакт с метални повърхности при намачкването, смесването, пресоването или съхранението.

Коило характерен вкус на масло, получено от маслини, които са били пресовани върху нови подложки от коило. Вкусът може да се различава в зависимост от това, дали подложките са били изработени от зелено или сушено коило.

С вкус на ларви вкус на масло, получено от маслини, които са били сериозно засегнати от ларвата на маслиновата мушичка (*Bactrocera oleae*).

Краставица вкус, получен при прекалено дълъг престой на маслото в херметически опаковки — най-вече в тенекиени кутии, и който се дължи на образуването на 2,6-нонадиенал.

3.3. **Положителни признаци**

Плодов аромат съвкупност от ароматни характеристики на маслото, които зависят от сорта и се свързват със здрави и пресни маслини — както узрели, така и неузрели. Тези характеристики се възприемат пряко и/или ретроназално.

Горчивина основен вкус, характерен за масло, получено от зелени маслини или от маслини в начален стадий на зреене. Той се възприема от жлебовидните папили във V-образната част на езика.

Стипчивост остро усещане, характерно за масло, произведено предимно от все още неузрели маслини в началото на събиране на реколтата. Може да се възприеме през цялата устна кухина и в частност в гърлото.

3.4. **Незадължителни понятия за целите на етикетирането**

При поискване ръководителят на групата дегустатори може да удостовери, че оценените масла съответстват на определенията и скалите, които отговарят на посочените по-долу изрази и прилагателни в зависимост от интензитета и възприятието на признаците.

Положителни признаци (плодов аромат, горчивина и стипчивост): в зависимост от интензитета на възприятие:

— понятието „интензивен“ може да бъде използвано, когато медианата на съответния признак е по-висока от 6;

— понятието „умерен“ може да бъде използвано, когато медианата на съответния признак се намира между 3 и 6;

— понятието „лек“ може да бъде използвано, когато медианата на съответния признак е по-ниска от 3;

Плодов аромат съвкупност от характерни за маслото обонятелни възприятия, която зависи от сорта маслини, произхожда от здрави и пресни плодове и в която не преобладава вкусът нито на зелените, нито на зрелите маслини. Тя се възприема пряко и/или ретроназално.

Аромат на зелени маслини съвкупност от характерни за маслото обонятелни възприятия, която напомня на зелени плодове, зависи от сорта маслини и произхожда от здрави и пресни зелени маслини. Тя се възприема пряко и/или ретроназално.

Аромат на зрели маслини съвкупност от характерни за маслото обонятелни възприятия, която напомня на зрели плодове, зависи от сорта маслини и произхожда от здрави и пресни маслини. Тя се възприема пряко и/или ретроназално.

Добре балансирано масло, което не показва липса на равновесие, т.е. обонятелно–вкусово и допирно усещане, при което медианата на признака „горчивина“ и/или тази на признака „стипчивост“ е с два пункта по-висока от медианата на признака „плодов аромат“.

Мек вкус масло, за което медианата на признаците „горчивина“ и „стипчивост“ е равна на 2 или по-ниска.

4. ЧАША ЗА ДЕГУСТАЦИЯ НА МАСЛИНОВО МАСЛО

Вж. стандарт IOC/T.20/Doc. № 5 — „Чаша за дегустация на маслиново масло“

5. ИЗПИТВАТЕЛНО ПОМЕЩЕНИЕ

Вж. стандарт IOC/T.20/Doc. № 6 — „Ръководство за оборудване на изпитвателното помещение“

6. ПОМОЩНИ СРЕДСТВА

Описаните по-долу помощни средства, необходими за правилното изпълнение на поставените на дегустаторите задачи, трябва да са налице във всяка от кабините и до тях да е осигурен лесен достъп:

— чаши (стандартни), съдържащи мострите, които са означени със съответния код; чашите са покрити с часовниково стъкло и се съхраняват при 28 °C ± 2 °C;

— профилиращ лист (вж. фигура 1) — на хартия или, ако условията относно профилиращия лист са изпълнени, в електронен формат, заедно с указания за използването му (при необходимост);

— химикалка или незаличимо мастило;

— подноси с резени ябълка и/или вода, газирана вода и/или сухари;

— чаша вода при стайна температура;

— лист, припомнящ основните правила, посочени в раздели 8.4 и 9.1.1;

— плювалници.

7. ГРУПА ДЕГУСТАТОРИ — РЪКОВОДИТЕЛ И УЧАСТНИЦИ

7.1. **Ръководител на групата**

Ръководителят на групата трябва да е преминал подходящо обучение и да разполага с експертни знания за видовете масла, на които ще попада по време на работата си. Той е основната фигура в групата и отговаря за нейната организация и функциониране.

За работата на ръководителя на групата дегустатори е необходимо основно обучение в инструментите за сетивен анализ, сетивни умения, щателен подход към подготовката, организацията и провеждането на изпитванията, както и умения и търпение за планирането и научното провеждане на изпитванията.

Ръководителят единствен носи отговорност за подбора, обучението и наблюдението на дегустаторите с оглед установяване на тяхното ниво на компетентност. Поради това негова отговорност е да поставя оценка на дегустаторите, която трябва винаги да е обективна; за целта той разработва специфични процедури, основани на изпитвания и солидни критерии за приемане и отхвърляне. Вж стандарт IOC/T.20/Doc. № 14 — „Ръководство за подбор, обучение и наблюдение на квалифицирани дегустатори на необработено маслиново масло“.

Ръководителят на групата отговаря за качеството на нейната работа, а оттам — и за оценката на нейните членове, във връзка с която трябва да предостави надеждни и обективни доказателства. При всички случаи той трябва да е в състояние да докаже във всеки един момент своя контрол върху прилагания метод и върху дегустаторите. Препоръчва се групата дегустатори да се подлага на периодично калибриране (IOC/T.20/Doc. № 14 § 5).

Ръководителят е изцяло отговорен за воденето на отчетността на групата. Отчетността трябва да е винаги проследима. Ръководителят трябва да осигури спазването на изискванията за гаранции и качество, определени в международните стандарти за сетивен анализ, както и анонимността на пробите по всяко време.

Ръководителят отговаря за инвентаризацията и гарантира, че апаратурата и оборудването, които са необходими за спазването на спецификациите на този метод, са добре почистени и поддържани, и съхранява писмени доказателства за това, както и за спазването на условията за провеждане на изпитването.

Ръководителят отговаря за приемането и съхраняването на пробите при пристигането им в лабораторията, както и за тяхното съхраняване след провеждане на изпитването. Във връзка с това той гарантира във всеки един момент, че пробите остават анонимни и са надлежно съхранени, като за тази цел трябва да разработи писмени процедури, гарантиращи проследимостта и надеждността на целия процес.

Наред с това ръководителят отговаря за изготвянето, кодирането и представянето на пробите на дегустаторите съгласно подходящ план на изследването в съответствие с предварително установени протоколи, както и за събирането и статистическата обработка на получените от дегустаторите данни.

Ръководителят отговаря за разработването и изготвянето на всички други процедури, които могат да се окажат необходими за допълване на този стандарт и за осигуряване на правилното функциониране на групата.

Ръководителят трябва да потърси начини за сравнение на получените от групата резултати с резултатите, получени от други групи за анализ на необработено маслиново масло, за да установи дали групата функционира правилно.

Ръководителят на групата дегустатори е длъжен да мотивира нейните членове, като насърчава интереса, любознателността и духа на състезателност сред тях. С оглед на това настоятелно се препоръчва да се осигури безпрепятствен двупосочен поток на информация с членовете на групата, като им се предоставя информация за всички възложени задачи и за получените резултати. Наред с това ръководителят взема мерки становището му да не става известно и се грижи по-активните членове на групата да не налагат своите критерии над останалите дегустатори.

Ръководителят свиква дегустаторите достатъчно рано и отговаря на запитвания относно провеждането на изпитванията, но се въздържа от каквото и да било становище относно пробите.

7.2. **Дегустатори**

Лицата, работещи като дегустатори в органолептични изпитвания на маслинови масла, трябва да действат на доброволен принцип с всички произтичащи от това последици, свързани с техните задължения и липсата на финансово възнаграждение. Поради това се препоръчва кандидатите да подават заявление в писмена форма. Те се подбират, обучават и наблюдават от ръководителя на групата в съответствие с уменията им да разграничават сходни проби; необходимо е да се има предвид, че в резултат на обучението акуратността на дегустаторите ще се повиши.

Дегустаторите трябва да действат като обективни наблюдатели на органолептичните качества, като се абстрахират от личните си вкусове и отчитат единствено своите възприятия. За тази цел те трябва винаги да работят в мълчание, на спокойствие и без да бързат, като обръщат възможно най-голямо сетивно внимание на органолептичните качества на дегустираната проба.

За всеки анализ са необходими между 8 и 12 дегустатори, но е разумно да има няколко резерви, които да заместят евентуалните отсъстващи.

8. УСЛОВИЯ ЗА ПРОВЕЖДАНЕ НА АНАЛИЗА

8.1. **Представяне на пробата**

Пробата маслиново масло за анализ се представя в стандартни чаши за дегустация, отговарящи на стандарт IOC/T.20/Doc. № 5 — „Чаша за дегустация на маслиново масло“.

Чашата трябва да съдържа 14—16 ml масло (или 12,8—14,6 g, ако пробите се претеглят) и да е покрита с часовниково стъкло.

Всяка чаша е обозначена с код, съставен от цифри или комбинация от букви и цифри, избрани на случаен принцип. Кодът се поставя посредством безмирисна технология.

8.2. **Температура на изпитвателното помещение и на пробите**

По време на цялото изпитване предназначените за дегустация проби маслиново масло се съхраняват в чашите при температура 28 °C ± 2 °C. Тази температура е избрана, тъй като при нея наблюдението на органолептичните различия се извършва по-лесно, отколкото при стайна температура, и защото при по-ниски температури характерните за тези масла ароматни съединения се изпаряват слабо, докато по-високите температури благоприятстват образуването на летливи съединения, специфични за нагретите масла. Вж. стандарт IOC/T.20/Doc. № 5 — „Чаша за дегустация на маслиново масло“ относно метода, който трябва да се използва за нагряването на поставените в чашата проби.

Температурата на изпитвателното помещение трябва да е между 20 °C и 25 °C (вж. IOC/T.20/Doc. № 6).

8.3. **Време за провеждане на анализите**

Най-подходящото време за дегустация на масла е сутрин. Доказано е, че през деня има периоди на оптимална сетивност по отношение на вкуса и обонянието. В периода преди хранене обонятелно-вкусовата възприемчивост нараства, докато след хранене тя намалява.

С този критерий обаче не бива да се злоупотребява, тъй като е възможно чувството за глад да отклони дегустаторите от задачата им и да намали способността им да разграничават отделните проби; поради това се препоръчва дегустациите да се извършват между 10 часа сутринта и 12 по пладне.

8.4. **Общи правила за поведение на дегустаторите**

Изброените по-долу препоръки се отнасят за поведението на дегустаторите по време на работата им.

Когато дегустаторите получат покана от ръководителя на групата да участват в органолептично изпитване, те трябва да са в състояние да се явят в уговореното време и да спазват следните изисквания:

— Да не пушат или консумират кафе най-малко 30 минути преди предвидения час на започване на изпитването.

— Да не са използвали парфюм, козметичен продукт или сапун, чиято миризма не е изветряла до часа на започване на изпитването. За измиване на ръцете си дегустаторите трябва да използват неароматизиран сапун, като след това ги изплакват и подсушават толкова често, колкото се налага, с цел да бъдат отстранени всякакви миризми.

— Не трябва да са консумирали храна в продължение на поне един час преди провеждането на изпитването.

— В случай на физическо неразположение и най-вече ако е засегнато тяхното обоняние или вкус, или ако психическото им състояние не им позволява да се съсредоточат върху задачите, дегустаторите се оттеглят от дегустацията и уведомяват ръководителя на групата.

— Ако горните условия са спазени, дегустаторите заемат мястото си в отредените им кабини организирано и тихо.

— Те прочитат внимателно указанията, отпечатани върху профилиращия лист, и започват да разглеждат пробата едва когато са напълно подготвени за изпълнението на поставената им задача (спокойно и без да бързат). При възникване на съмнения те се съветват поверително с ръководителя на групата.

— При изпълнение на задачите си дегустаторите трябва да пазят мълчание.

— Мобилните телефони на дегустаторите трябва да са изключени по всяко време, за да не се пречи на концентрацията и работата на колегите им.

9. ПРОЦЕДУРА ОТНОСНО ОРГАНОЛЕПТИЧНАТА ОЦЕНКА И КЛАСИФИКАЦИЯТА НА НЕОБРАБОТЕНОТО МАСЛИНОВО МАСЛО

9.1. **Начин на дегустация**

9.1.1. Дегустаторът поема чашата, като внимава тя да е покрита с часовниково стъкло, и леко я накланя; докато чашата е в това положение, я завърта около оста ѝ, така че възможно най-голяма площ от вътрешността ѝ да се навлажни. След това отстранява часовниковото стъкло и помирисва пробата, като вдишва бавно и дълбоко, за да оцени качествата на маслото. Помирисването не трябва да продължи повече от 30 секунди. Ако през това време не е оформено заключение, той прави кратка почивка, след което повтаря действието.

След завършване на обонятелния анализ дегустаторът прави оценка на възприятията при консумация (цялостни ретроназално-обонятелни, вкусови и осезателни възприятия). За тази цел той поема малка глътка масло — около 3 ml. Много важно е маслото да се разстеле из цялата устна кухина — от предната част на устата и езика, по протежение на двете страни, до задната част и основата на небцето и гърлото, тъй като е доказано, че усещането за вкусовете и осезателните възприятия променят интензитета си в различните части на езика, небцето и гърлото.

Трябва да се подчертае, че е много важно достатъчно количество от маслото да се разпространи много бавно върху задната част на езика към основата на небцето и гърлото, докато дегустаторът се съсредоточава върху поредността, в която се проявяват горчивите и стипчивите стимули. В противен случай има опасност и двата стимула да останат незабелязани при някои масла или стипчивият стимул да надделее над горчивия.

Кратките последователни вдишвания през устата позволяват на дегустатора не само да разстеле пробата така, че да покрие цялата уста, но също така да възприеме летливите ароматни съединения през задната част на носа, като съсредоточи възприятието в тази област.

Следва да се вземе предвид и осезателното възприятие за стипчивост. За тази цел е препоръчително маслото да бъде погълнато.

9.1.2. Когато се извършва органолептична оценка на необработеното маслиново масло, се препоръчва по време на всяка дегустация да се прави оценка на не повече от ЧЕТИРИ ПРОБИ, като се проведат най-много три дегустации дневно, за да се избегне ефектът на контраст, който е възможен при незабавното дегустиране на други проби.

Тъй като последователните дегустации водят до умора или загуба на чувствителността в резултат на вече дегустираните проби, трябва да се използва продукт, който елиминира останалите от предходната дегустация количества масло в устата.

Препоръчва се използването на резенче ябълка, което след сдъвкване може да се изхвърли в плювалника. След това устата се изплаква с малко вода със стайна температура. Между края на дадена дегустация и началото на следващата трябва да изминат най-малко 15 минути.

9.2. **Попълване на профилиращия лист от страна на дегустаторите**

Профилиращият лист, попълван от дегустаторите, е посочен във фигура 1 от настоящото приложение.

Всеки дегустатор от групата помирисва и вкусва ([1]) изследваното масло. След това отбелязва интензитета, с който възприема всеки от отрицателните и положителните признаци, по 10-сантиметровата скала, фигурираща върху предоставения профилиращ лист.

Ако дегустаторът установи наличието на отрицателни признаци, които не са изброени в раздел 4, той ги записва в графата „други“, като използва понятието или понятията, описващи най-точно тези признаци.

9.3. **Използване на данните от страна на ръководителя на групата**

Ръководителят на групата събира профилиращите листове, попълнени от всеки дегустатор, и преглежда вписаните данни за интензитета по отношение на различните признаци. Ако установи аномалия, той приканва съответния дегустатор да преразгледа своя профилиращ лист и при необходимост да повтори анализа.

Ръководителят на групата въвежда записаните от всеки дегустатор данни относно оценката в компютърна програма, подобна на предвидената в стандарт IOC/T.20/Doc. № 15), с цел да се получи статистическо изчисление на резултатите от анализа чрез намиране на тяхната медианна стойност. Вж. раздел 9.4 и допълнението към настоящото приложение. Данните за дадена проба се вписват с помощта на матрица, която включва 9 колони, представляващи 9-те сетивни признака, и n на брой реда, представляващи участвалите n на брой дегустатори.

Когато най-малко 50 % от дегустаторите установят и запишат даден недостатък в графата „други“, ръководителят на групата изчислява медианата на този недостатък и изготвя съответната класификация.

Стойността на устойчивия коефициент на вариация, който определя класификацията (недостатък с най-силен интензитет и признак „плодов аромат“), не трябва да надвишава 20 %.

В противен случай ръководителят на групата трябва да повтори оценката на конкретната проба в рамките на друга дегустация.

При често възникване на такива случаи се препоръчва ръководителят на групата да организира специализирано допълнително обучение (IOC/T.20/Doc. № 14 § 5) и да използва показателите за повторяемост и отклонение, за да провери работата на групата (IOC/T.20/Doc. № 14 § 6).

9.4. **Класификация на маслото**

Маслото се класифицира в зависимост от медианата на недостатъците и медианата на признака „плодов аромат“. Медианата на недостатъците се определя като медианата на недостатъка, който се възприема с най-висок интензитет. Медианата на недостатъците и медианата на признака „плодов аромат“ се посочват с точност до един знак след десетичната запетая.

([1]) Дегустаторът може да реши да не вкусва масло, когато при непосредствено помирисване забележи изключително интензивен отрицателен признак — в този случай той отбелязва това извънредно обстоятелство върху профилиращия лист.

Класифицирането на маслото се осъществява, като се съпоставят стойностите на медианата на недостатъците и на медианата на признака „плодов аромат“ с референтните скали, посочени по-долу. Тъй като грешката на метода е взета предвид при определянето на границите на тези скали, те се считат за абсолютни. Използваните компютърни програми онагледяват класифицирането във вид на таблица със статистически данни или на графика.

(a) Необработено маслиново масло екстра качество: медианата на недостатъците е равна на 0, а медианата на признака „плодов аромат“ е по-висока от 0;

(b) Необработено маслиново масло: медианата на недостатъците е по-висока 0, но не по-висока от 3,5, а медианата на признака „плодов аромат“ е по-висока от 0;

(c) Маслиново масло за осветление: медианата на недостатъците е по-висока от 3,5 или медианата на дефектите е равна на 3,5 или по-малко, а медианата на признака „плодов аромат“ е равна на 0.

Бележка 1:

Когато медианата на признака „горчивина“ и/или „стипчивост“ е повече от 5,0, ръководителят на групата посочва тази информация върху сертификата от анализа.

Фигура 1

ПРОФИЛИРАЩ ЛИСТ ЗА НЕОБРАБОТЕНО МАСЛИНОВО МАСЛО

Интензитет на възприемане на недостатъците		
Мухъл/кални отлагания (*)		
Плесен/влага/пръст (*)		
Винен/оцетен/ кисел/горчив (*)		
Замръзнали маслини (влажна дървесина)		
Гранивост		
Други отрицателни признаци:		
Характеристика:	Металически ☐ Сено ☐ С вкус на ларви ☐ Блудкав ☐ Саламура ☐ Затоплено или прегоряло ☐ Зеленчукова вода ☐ Коило ☐ Краставица ☐ Грес ☐	

(*) *Ненужното се зачертава*

Интензитет на възприемане на положителните признаци			
Плодов аромат			
	Зелени маслини ☐	Зрели маслини ☐	
Горчивина			
Стипчивост			
Име на дегустатора:		Код на дегустатора:	
Код на пробата:	Подпис:		

Допълнение

Метод за изчисляване на медианата и на доверителните интервали

Медиана

$$Me = [p\ (X < x_m\ )\ \leq ½\quad \wedge\quad p\ (X \leq x_m\ )\ \geq ½]$$

Медианата се определя като реално число X_m, което се характеризира от факта, че вероятността (*p*) стойностите на разпределение (X) да са по-ниски от въпросното число (X_m) е равна на 0,5 или по-малка, като същевременно вероятността (*p*) стойностите на разпределение (X) да са равни на X_m или по-ниски, е равна на 0,5 или по-голяма. Съгласно по-практично определение медианата представлява 50-ият процентил на разпределението на числа, подредени по възходящ ред. С други думи, тя е средната точка на последователна съвкупност от нечетен брой числа или средната стойност на двете средни точки на последователна съвкупност от четен брой числа.

Устойчиво стандартно отклонение

С оглед да се постигне надеждна приблизителна оценка на отклоненията от средната стойност е необходимо да се прибегне до метода на устойчивото стандартно отклонение на Stuart и Kendall (4). Формулата се отнася за асимптотичното устойчиво стандартно отклонение, т.е. устойчивата приблизителна оценка на отклонението на разглежданите данни, където N е броят наблюдения, а IQR — интерквартилният размах, който обхваща точно 50 % от случаите при разпределение с дадена вероятност:

$$s^* = \frac{1{,}25 \times \mathrm{IQR}}{1{,}35 \times \sqrt{\mathrm{N}}}$$

Интерквартилният размах се получава, като се изчисли разликата между 75-ия и 25-ия процентил.

$$\mathrm{IQR} = \text{75-и процентил} - \text{25-и процентил}$$

където процентилът е стойността X_{pc}, която се характеризира от факта, че вероятността (*p*) разпределените стойности да са по-ниски от X_{pc} е равна на специфична процентна стойност или по-малка, като същевременно вероятността (*p*) разпределените стойности да са равни на X_{pc} или по-малки е по-голяма или равна на тази на специфичната процентна стойност. Тази процентна стойност указва използваната част от разпределението. Конкретно за медианата тя е равна на 50/100.

$$\textit{процентил} = [p\ (X < x_{pc}) \leq \frac{n}{100} \wedge p\ (X \leq x_{pc}) \rightleftharpoons \frac{n}{100}]$$

За практически цели процентилът е стойността на разпределение, отговаряща на определена площ, очертана от кривата на разпределение или на плътност. Например 25-ият процентил представлява стойността на разпределение, отговаряща на област, равна на 0,25 или 25/100.

При този метод процентилите се изчисляват въз основа на реалните стойности, използвани в матрицата на данните (метод за изчисляване на процентилите).

Устойчив коефициент на вариация (%)

Устойчивият коефициент на вариация (*CVr%*) представлява безразмерно число, което указва процента на отклонение на съвкупността от анализирани числа. Ето защо той е много полезен за проверката на надеждността на оценителите в групата.

$$CV_r = \frac{s^*}{Me} \times 100$$

Доверителни интервали на медианата при 95 %

Доверителните интервали при 95 % (стойност на грешката от първи род, равна на 0,05 или 5 %) са интервалите, в които стойността на медианата може да се променя при хипотезата, че е възможно опитът да бъде повторен неограничен брой пъти. В практиката те указват интервала на отклонение при изпитването в приетите условия на работа и при хипотезата, че то може да бъде повторено неограничен брой пъти. Както при случая със *CVr%* интервалът помага да се оцени надеждността на изпитването.

$$C.I._{горен} = Me + (c \times s^*)$$

$$C.I._{долен} = Me - (c \times s^*)$$

където C = 1,96 за доверителен интервал при равнище 95 %.

Пример за изчислителна таблица е представен в приложение I към стандарт IOC/T 20/Doc. № 15.

Литература

(1) Wilkinson, L. 1990. Systat: The system for statistics. Evanston, IL.SYSTAT Inc.

(2) Cicchitelli, G. 1984. Probabilità e Statistica. Maggioli Editore, Rimini.

(3) Massart, D.L.; Vandeginste, B.G.M.; Deming, Y.; Michotte, L. 1988. Chemometrics. A textbook. Elsevier. Amsterdam.

(4) Kendall, M.G.; Stuart, A. 1967. The advanced theory of statistics. Vol. 1. Hafner Publishing Co.

(5) McGill, R.; Tukey, J.W.; Larsen, W.A. 1978. Variation of Box Plots. The American Statistician, 32, (2), 12-16.

(6) IOC/T.28/Doc. № 1 September 2007, Guidelines for the accreditation of sensory testing laboratories with particular reference to virgin olive oil according to standard ISO/IEC 17025:2005.

(7) IOC/T.20/Doc. № 14.

(8) IOC/T.20/Doc. № 14.

(9) ISO/IEC 17025:05.“

ПРИЛОЖЕНИЕ VI

„ПРИЛОЖЕНИЕ XXa

МЕТОД ЗА ОТКРИВАНЕ НА ЧУЖДИ МАСЛА В МАСЛИНОВИТЕ МАСЛА

1. ОБХВАТ

Този метод се използва за откриване на чужди растителни масла в маслиновите масла. В маслиновите масла могат да бъдат открити растителни масла с високо съдържание на линолова киселина (от соя, рапица, слънчоглед и др.) и някои растителни масла с високо съдържание на олеинова киселина (например от лешници, слънчоглед с високо съдържание на олеинова киселина и маслинови масла от остатъчен материал). Равнището на откритите примеси зависи от вида на чуждите масла и конкретния маслинов сорт. При маслото от лешници например равнището на откриване обикновено е между 5 и 15 %. Методът не е в състояние да определи вида на чуждото масло, а само да посочи дали маслиновото масло е автентично или не.

2. ПРИНЦИП

Маслото се пречиства чрез твърдофазна екстракция (ТФЕ) върху патрони силикагел. Компонентният състав на триацилглицеролите се определя чрез обратнофазова течна хроматография с висока разделителна способност, като се използва рефрактометричен детектор и пропионитрил като подвижна фаза. Приготвят се метилови естери на мастни киселини (МЕМК) от пречистено масло чрез метилиране със студен разтвор на калиев хидроксид (KOH) в метанол (приложение Хб), като след това естерите се анализират чрез капилярна газова хроматография с използване на полярни колони (приложение Ха). Теоретичният компонентен състав на триацилглицеролите се изчислява чрез компонентния състав на мастните киселини с помощта на компютърна програма, като се приеме 1,3-случайно, 2-случайно разпределение на мастните киселини в триацилглицеролите с ограничения за наситените мастни киселини на 2-ра позиция. Методът за изчисляване представлява изменение на процедурата, описана в приложение XVIII. Въз основа на теоретични и експериментални (ВЕТХ) компонентни състави на триацилглицеролите се изчисляват няколко математически алгоритъма и получените стойности се сравняват със стойностите в база данни за автентични маслинови масла.

3. МАТЕРИАЛИ И РЕАГЕНТИ

3.1. **Пречистване на масло**

3.1.1. Конусовидни колби с вместимост 25 ml.

3.1.2. Стъклени епруветки с вместимост 5 ml с отвор на винт и капак със снадка от политетрафлуороетилен.

3.1.3. Патрони силикагел — 1 g (6 ml) за ТФЕ (напр. Waters, Massachusetts, САЩ).

3.1.4. *n*-Хексан с чистота за анализ.

3.1.5. Разтвор на смес от хексан/диетилов етер (87:13, v/v).

3.1.6. N-хептан с чистота за анализ.

3.1.7. Ацетон с чистота за анализ.

3.2. **Анализ на триацилглицероли чрез ВЕТХ.**

3.2.1. Микроспринцовки (50 µL) и игли за инжектиране за целите на ВЕТХ.

3.2.2. Пропионитрил — свръхчист или с качество за ВЕТХ (например ROMIL, Cambridge, Обединено кралство), използван като подвижна фаза.

3.2.3. Колона за ВЕТХ (25 cm x 4 mm вътрешен диаметър), снабдена с RP-18 фаза (4 µm размер на частиците).

3.3. **Приготвяне на метилови естери на мастни киселини**

(вж. приложение Хб)

3.3.1. Метанол със съдържание на не повече от 0,5 % вода.

3.3.2. Хептан с чистота за анализ.

3.3.3. 2 N метанолов разтвор на калиев хидроксид. 1,1 g калиев хидроксид се разтварят в 10 ml метанол.

3.3.4. Стъклени епруветки с вместимост 5 ml с отвор на винт и капак със снадка от политетрафлуороетилен.

3.4. **Анализ на метилови естери на мастни киселини чрез газова хроматография**

(Вж. метода за определяне на *транс*-ненаситените мастни киселини чрез капилярна газова хроматография, описан в приложение Ха).

3.4.1 Микроспринцовки (5 µL) и игли за инжектиране за целите на газовата хроматография.

3.4.2 Водород или хелий като газ носител.

3.4.3 Водород и кислород за ПЙД.

3.4.4 Азот или хелий като спомагателен газ носител.

3.4.5. Капилярна колона от стопен кварц (50—60 m x 0,25–0,30 mm вътрешен диаметър), покрита с фази на цианопропилполисилоксан или цианопропилфенилсилоксан (SP-2380 или подобни) с дебелина 0,20—0,25 μm.

4. ОБОРУДВАНЕ

4.1. Изсмукваща апаратура за ТФЕ.

4.2. Ротационен изпарител.

4.3. Оборудване за ВЕТХ, състоящо се от:

4.3.1. Дегазатор за подвижната фаза.

4.3.2. Инжекторна клапа Rheodyne с 10 μL пръстен.

4.3.3. Помпена уредба с високо налягане

4.3.4. Термостатична пещ за колоната за ВЕТХ, която е в състояние да поддържа температури, по-ниски от околната (15—20 °C) — например от вида Peltier.

4.3.5. Рефрактометричен детектор.

4.3.6. Компютризирана система за добив на данни, снабдена с интеграционна програма.

4.4 Оборудване за капилярна хроматография, описано в приложение Ха, което е снабдено със:

4.4.1. Инжектор с разделяне.

4.4.2. Пламъчно-йонизационен детектор (ПЙД).

4.4.3. Пещ с възможност за програмиране на температурата.

4.4.4. Компютризирана система за добив на данни, снабдена с интеграционна програма.

4.5. Компютър с Microsoft Excel.

5. ПРОВЕЖДАНЕ НА АНАЛИЗА

5.1. **Пречистване на маслото**

Патрон силикагел за ТФЕ се поставя в апарат за вакуумно елуиране и се промива под вакуум с 6 ml хексан. Вакуумът се освобождава, за да се предотврати изсушаването на колоната и под патрона се поставя конусовидна колба. В колоната се зарежда разтвор на маслото (приблизително 0,12 g) в 0,5 ml хексан, който се прекарва през колоната и след това се елуира с 10 ml от разтвор под формата на смес (3.1.5) от хексан-диетилов етер (87:13 v/v) под вакуум. Елуираният разтворител се хомогенизира и приблизително половината от обема се прелива в друга конусовидна колба. Двата разтвора се подлагат отделно на изпаряване до изсъхване в ротационен изпарител при намалено налягане и стайна температура. За извършване на анализа на триацилглицеролите един от остатъците се разтваря в 1 ml ацетон (вж. точка 5.2, първа алинея) и се прелива в стъклена епруветка с вместимост 5 ml с капак на винт. Другият остатък се разтваря в 1 ml n-хептан и се прелива във втора стъклена епруветка с вместимост 5 ml и капак на винт за приготвяне на метиловите естери на мастните киселини.

Бележка: Пречистването на маслото може да се извърши с помощта на колона силикагел, както е описано в метода IUPAC 2.507.

5.2. **Анализ на триацилглицероли чрез ВЕТХ.**

Построява се системата за ВЕТХ, като температурата на колоната се поддържа на 20 °C и се използва пропионитрил като подвижна фаза при обемна скорост на потока 0,6 ml/min. Когато базовата линия се стабилизира, се пристъпва към инжектирането на разтвор; ако базовата линия покаже отклонения в участъка от 12 до 25 минути, се използва различен вид ацетон или смес от пропионитрил и ацетон (25:75) за разтваряне на пробата.

Бележка: Някои видове ацетон причиняват отклонения на базовата линия в посочения по-горе участък.

Инжектира се 10 μl аликвотна част от разтвора на пречистено масло в ацетон (5 %). Процесът продължава приблизително 60 минути. Температурата на пещта и/или обемната скорост на потока трябва да се програмират така, че да се получи хроматограма, подобна на съдържащата се във фигура 1, където трилинолеинът (пик 1) се елуира в минута 15,5, а резолюциите между двойки LLL/OLLn (пикове 1 и 2) и OLL/OOLn (пикове 4 и 5) са добри.

Височината на пик 2 (OLLn + PoLL) трябва да достигне поне 3 % от пълната скала.

5.3. **Приготвяне на метилови естери на мастни киселини**

Към разтвора на пречистеното масло в 1 mL n-хептан се добавя 0,1 mL 2 N разтвор на калиев хидроксид в метанол. Епруветката се затваря и капакът се завинтва плътно. След това се разклаща енергично в продължение на 15 секунди и се оставя да се разслои до избистряне на горния слой (5 минути). Разтворът в n-хептан е готов за инжектиране в газовия хроматограф. Той може да се съхранява при стайна температура в продължение на не повече от 12 часа.

5.4. **Анализ на метилови естери на мастни киселини чрез газова хроматография**

Използва се процедурата, описана при метода за определяне на *транс*-ненаситени мастни киселини (вж. приложение Ха).

Системата за газова хроматография се построява при температура на пещта 165 °C. Препоръчително е тя да се запази на 165 °C в продължение на 10 минути, след което да се повиши до 200 °C със скорост 1,5 °C/минута. Препоръчва се температурата на инжектора да се поддържа между 220 °C и 250 °C, за да се сведе до минимум образуването на *транс*-мастни киселини (вж. приложение Ха). Температура на детектора 250 °C. Като газове носители трябва да се използват водород или хелий при приблизително входно налягане на колоната от 130 kPa. Инжектираният обем е 1μL при режим на инжектиране с разделяне.

Необходимо е да бъде получен профил на анализа чрез газова хроматография, подобен на показания на фигура 2. Трябва да се обърне специално внимание на резолюцията между C18:3 и C20:1 (пикът на C18:3 трябва да се появи преди този на C20:1). За постигането на тези условия е необходимо оптимизирането на началната температура и/или входното налягане на колоната. Параметрите на инжектора (температура, съотношение на разделянето и инжектиран обем) се програмират така, че да се сведат до минимум условията за дискриминиране на палмитиновата и палмитолеиновата киселина.

Височината на пика на C20:0 трябва да бъде около 20 % от пълната скала за количествено определяне на *транс*-изомерите. Ако пикът на C18:0 покаже отклонения, количеството на пробата се намалява.

6. ИНТЕГРИРАНЕ НА ХРОМАТОГРАФСКИТЕ ПИКОВЕ

6.1. **Хроматограма, получена чрез ВЕТХ**

На фигура 1 е показана стандартна хроматограма на триацилглицероли на пречистено маслиново масло, получена чрез ВЕТХ. С цел да се интегрират пиковете е необходимо да се очертаят три базови линии: първата — между началото на пик 1 и края на пик 3, втората —между началото на пик 4 и равнината преди пик 8 и третата — между равнината преди пик 8 и края на пик 18.

Общата площ представлява сбор от площта на всички пикове (идентифицирани и неидентифицирани) от пик 1 до пик 18. Процентът на всеки пик се изчислява по следната формула:

$$TAG_x\ (\%) = 100\ (A_x + A_T)$$

Процентите трябва да бъдат изразени до два знака след десетичната запетая.

6.2. **Хроматограма, получена чрез газова хроматография**

На фигура 2 е показана получената чрез газова хроматография хроматограма на алкилови естери на мастни киселини от пречистено маслиново масло. Изчисляват се процентите на следните мастни киселини:

Палмитинова:	P (C16:0)	=	метилов естер + етилов естер
Стеаринова:	S (C18:0)	=	метилов естер
Палмитолеинова:	Po (C16:1)	=	сумата от метиловите естери на двата цис-изомера
Олеинова:	O (C18:1)	=	сумата от метиловите естери на двата *цис*-изомера + етилов естер + *транс*-изомери
Линолова:	L (C18:2)	=	метилов естер + етилов естер + *транс*-изомери
Линоленова:	L (C18:3)	=	метилов естер + *транс*-изомери
Арахинова:	A (C20:0)	=	метилов естер
Ейкозенова (гондоинова):	G (C20:1)	=	метилов естер.

От хроматограмата, получена чрез газова хроматография, могат да отсъстват етиловите естери и естерите на *транс*-изомерите.

Общата площ (A_T) представлява сборът на площта на всички пикове, фигуриращи в хроматограмата от C14:0 до C24:0, освен съответстващия на сквалена. Процентното изражение на всеки пик се изчислява по следната формула:

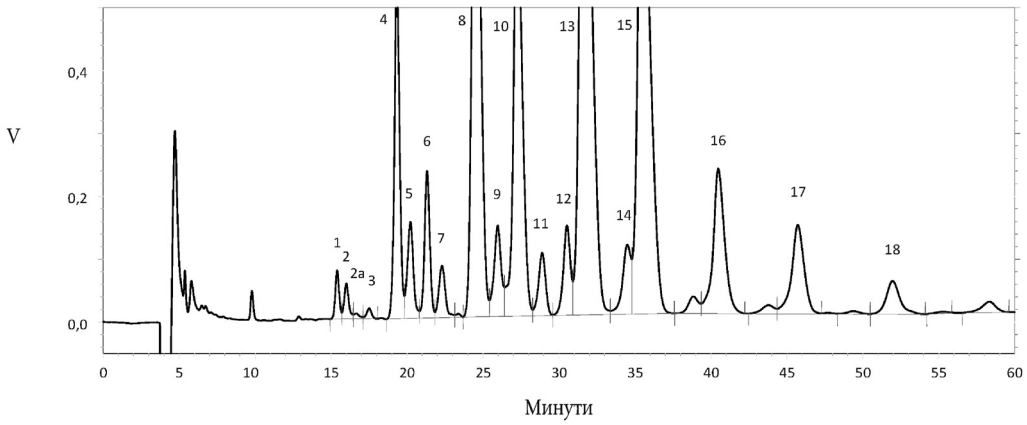
$$FA_x\ (\%) = 100\ (A_x + A_T)$$

Резултатите се изразяват до два знака след десетичната запетая.

За изчисленията с помощта на компютърни програми не е необходимо да се нормализира до 100, тъй като това се извършва автоматично.

Фигура 1

Хроматограма чрез ВЕТХ на триацилглицеролите в необработено маслиново масло „Chamlali“. Основни компоненти на хроматографските пикове



(1) LLL; (2) OLLn+PoLL; (3) PLLn; (4) OLL; (5) OOLn+PoOL;

(6) PLL+PoPoO; (7) POLn+PPoPo+PPoL; (8) OOL+LnPP; (9) PoOO;

(10) SLL+PLO; (11) PoOP+SPoL+SOLn+SPoPo; (12) PLP;

(13) OOO+PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; (17) SOO;

(18) POS+SLS.

Таблица 1

Данни за повторяемост при определяне чрез ВЕТХ на триацилглицеролите в необработено маслиново масло при температура на колоната 20 °C и използване на пропионитрил като подвижна фаза

ECN	Пикове при ВЕТХ	Триацилгли-цероли	Проба 1		Проба 2		Проба 3		Проба 4		Проба 5	
			Средна стойност (%)	RSD_r (%)	Средна стойност (%)	RSD_r (%)	Средна стойност (%)	RSD_r (%)	Средна стойност (%)	RSD_r (%)	Средна стойност (%)	RSD_r (%)
42	**1**	LLL	0,020	7,23	0,066	5,18	0,095	4,10	0,113	0,95	0,34	1,05
	2	OLLn+ PoLL	0,085	7,44	0,24	1,78	0,26	2,25	0,35	2,02	0,50	2,83
	3	PLLn	0,023	15,74	0,039	5,51	0,057	5,62	0,082	4,35	0,12	6,15
44	**4**	OLL	0,47	1,52	1,53	0,42	2,62	0,98	3,35	1,05	4,37	1,13
	5	OOLn + PoOL	1,07	2,01	1,54	0,46	1,61	0,71	1,72	1,07	1,77	2,40
	6	PLL+ PoPoO	0,11	12,86	0,24	4,37	0,65	1,32	1,35	0,73	2,28	1,24
	7	POLn + PpoPo + PpoL	0,42	5,11	0,49	2,89	0,55	2,01	0,85	1,83	1,09	1,96
46	**8**	OOL + LnPP	6,72	0,63	8,79	0,31	11,21	0,42	13,25	0,33	15,24	0,23
	9	PoOO	1,24	2,86	1,49	0,95	1,63	0,85	2,12	0,45	2,52	0,56
	10	SLL + PLO	2,70	0,65	4,05	0,70	6,02	0,65	9,86	0,53	11,53	0,31
	11	PoOP + SpoL + SOLn + SpoPo	0,64	4,42	0,69	3,02	0,79	1,23	1,53	0,89	1,70	1,66

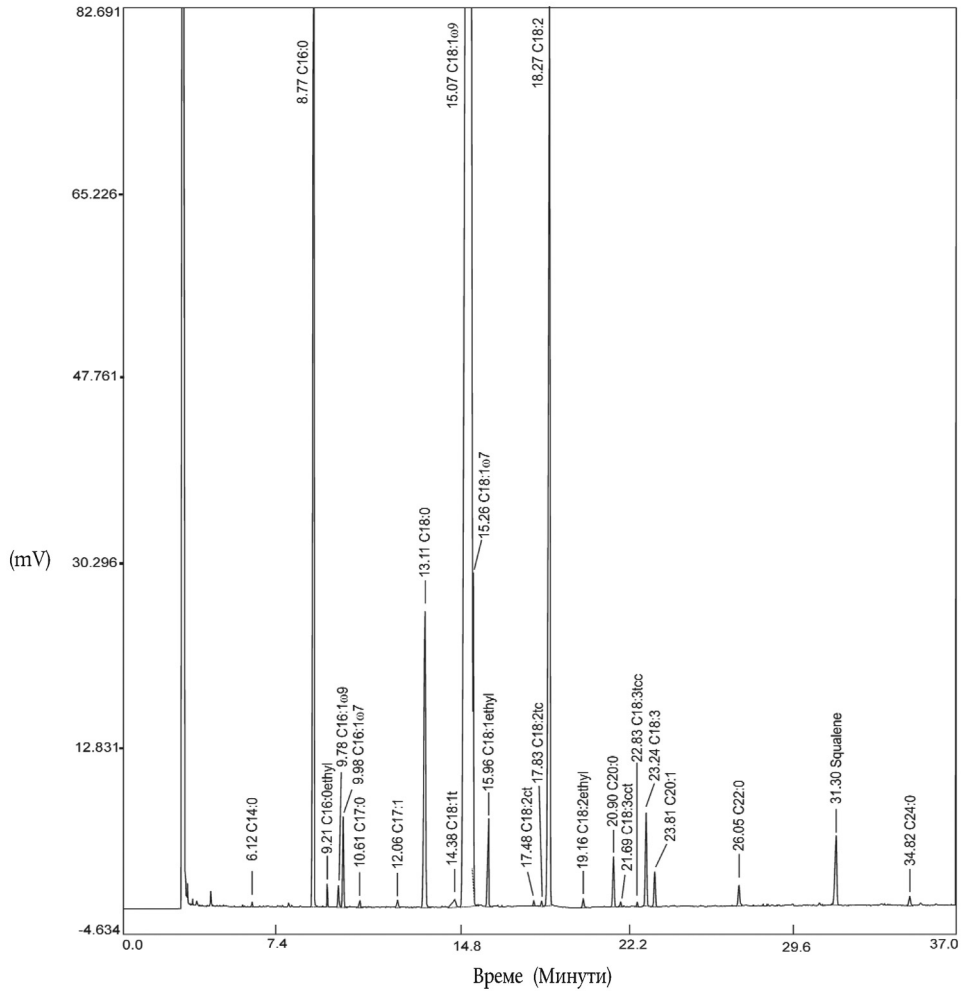
ECN	Пикове при ВЕТХ	Триацилгли-цероли	Проба 1		Проба 2		Проба 3		Проба 4		Проба 5	
			Средна стойност (%)	RSD_r (%)	Средна стойност (%)	RSD_r (%)	Средна стойност (%)	RSD_r (%)	Средна стойност (%)	RSD_r (%)	Средна стойност (%)	RSD_r (%)
48	**12+13**	OOO + PLP + PoPP	49,60	0,07	48,15	0,06	42,93	0,06	33,25	0,10	24,16	0,06
	14	SOL	0,82	1,72	0,92	1,56	1,05	1,32	1,25	1,05	1,60	1,77
	15	POO	22,75	0,25	21,80	0,20	21,05	0,30	20,36	0,35	20,17	0,14
50	**16**	POP	3,05	0,46	4,56	0,42	4,98	0,52	5,26	0,41	5,57	0,38
	17	SOO	6,87	0,21	5,56	0,33	4,86	0,43	4,12	0,72	3,09	0,69
	18	POS + SLS	1,73	1,23	1,65	1,10	1,54	0,99	1,49	1,10	1,41	1,00

n = 3 повторения

RSD_r = относително стандартно отклонение на повторяемостта

Фигура 2

Хроматограма чрез газова хроматография на алкилови естери на мастни киселини, получени от маслиново масло от остатъчен материал чрез транс-естерификация със студен разтвор на KOH в метанол



7. ОТКРИВАНЕ НА ЧУЖДИ МАСЛА В МАСЛИНОВИТЕ МАСЛА

Изчислителният метод, използван при откриването на чужди масла в маслиновите масла чрез съпоставяне на математически алгоритми с база от данни, съответстващи на автентични маслинови масла, е определен в приложение I към стандарт COI/T.20/doc. № 25.“