

PROVÁDĚCÍ NAŘÍZENÍ KOMISE (EU) č. 299/2013

ze dne 26. března 2013,

kterým se mění nařízení (EHS) č. 2568/91 o charakteristikách olivového oleje a olivového oleje z pokrutin a o příslušných metodách analýzy

EVROPSKÁ KOMISE,

s ohledem na Smlouvu o fungování Evropské unie,

s ohledem na nařízení Rady (ES) č. 1234/2007 ze dne 22. října 2007, kterým se stanoví společná organizace zemědělských trhů a zvláštní ustanovení pro některé zemědělské produkty („jednotné nařízení o společné organizaci trhů“) ⁽¹⁾, a zejména na čl. 113 odst. 1 písm. a) a čl. 121 písm. a) první pododstavec, ve spojení s článkem 4 uvedeného nařízení,

vzhledem k těmto důvodům:

- (1) Nařízení Komise (EHS) č. 2568/91 ze dne 11. července 1991 o charakteristikách olivového oleje a olivového oleje z pokrutin a o příslušných metodách analýzy ⁽²⁾ vymezuje chemické a organoleptické vlastnosti olivového oleje a oleje z pokrutin a stanoví metody hodnocení těchto vlastností. Uvedené metody by měly být aktualizovány na základě stanoviska chemiků a v souladu s prací prováděnou v Mezinárodní radě pro olivový olej (dále jen „IOC“).
- (2) Podle čl. 113 odst. 3 nařízení (ES) č. 1234/2007 ověřují členské státy, zda olivové oleje a olivové oleje z pokrutin splňují obchodní normy stanovené nařízením (EHS) č. 2568/91, a případně ukládají sankce. V člancích 2 a 2a nařízení (EHS) č. 2568/91 jsou stanovena podrobná pravidla pro tyto kontroly shody. Uvedená pravidla by měla zajistit, aby olivový olej, pro který byla stanovena norma jakosti, této normě skutečně odpovídal. Pravidla by měla být dále rozpracována a měla by zahrnovat analýzu rizik. Pro účely uvedených kontrol shody by měl být definován pojem „olivový olej uváděný na trh“.
- (3) Zkušenosti ukázaly, že některá rizika podvodu ohrožují plnou účinnost ochrany spotřebitelů, kterou poskytuje nařízení (EHS) č. 2568/91. Držitelé olivového oleje by proto měli pro každou kategorii oleje vést evidenci vstupů a výstupů. S cílem zamezit nadměrné administrativní zátěži, aniž by byly ohroženy cíle registru olivového oleje, by se shromažďování informací mělo omezit na fázi výroby až do fáze plnění olivového oleje.
- (4) S cílem zajistit návaznost a vyhodnotit opatření stanovená nařízením (EHS) č. 2568/91 by členské státy měly Komisi oznamovat nejen vnitrostátní prováděcí opatření, ale měly by též nahlašovat výsledky kontrol shody.

- (5) Za účelem pokračování procesu harmonizace s mezinárodními normami stanovenými IOC by měly být aktualizovány některé metody analýzy stanovené nařízením (EHS) č. 2568/91. Metoda analýzy podle přílohy XVIII uvedeného nařízení by proto měla být nahrazena účinnější metodou. Je rovněž vhodné napravit některé nesrovnalosti a nedostatky metod analýzy stanovených v příloze IX uvedeného nařízení.
- (6) Členské státy budou pro uplatňování nových pravidel stanovených tímto nařízením potřebovat přechodné období.
- (7) Komise vypracovala informační systém, který umožňuje elektronickou správu dokumentů a postupů v rámci jejích interních pracovních postupů a jejích vztahů s orgány podílejícími se na společné zemědělské politice. Má se za to, že oznamovací povinnosti uvedené v nařízením (EHS) č. 2568/91 mohou být splněny prostřednictvím uvedeného systému v souladu s nařízením Komise (ES) č. 792/2009 ze dne 31. srpna 2009, kterým se stanoví prováděcí pravidla pro předávání informací a dokumentů členskými státy Komisi v rámci provádění společné organizace trhů, režimu přímých plateb, propagace zemědělských produktů a režimů platných pro nejvzdálenější regiony a menší ostrovy v Egejském moři ⁽³⁾.
- (8) Nařízení (EHS) č. 2568/91 by proto mělo být odpovídajícím způsobem změněno.
- (9) Řídící výbor pro společnou organizaci zemědělských trhů nezaujal stanovisko ve lhůtě stanovené jeho předsedou,

PŘIJALA TOTO NAŘÍZENÍ:

Článek 1

Nařízení (EHS) č. 2568/91 se mění takto:

- 1) Článek 2a se nahrazuje tímto:

„Článek 2a

1. Pro účely tohoto článku se pojmem „olivový olej uváděný na trh“ rozumí celkové množství olivového oleje a olivového oleje z pokrutin příslušného členského státu, které se v uvedeném členském státě spotřebuje nebo které se z uvedeného členského státu vyveze.

⁽¹⁾ Úř. věst. L 299, 16.11.2007, s. 1.

⁽²⁾ Úř. věst. L 248, 5.9.1991, s. 1.

⁽³⁾ Úř. věst. L 228, 1.9.2009, s. 3.

2. Členské státy zajistí, aby kontroly shody byly prováděny selektivně, na základě analýzy rizik a s přiměřenou četností s cílem zajistit, aby olivový olej uváděný na trh byl v souladu s deklarovanou kategorií.

3. Kritéria pro posouzení rizika mohou zahrnovat:

- a) kategorii oleje, období produkce, cenu oleje v porovnání s jinými rostlinnými oleji, úkony mísení a balení, skladovací zařízení a podmínky, zemi původu, zemi určení, způsob přepravy nebo objem šarže;
- b) postavení hospodářských subjektů v marketingovém řetězci, objem nebo hodnotu výrobků jimi uváděných na trh, sortiment olejů jimi uváděných na trh, druh vykonávané hospodářské činnosti jako např. lisování, skladování, rafinace, mísení, balení nebo maloobchodní prodej;
- c) zjištění při předchozích kontrolách včetně počtu a druhu zjištěných nedostatků, obvyklou kvalitu olejů uváděných na trh, výkonnost používaného technického vybavení;
- d) spolehlivost systému zajištění jakosti či systému vlastní kontroly hospodářských subjektů v souvislosti s dodržováním obchodních norem;
- e) místo, kde se provádí kontrola, zejména, jde-li o první bod vstupu do Unie, poslední bod výstupu z Unie nebo o místo produkce, balení a naložení oleje či jeho prodeje konečnému spotřebiteli;
- f) jakékoli další informace, které by mohly poukazovat na riziko nedodržování norem.

4. Členské státy předem stanoví:

- a) kritéria pro hodnocení rizika nedodržování norem u šarží;
- b) na základě analýzy rizik pro každou kategorii rizik minimální počet hospodářských subjektů či šarží a/nebo množství, u nichž budou provedeny kontroly shody.

Ročně se provádí alespoň jedna kontrola shody na každých tisíc tun olivového oleje uváděného na trh v členském státě.

5. Členské státy ověří dodržování shody:

- a) provedením analýz uvedených v příloze I v jakémkoli pořadí nebo
- b) v pořadí uvedeném v rozhodovacím schématu v příloze Ib, dokud není dosaženo jednoho z rozhodnutí uvedených v rozhodovacím schématu.“

2) Článek 3 se nahrazuje tímto:

„Článek 3

Pokud se zjistí, že určitý olej neodpovídá popisu kategorie, do níž patří, uloží daný členský stát, aniž jsou dotčeny

jakékoli další sankce, účinné, přiměřené a odrazující sankce, jejichž výše se stanoví podle závažnosti zjištěné nesrovnalosti.

Pokud jsou při kontrolách zjištěny závažné nesrovnalosti, zvýší členské státy četnost kontrol ve vztahu k etapě uvádění na trh, kategorii oleje, původu nebo jiným kritériím.“

3) Vkládá se nový článek 7a, který zní:

„Článek 7a

Fyzické či právnické osoby a skupiny fyzických či právnických osob vlastníci z profesionálních či obchodních důvodů olivový olej a olivový olej z pokrutin od extrakce v lisovně až po fázi plnění, musí pro každou z kategorií těchto olejů vést evidenci vstupů a výstupů.

Členský stát zajistí, aby byla povinnost stanovená v prvním odstavci řádně dodržována.“

4) Článek 8 se nahrazuje tímto:

„Článek 8

1. Členské státy sdělí Komisi opatření přijatá k provádění tohoto nařízení. Rovněž Komisi uvědomí o veškerých následných změnách.

2. Nejpozději 31. května každého roku předají členské státy Komisi zprávu o provádění tohoto nařízení v předchozím kalendářním roce. Zpráva musí obsahovat alespoň výsledky kontrol shody provedené u olivového oleje podle vzoru stanoveného v příloze XXI.

3. Oznámení uvedená v tomto nařízení se provádějí v souladu s nařízením Komise (ES) č. 792/2009 (*).

(*) Úř. věst. L 228, 1.9.2009, s. 3.“

5) Příloha IX se nahrazuje zněním uvedeným v příloze I tohoto nařízení.

6) Příloha XVIII se nahrazuje zněním uvedeným v příloze II tohoto nařízení.

7) Vkládá se příloha XXI, jejíž znění je stanoveno v příloze III tohoto nařízení.

Článek 2

Toto nařízení vstupuje v platnost sedmým dnem po vyhlášení v Úředním věstníku Evropské unie.

Použije se ode dne 1. ledna 2014. Ustanovení čl. 8 odst. 2 se však použije ode dne 1. ledna 2015.

Toto nařízení je závazné v celém rozsahu a přímo použitelné ve všech členských státech.

V Bruselu dne 26. března 2013.

Za Komisi
José Manuel BARROSO
předseda

PŘÍLOHA I

„PŘÍLOHA IX

SPEKTROFOTOMETRICKÁ ANALÝZA V ULTRAFIALOVÉ OBLASTI SPEKTRA

ÚVOD

Spektrofotometrická analýza v ultrafialové oblasti spektra může poskytnout informace o jakosti tuku, stavu jeho zachovalosti a změnách způsobených technologickými procesy.

Absorpce při vlnových délkách specifikovaných v metodě je dána přítomností systémů konjugovaných dienů a trienů. Tyto absorpce jsou vyjádřeny jako specifické extinkce $E^{1\%}_{1\text{ cm}}$ (extinkce vyvolaná 1 % roztokem tuku v předepsaném rozpouštědle při tloušťce vrstvy 1 cm) obvykle označované písmenem K (též zmiňované jako „extinkční koeficient“).

1. OBLAST PŮSOBNOSTI

Tato metoda popisuje postup spektrofotometrické analýzy olivového oleje v ultrafialové oblasti spektra (jak je popsáno v dodatku).

2. PODSTATA METODY

Zkoumaný tuk se rozpustí v požadovaném rozpouštědle a poté se určí extinkce roztoku při určitých vlnových délkách proti čistému rozpouštědlu. Z výsledků spektrofotometrických měření se vypočtou specifické extinkce. Vypočítá se specifická absorbance při 232 nm a 268 nm v isooktanu nebo při 232 nm a 270 nm v cyklohexanu pro koncentraci 1 g/100 ml v 10 mm kyvetě.

3. VYBAVENÍ

3.1 Spektrofotometr pro měření extinkce v ultrafialové oblasti spektra mezi 220 nm a 360 nm s možností odečítání jednotlivých nanometrických jednotek. Před použitím spektrometru se doporučuje ověřit vlnovou délku a rozsah absorbance následujícím způsobem.

3.1.1 *Rozsah vlnových délek:* rozsah vlnových délek se může ověřit pomocí referenčního materiálu tvořeného optickým skleněným filtrem obsahujícím oxid holmia, který má různá absorpční pásma. Referenční materiál slouží k ověřování a kalibraci stupnice vlnových délek spektrofotometrů ve viditelné a ultrafialové oblasti spektra s nominální spektrální šířkou pásma 5 nm nebo méně. Filtř z holmiového skla se měří v režimu absorbance proti vzdušnému slepému vzorku v rozsahu vlnových délek o 640 do 240 nm. Pro každou šířku spektrálního pásma (0,10 – 0,25 – 0,50 – 1,00 – 1,50 – 2,00 a 3,00) se provede základní korekce na prázdný držák kyvety. Vlnové délky spektrálních pásem jsou uvedeny v osvědčení referenčního materiálu v normě ISO 3656.

3.1.2 *Stupnice absorbance:* ověřit ji lze pomocí referenčního materiálu tvořeného čtyřmi roztoky dichromanu draselného v kyselině chloristé uzavřenými ve čtyřech křemenných kyvetách pro UV k měření linearity a referenční fotometrické přesnosti v UV oblasti spektra. Kyvety plněné dichromanem draselným (40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml a 100 mg/ml) se měří proti slepému vzorku čisté kyseliny chloristé. Čisté hodnoty absorbance jsou uvedeny v osvědčení referenčního materiálu v normě ISO 3656.

3.2 Obdélníkové křemenné kyvety s víčky, o optické délce 1 cm. Naplněné vodou nebo jiným vhodným rozpouštědlem by se neměly vzájemně lišit o více než o 0,01 jednotky extinkce.

3.3 Odměrné baňky (25 ml)

3.4 Analytické váhy, které lze odečítat s přesností na 0,0001 g.

4. ČINIDLA

Není-li uvedeno jinak, používají se pouze chemikálie analytické čistoty.

Rozpouštědlo: isooktan (2,2,4-trimethylpentan) pro měření při 232 nm a 268 nm, nebo cyklohexan pro měření při 232 nm a 270 nm, s absorbcí nižší než 0,12 při 232 nm a nižší než 0,05 při 250 nm proti destilované vodě, měřeno v 10 mm kyvetě.

5. POSTUP

5.1 Zkoumaný vzorek musí být dokonale homogenní a bez suspendovaných nečistot. Oleje, které jsou při normální teplotě kapalné, se přefiltrují přes papír při teplotě přibližně 30 °C, pevné tuky je třeba homogenizovat a přefiltrovat při teplotě nejvýše o 10 °C vyšší, než je jejich bod tání.

- 5.2 Takto připraveného vzorku se odváží přibližně 0,25 g (s přesností na 1 mg) do odměrné baňky o objemu 25 ml, doplní se po rysku předepsaným rozpouštědlem a homogenizuje se. Výsledný roztok musí být dokonale čirý. Je-li roztok zakalený nebo obsahuje nečistoty, je nutno jej rychle přefiltrovat přes papír.
- 5.3 Křemenná kyveta se naplní získaným roztokem a změří se extinkce při odpovídajících vlnových délkách od 232 do 276 nm; jako referenční roztok slouží použité rozpouštědlo.

Zaznamenané hodnoty extinkce musí ležet v rozmezí od 0,1 do 0,8. Pokud tomu tak není, musí se měření zopakovat s koncentrovanějšími nebo případně ředěnějšími roztoky.

POZNÁMKA: Není nutné měřit absorpenci v plném rozsahu vlnových délek.

6. VYJÁDRĚNÍ VÝSLEDKŮ

- 6.1 Zaznamenávají se specifické extinkce (extinkční koeficienty) při různých vlnových délkách vypočtené ze vzorce:

$$K_{\lambda} = \left(\frac{E_{\lambda}}{c \cdot s} \right)$$

kde:

K_{λ} = specifická extinkce při vlnové délce λ ,

E_{λ} = extinkce měřená při vlnové délce λ ;

c = koncentrace roztoku v g/100 ml;

s = tloušťka křemenné kyvety v cm.

Výsledek se vyjádří s přesností na dvě desetinná místa.

6.2 Změna specifické extinkce (ΔK)

V souladu s oficiální metodou podle právních předpisů Unie zahrnuje spektrofotometrická analýza olivového oleje také stanovení změny absolutní hodnoty specifické extinkce (ΔK), která je dána vzorcem:

$$\Delta K = \left| K_m - \left(\frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2} \right) \right|$$

kde K_m je specifická extinkce při vlnové délce m . Vlnová délka při maximální absorpci je v závislosti na použitém rozpouštědle 270 nm pro cyklohexan a 268 nm na isooktan.

CHARAKTERISTIKY OLIVOVÉHO OLEJE

Kategorie	Methylestery mastných kyselin (MMK) a ethylestery mastných kyselin (EMK)	Acidita (%) ^(*)	Peroxi-dové číslo mEq 02/kg ^(*)	Vosky mg/kg ^(**)	2-glyceril-monopalmitát (%)	Stig-mastadien mg/kg ^(†)	Rozdíl mezi ECN42 (HPLC) a ECN42 (teoretickým výpočtem)	K ₂₃₂ ^(*)	K ₂₇₀ ^(*) 'K 270 nebo K 268 ^(‡)	Delta-K ^(*) ^(§)	Organoleptické hodnocení Medián závad (Md) ^(*)	Organoleptické hodnocení Medián znaku ovocná chuť a vůně (Mf) ^(*)
1. Extra panenský olivový olej	Σ MMK + EMK ≤ 75 mg/kg nebo 75 mg/kg < Σ MMK + EMK ≤ 150 mg/kg a (MMK/EMK) ≤ 1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9, pokud celkové množství palmitové kyseliny v % ≤ 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
					≤ 1,0, pokud celkové množství palmitové kyseliny v % > 14 %							
2. Panenský olivový olej	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9, pokud celkové množství palmitové kyseliny v % ≤ 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
					≤ 1,0, pokud celkové množství palmitové kyseliny v % > 14 %							
3. Lampantový olivový olej	—	> 2,0	—	≤ 300 ^(‡)	≤ 0,9, pokud celkové množství palmitové kyseliny v % ≤ 14 %	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 ^(‡)	—
					≤ 1,1, pokud celkové množství palmitové kyseliny v % > 14 %							
4. Rafinovaný olivový olej	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9, pokud celkové množství palmitové kyseliny v % ≤ 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
					≤ 1,1, pokud celkové množství palmitové kyseliny v % > 14 %							
5. Olivový olej složený z rafinovaného a panenského olivového oleje	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9, pokud celkové množství palmitové kyseliny v % ≤ 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
					≤ 1,0, pokud celkové množství palmitové kyseliny v % > 14 %							
6. Surový olivový - olej z pokrutin	—	—	—	> 350 ^(§)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7. Rafinovaný olej - olej z pokrutin	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8. Olivový olej-olej z pokrutin	—	≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(†) Celkové množství izomerů, které by mohly (nebo nemohly) být separovány kapilární kolonou.

(‡) Nebo pokud je medián závad menší nebo roven 3,5 a medián znaku ovocná chuť a vůně je roven 0.

(§) Oleje s obsahem vosků od 300 mg/kg do 350 mg/kg jsou považovány za lampantové olivové oleje, pokud je celkový obsah alifatických alkoholů menší nebo roven 350 mg/kg nebo pokud obsah erythrodiolu a uvaolu je menší nebo roven 3,5 %.

(§) Oleje s obsahem vosků od 300mg/kg do 350 mg/kg jsou považovány za surový olivový olej z pokrutin, pokud je celkový obsah alifatických alkoholů vyšší než 350 mg/kg a pokud obsah erythrodiolu a uvaolu je větší než 3,5 %.

(§) K 270, pokud je rozpouštědlem cyklohexan; K 268, pokud je rozpouštědlem iso-oktan.“

PŘÍLOHA II

„PŘÍLOHA XVIII

STANOVENÍ ROZDÍLU MEZI SKUTEČNÝM A TEORETICKÝM OBSAHEM TRIACYLGLYCEROLŮ S EKVIVALENTNÍM POČTEM UHLÍKOVÝCH ATOMŮ 42 (ECN 42)**1. OBLAST PŮSOBNOSTI**

Stanovení absolutního rozdílu mezi experimentálními hodnotami triacylglycerolů (TAG) s ekvivalentním počtem atomů uhlíku 42, které byly v oleji stanoveny vysoce účinnou kapalinovou chromatografií (ECN42_{HPLC}), a teoretickou hodnotou TAG s ekvivalentním počtem atomů uhlíku 42 vypočtenou ze složení mastných kyselin (ECN 42_{teoretická}).

2. OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je použitelná pro olivové oleje. Metoda je použitelná pro určení přítomnosti malých množství semenného oleje (bohatého na linoleovou kyselinu) v olivových olejích všech tříd.

3. PRINCIP

Obsah triacylglycerolů ECN42 stanovený analyticky pomocí HPLC a teoretický obsah triacylglycerolů ECN42 (vypočítaný ze stanovení složení mastných kyselin pomocí GLC) odpovídá v jistém rozmezí pravému olivovému oleji. Pokud je rozdíl větší, než hodnoty přijaté pro každý druh oleje, znamená to, že olej obsahuje semenné oleje.

4. METODA

Metoda výpočtu teoretického obsahu triacylglycerolů s ECN 42 a rozdílu od údajů získaných HPLC je v podstatě provedená kombinací analytických údajů získaných jinými metodami. Dala by se rozdělit do tří fází: stanovení složení mastných kyselin kapilární plynovou chromatografií, výpočet teoretického složení triacylglycerolů s ECN 42, stanovení triacylglycerolů s ECN 42 pomocí HPLC.

4.1 Přístroje a pomůcky

4.1.1 Baňky s kulatým dnem (250 ml a 500 ml)

4.1.2 Kádinky (100 ml)

4.1.3 Skleněná chromatografická kolona o vnitřním průměru 21 mm, délce 450 mm, s kohoutem a standardně ukončená na horním konci spojkou s vnitřním zábrusem

4.1.4 Dělicí nálevky (250 ml) s normalizovaným kohoutem na spodu kužele, vhodné ke spojení s horní částí kolony

4.1.5 Skleněná tyčinka o délce 600 mm

4.1.6 Skleněná nálevka o průměru 80 mm

4.1.7 Odměrné baňky (50 ml)

4.1.8 Odměrné baňky (20 ml)

4.1.9 Rotační odparka

4.1.10 Vysoce účinný kapalinový chromatograf s termostatickou regulací teploty kolony

4.1.11 Dávkovače na nástřik 10 μ l dávek

4.1.12 Detektor: diferenciální refraktometr; schopnost měření v rozsahu nejméně 10^{-4} jednotky refrakčního indexu

4.1.13 Kolona: korozivzdorná trubice o délce 250 mm a vnitřním průměru 4,5 mm plněná silikagelem o průměru částic 5 μ m a obsahu uhlíku ve formě oktadecylsilanu 22 % až 23 %

4.1.14 Programové vybavení pro zpracování dat

4.1.15 Nádobky (přibližně 2 ml) se septy potaženými teflonem a šroubovými uzávěry

4.2 Činidla

Reakční činidla by měla být analytické čistoty. Eluční rozpouštědla by měla být odplyněna a mohou být několikrát recyklována, aniž by ovlivnila separaci.

- 4.2.1 Petrolether pro chromatografii (40–60 °C) nebo hexan
- 4.2.2 Čerstvě destilovaný diethylether bez peroxidu
- 4.2.3 Eluční rozpouštědla pro čištění oleje směsí petroletheru/diethyletheru 87/13 (v/v) pro sloupcovou chromatografii
- 4.2.4 Silikagel typu Merck 7734 o velikosti částic 70–230 s normalizovaným obsahem vody 5 % hmotnostních
- 4.2.5 Skelná vata
- 4.2.6 Aceton pro HPLC
- 4.2.7 Acetonitril nebo propionitril pro HPLC
- 4.2.8 Eluční rozpouštědlo pro HPLC: acetonitril + aceton (poměr se upraví podle požadované separace; začíná se se směsí o poměru 50:50) nebo propionitril
- 4.2.9 Solubilizační rozpouštědlo: aceton
- 4.2.10 Referenční triglyceridy: mohou se použít komerční triglyceridy (tripalmitin, triolein atd.); retenční časy se pak vynesou podle ekvivalentního počtu atomů uhlíku, nebo se mohou použít referenční chromatogramy pro sojový olej, směs sojového oleje a olivového oleje v poměru 30:70 a olivový olej (viz poznámky 1 a 2 a obrázky 1 až 4).
- 4.2.11 Kolonka (6 ml) pro extrakci na pevnou fázi se silikagelem (1 g)

4.3 Příprava vzorků

Vzhledem k celé řadě rušivých látek, které mohou vést k falešným pozitivním výsledkům, musí být vzorek vždy čištěn podle metody 2.507 IUPAC používané pro stanovení polárních sloučenin a tuků na smažení.

4.3.1 Příprava chromatografické kolony

Kolona (4.1.3) se naplní 30 ml elučního rozpouštědla (4.2.3). Pak se dovnitř kolony vsune trochu skelné vaty (4.2.5) a zatlačí se směrem dolů za pomoci skleněné tyčinky (4.1.5).

V 100 ml kádince se rozmíchá 25 g silikagelu (4.2.4) v 80 ml eluční směsi (4.2.3), poté se za pomoci skleněné nálevky (4.1.6) nalije do kolony.

Aby se veškerý silikagel vpravil do kolony, vypláchne se kádinka elučním roztokem a tento podíl se rovněž nalije do kolony.

Otevře se kohout a rozpouštědlo se nechá z kolony eluovat tak dlouho, dokud jeho hladina není přibližně 1 cm nad úroveň silikagelu.

4.3.2 Kolonová chromatografie

Olej se přefiltruje, homogenizuje a případně zbaví vody; poté se do 50 ml odměrné baňky (4.1.7) odváží $2,5 \pm 0,1$ g oleje s přesností na 0,001 g.

Olej se rozpustí přibližně ve 20 ml elučního rozpouštědla (4.2.3). Pro snazší rozpouštění se případně lehce zahřeje. Poté se zchladí na pokojovou teplotu a objem se doplní elučním rozpouštědlem.

Za pomoci odměrné pipety se do kolony vpraví 20 ml roztoku připraveného podle bodu 4.3.1, otevře se kohout a rozpouštědlo se nechá eluovat na úroveň silikagelu.

Poté se eluuje 150 ml elučního rozpouštědla (4.2.3); průtok rozpouštědla se nastaví přibližně na 2 ml/min (150 ml projde kolonou přibližně za 60–70 minut).

Eluát se jímá do 250 ml baňky s kulatým dnem (4.1.1) předem vysušené v sušárně a přesně zvážené. Rozpouštědlo se odstraní za sníženého tlaku v rotační odparce (4.1.9) a residuum se zváží. Residuum se použije pro přípravu roztoku k analýze HPLC a pro přípravu methylesteru.

Výtěžek vzorku z kolony musí být nejméně 90 % pro kategorie extrapanenský, panenský, rafinovaný a olivový olej, a nejméně 80 % pro lampantový olej a olivový olej z pokrutin.

4.3.3 *Přečištění SPE*

Silikagelová kolona SPE se aktivuje průchodem 6 ml hexanu (4.2.3) ve vakuu, aby se zabránilo vysušení.

Množství 0,12 g se s přesností na 0,001 g odváží do 2 ml lahvíček (4.1.15) a rozpustí se v 0,5 ml hexanu (4.2.3).

Roztok se vlije do kolony SPE a eluuje se ve vakuu s 10 ml roztoku hexan–diethylether (87:13 v/v) (4.2.3).

Shromážděné frakce se odpaří do sucha v rotačním odparce (4.1.9) za sníženého tlaku a při pokojové teplotě. K analýze triacylglycerolů (TAG) se reziduum rozpustí ve 2 ml acetonu (4.2.6).

4.4 **Analýza HPLC**4.4.1 *Příprava vzorků pro chromatografickou analýzu*

5 % roztok analyzovaného vzorku se připraví odvážením $0,5 \pm 0,001$ g vzorku do a 10 ml odměrné baňky a doplněním solubilizačním rozpouštědlem (4.2.9) na objem 10 ml.

4.4.2 *Postup*

Nastavení chromatografického systému. Eluční rozpouštědlo (4.2.8) se pumpuje rychlostí 1,5 ml/min, aby se celý systém propláchl. Počká se, až se ustálí základní linie.

Velikost nástřiku vzorku připraveného podle bodu 4.3 je 10 μ l.

4.4.3 *Výpočet a vyjádření výsledků*

Používá se metoda normalizace plochy, tj. předpokládá se, že součet ploch všech píků odpovídajících triacylglycerolům s ECN42 až ECN52 je roven 100 %.

Relativní procentní zastoupení jednotlivých triglyceridů se vypočítá podle vzorce:

$$\% \text{ triglyceridu} = \text{plocha píku} \times 100 / \text{součet ploch všech píků}.$$

Výsledky by měly být uvedeny alespoň na dvě desetinná místa.

Viz poznámky 1 až 4.

4.5 **Výpočet triacylglycerolového složení (% molární) z údajů o složení mastných kyselin (% plochy)**4.5.1 *Stanovení složení mastných kyselin*

Složení mastných kyselin se určuje podle ISO 5508 pomocí kapilární kolony. Methylestery se připraví podle COI/T.20/Doc. No 24.

4.5.2 *Mastné kyseliny pro výpočet*

Glyceridy se seskupují podle ekvivalentního počtu uhlíkových atomů (ECN) a zohledňuje se následná ekvivalence mezi ECN a mastnými kyselinami. V úvahu se berou pouze mastné kyseliny s počtem uhlíkových atomů mezi 16 a 18, protože jedině takové mastné kyseliny jsou významné z hlediska olivového oleje. Mastné kyseliny se normalizují do 100 %.

Mastná kyselina	Zkratka	Molekulová hmotnost (MW)	ECN
palmitová kyselina	P	256,4	16
palmitoolejová kyselina	Po	254,4	14
stearová kyselina	S	284,5	18
olejová kyselina	O	282,5	16
linoleová kyselina	L	280,4	14
linolenová kyselina	Ln	278,4	12

4.5.3 *Převod plochy (%) na moly pro všechny mastné kyseliny (1)*

$$\text{mol P} = \frac{\% \text{ plochy P}}{\text{MW P}}$$

$$\text{mol S} = \frac{\% \text{ plochy S}}{\text{MW S}}$$

$$\text{mol Po} = \frac{\% \text{ plochy Po}}{\text{MW Po}}$$

$$\text{mol O} = \frac{\% \text{ plochy O}}{\text{MW O}}$$

$$\text{mol L} = \frac{\% \text{ plochy L}}{\text{MW L}}$$

$$\text{mol Ln} = \frac{\% \text{ plochy Ln}}{\text{MW Ln}}$$

4.5.4 Normalizace molů mastných kyselin na 100 % (2)

$$\text{mol \% P (1,2,3)} = \frac{\text{mol P} * 100}{\text{mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

$$\text{mol \% S (1,2,3)} = \frac{\text{mol S} * 100}{\text{mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

$$\text{mol \% Po (1,2,3)} = \frac{\text{mol Po} * 100}{\text{mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

$$\text{mol \% O (1,2,3)} = \frac{\text{mol O} * 100}{\text{mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

$$\text{mol \% L (1,2,3)} = \frac{\text{mol L} * 100}{\text{mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

$$\text{mol \% Ln (1,2,3)} = \frac{\text{mol Ln} * 100}{\text{mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

Výsledkem je procentní zastoupení každé mastné kyseliny v % molárních ve všech (1,2,3-) polohách triacylglycerolů.

Celkové množství nasycených mastných kyselin (SFA) P a S a nenasycených mastných kyselin (UFA) Po, O, L a Ln se vypočítá:

$$\text{mol \% SFA} = \text{mol \% P} + \text{mol \% S}$$

$$\text{mol \% UFA} = 100 - \text{mol \% SFA}$$

4.5.5 Výpočet složení mastných kyselin v pozicích 2- a 1,3- triacylglycerolů

Mastné kyseliny jsou rozděleny do tří skupin takto: jedna s polohou 2- a dvě stejné s polohou 1- a 3-, s různými koeficienty pro nasycené kyseliny (P a S) a nenasycené kyseliny (Po, O, L a Ln).

4.5.5.1 Nasycené mastné kyseliny s polohou 2- [P(2) a S(2)]

$$\text{mol \% P(2)} = \text{mol \% P (1,2,3)} * 0,06$$

$$\text{mol \% S(2)} = \text{mol \% S (1,2,3)} * 0,06$$

4.5.5.2 Nenasycené mastné kyseliny s polohou 2- [Po(2), O(2), L(2) a Ln(2)] (5):

$$\text{mol \% Po(2)} = \frac{\text{mol \% Po(1,2,3)}}{\text{mol \% UFA}} * (100 - \text{mol \% P(2)} - \text{mol \% S(2)})$$

$$\text{mol \% O(2)} = \frac{\text{mol \% O(1,2,3)}}{\text{mol \% UFA}} * (100 - \text{mol \% P(2)} - \text{mol \% S(2)})$$

$$\text{mol \% L(2)} = \frac{\text{mol \% L(1,2,3)}}{\text{mol \% UFA}} * (100 - \text{mol \% P(2)} - \text{mol \% S(2)})$$

$$\text{mol \% Ln(2)} = \frac{\text{mol \% Ln(1,2,3)}}{\text{mol \% UFA}} * (100 - \text{mol \% P(2)} - \text{mol \% S(2)})$$

4.5.5.3 Mastné kyseliny s polohou 1,3- [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) a Ln(1,3)] (6):

$$\text{mol \% P(1,3)} = \frac{\text{mol \% P(1,2,3)} - \text{mol \% P(2)}}{2} + \text{mol \% P(1,2,3)}$$

$$\text{mol \% S(1,3)} = \frac{\text{mol \% S(1,2,3)} - \text{mol \% S(2)}}{2} + \text{mol \% S(1,2,3)}$$

$$\text{mol \% Po(1,3)} = \frac{\text{mol \% Po(1,2,3)} - \text{mol \% Po(2)}}{2} + \text{mol \% Po(1,2,3)}$$

$$\text{mol \% O(1,3)} = \frac{\text{mol \% O(1,2,3)} - \text{mol \% O(2)}}{2} + \text{mol \% O(1,2,3)}$$

$$\text{mol \% L(1,3)} = \frac{\text{mol \% L(1,2,3)} - \text{mol \% L(2)}}{2} + \text{mol \% L(1,2,3)}$$

$$\text{mol \% Ln(1,3)} = \frac{\text{mol \% Ln(1,2,3)} - \text{mol \% Ln(2)}}{2} + \text{mol \% Ln(1,2,3)}$$

4.5.6 Výpočet triacylglycerolů

4.5.6.1 Triacylglyceroly s jednou mastnou kyselinou (AAA, zde LLL, PoPoPo) (7)

$$\text{mol \% AAA} = \frac{\text{mol \% A(1,3)} * \text{mol \% A(2)} * \text{mol \% A(1,3)}}{10\ 000}$$

4.5.6.2 Triacylglyceroly se dvěma mastnými kyselinami (AAB, zde PoPoL, PoLL) (8)

$$\text{mol \% AAB} = \frac{\text{mol \% A(1,3)} * \text{mol \% A(2)} * \text{mol \% B(1,3)} * 2}{10\ 000}$$

$$\text{mol \% ABA} = \frac{\text{mol \% A(1,3)} * \text{mol \% B(2)} * \text{mol \% A(1,3)}}{10\ 000}$$

4.5.6.3 Triacylglyceroly se třemi různými mastnými kyselinami (ABC, zde OLLn, PLLn, PoOLn, PPOln) (9)

$$\text{mol \% ABC} = \frac{\text{mol \% A(1,3)} * \text{mol \% B(2)} * \text{mol \% C(1,3)} * 2}{10\ 000}$$

$$\text{mol \% BCA} = \frac{\text{mol \% B(1,3)} * \text{mol \% C(2)} * \text{mol \% A(1,3)} * 2}{10\ 000}$$

$$\text{mol \% CAB} = \frac{\text{mol \% C(1,3)} * \text{mol \% A(2)} * \text{mol \% B(1,3)} * 2}{10\ 000}$$

4.5.6.4 Triacylglyceroly s ekvivalentním počtem uhlíkových atomů 42

Triacylglyceroly s ECN42 se vypočítávají podle rovnic 7, 8 a 9 a jsou poté uvedeny v pořadí podle předpokládané eluce při HPLC (obvykle pouze tři píky).

LLL

PoLL a polohový izomer LPoL

OLLn a polohové izomery OLnL a LnOL

PoPoL a polohový izomer PoLPo

PoOLn a polohové izomery OPoLn a OLnPo

PLLn a polohové izomery LLnP a LnPL

PoPoPo

SLLn a polohový izomer LnSLn

PPOln a polohové izomery PLnPo a PoPLn

Triacylglyceroly s ECN42 se vyjádří jako součet devíti triacylglycerolů včetně jejich polohových izomerů. Výsledky by měly být uvedeny alespoň na dvě desetinná místa.

5. HODNOCENÍ VÝSLEDKŮ

Porovná se vypočtený teoretický obsah a obsah stanovený analýzou HPLC. Pokud je absolutní hodnota rozdílu výsledku z HPLC a výsledku určeného teoreticky vyšší než hodnota stanovená normou pro příslušnou kategorii oleje, vzorek obsahuje semenný olej.

Výsledky se uvádí na dvě desetinná místa.

6. PŘÍKLAD (ČÍSELNÉ ODKAZY SE VZTAHUJÍ NA ODDÍL TEXTU POPISUJÍCÍ METODU)

— 4.5.1 Výpočet % molárních mastných kyselin z údajů GLC (% normalizované oblasti)

Následující údaje o složení mastných kyselin byly získány pomocí GLC:

FA	P	S	Po	O	L	Ln
MW	256,4	284,5	254,4	282,5	280,4	278,4
% plochy	10,0	3,0	1,0	75,0	10,0	1,0

— 4.5.3 Převedení plochy (%) na látkové množství (mol) pro všechny mastné kyseliny (viz vzorec (1))

$$\text{mol P} = \frac{10}{256,4} = 0,03900 \text{ mol P}$$

$$\text{mol S} = \frac{3}{284,5} = 0,01054 \text{ mol S}$$

$$\text{mol Po} = \frac{1}{254,4} = 0,00393 \text{ mol Po}$$

$$\text{mol O} = \frac{75}{282,5} = 0,26549 \text{ mol O}$$

$$\text{mol L} = \frac{10}{280,4} = 0,03566 \text{ mol L}$$

$$\text{mol Ln} = \frac{1}{278,4} = 0,00359 \text{ mol Ln}$$

$$\text{Celkem} = 0,35821 \text{ mol TAG}$$

— 4.5.4 Normalizace mastných kyselin (mol) na 100 % (viz vzorec (2))

$$\text{mol \% P(1,2,3)} = \frac{0,03900 \text{ mol P} * 100}{0,35821 \text{ mol}} = 10,887 \%$$

$$\text{mol \% S(1,2,3)} = \frac{0,01054 \text{ mol S} * 100}{0,35821 \text{ mol}} = 2,942 \%$$

$$\text{mol \% Po(1,2,3)} = \frac{0,00393 \text{ mol Po} * 100}{0,35821 \text{ mol}} = 1,097 \%$$

$$\text{mol \% O(1,2,3)} = \frac{0,26549 \text{ mol O} * 100}{0,35821 \text{ mol}} = 74,116 \%$$

$$\text{mol \% L(1,2,3)} = \frac{0,03566 \text{ mol L} * 100}{0,35821 \text{ mol}} = 9,955 \%$$

$$\text{mol \% Ln(1,2,3)} = \frac{0,00359 \text{ mol Ln} * 100}{0,35821 \text{ mol}} = 1,002 \%$$

$$\text{Celkem \% molárních} = 100 \%$$

Součet nasycených a nenasycených mastných kyselin v poloze 1,2,3- TAG (viz vzorec (3)):

$$\text{mol \% SFA} = 10,887 \% + 2,942 \% = \mathbf{13,829 \%}$$

$$\text{mol \% UFA} = 100,000 \% - 13,829 \% = \mathbf{86,171 \%}$$

— 4.5.5 Výpočet složení mastných kyselin v polohách 2- a 1,3- TAG

— 4.5.5.1 Nasycené mastné kyseliny v poloze 2- [P(2) a S(2)] (viz vzorec (4))

$$\text{mol \% P(2)} = 10,887 \% * 0,06 = 0,653 \text{ mol \%}$$

$$\text{mol \% S(2)} = 2,942 \% * 0,06 = 0,177 \text{ mol \%}$$

— 4.5.5.2 Nenasycené mastné kyseliny v poloze 2- [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) a Ln(1,3)] (viz vzorec (5))

$$\text{mol \% Po(2)} = \frac{1,097 \%}{86,171 \%} * (100 - 0,653 - 0,177) = 1,262 \text{ mol \%}$$

$$\text{mol \% O(2)} = \frac{74,116 \%}{86,171 \%} * (100 - 0,653 - 0,177) = 85,296 \text{ mol \%}$$

$$\text{mol \% L(2)} = \frac{9,955 \%}{86,171 \%} * (100 - 0,653 - 0,177) = 11,457 \text{ mol \%}$$

$$\text{mol \% Ln(2)} = \frac{1,002 \%}{86,171 \%} * (100 - 0,653 - 0,177) = 1,153 \text{ mol \%}$$

— 4.5.5.3 Mastné kyseliny v poloze 1,3- [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) a Ln(1,3)] (viz vzorec (6))

$$\text{mol \% P(1,3)} = \frac{10,887 - 0,653}{2} + 10,887 = 16,004 \text{ mol \%}$$

$$\text{mol \% S(1,3)} = \frac{2,942 - 0,177}{2} + 2,942 = 4,325 \text{ mol \%}$$

$$\text{mol \% Po(1,3)} = \frac{1,097 - 1,262}{2} + 1,097 = 1,015 \text{ mol \%}$$

$$\text{mol \% O(1,3)} = \frac{74,116 - 85,296}{2} + 74,116 = 68,526 \text{ mol \%}$$

$$\text{mol \% L(1,3)} = \frac{9,955 - 11,457}{2} + 9,955 = 9,204 \text{ mol \%}$$

$$\text{mol \% Ln(1,3)} = \frac{1,002 - 1,153}{2} + 1,002 = 0,927 \text{ mol \%}$$

— 4.5.6 Výpočet triacylglycerolů

Z vypočítaného složení mastných kyselin v polohách 2- a 1,3-:

Mastné kyseliny v	poloze 1,3-	poloze 2-
P	16,004 %	0,653 %
S	4,325 %	0,177 %
Po	1,015 %	1,262 %
O	68,526 %	85,296 %
L	9,204 %	11,457 %
Ln	0,927 %	1,153 %
Celkem	100,0 %	100,0 %

se vypočítají následující triacylglyceroly:

LLL

PoPoPo

PoLL s 1 polohovým izomerem

SLnLn s 1 polohovým izomerem

PoPoL s 1 polohovým izomerem

PPoLn se 2 polohovými izomery

OLLn se 2 polohovými izomery

PLLn se 2 polohovými izomery

PoOLn se 2 polohovými izomery

— 4.5.6.1. Triacylglyceroly s jednou mastnou kyselinou (LLL, PoPoPo) (viz vzorec (7))

$$\text{mol \% LLL} = \frac{9,204 \% * 11,457 \% * 9,204 \%}{10\ 000} = \mathbf{0,09706 \text{ mol LLL}}$$

$$\text{mol \% PoPoPo} = \frac{1,015 \% * 1,262 \% * 1,015 \%}{10\ 000} = \mathbf{0,00013 \text{ mol PoPoPo}}$$

— 4.5.6.2 Triacylglyceroly se dvěma mastnými kyselinami (PoLL, SLnLn, PoPoL) (viz vzorec (8))

$$\text{mol \% PoLL + LLPo} = \frac{1,015 \% * 11,457 \% * 9,204 \% * 2}{10\ 000} = 0,02141$$

$$\text{mol \% LPoL} = \frac{9,204 \% * 1,262 \% * 9,204 \%}{10\ 000} = 0,01069$$

0,03210 mol PoLL

$$\text{mol \% SLnLn + LnLnS} = \frac{4,325 \% * 1,153 \% * 0,927 \% * 2}{10\ 000} = 0,00092$$

$$\text{mol \% LnSLn} = \frac{0,927 \% * 0,177 \% * 0,927 \%}{10\ 000} = 0,00002$$

0,00094 mol SLnLn

$$\text{mol \% PoPoL + LPoPo} = \frac{1,015 \% * 1,262 \% * 9,204 \% * 2}{10\ 000} = 0,00236$$

$$\text{mol \% PoLPo} = \frac{1,015 \% * 11,457 \% * 1,015 \%}{10\ 000} = 0,00118$$

0,00354 mol PoPoL

— 4.5.6.3 Triacylglyceroly se třemi různými mastnými kyselinami (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn) viz vzorec (9)

$$\text{mol \% PPoLn} = \frac{16,004 \% * 1,262 \% * 0,927 \% * 2}{10\ 000} = 0,00374$$

$$\text{mol \% LnPPo} = \frac{0,927 \% * 0,653 \% * 1,015 \% * 2}{10\ 000} = 0,00012$$

$$\text{mol \% PoLnP} = \frac{1,015 \% * 1,153 \% * 16,004 \% * 2}{10\ 000} = 0,00375$$

0,00761 mol PPoLn

$$\text{mol \% OLLn} = \frac{68,526 \% * 11,457 \% * 0,927 \% * 2}{10\ 000} = 0,14556$$

$$\text{mol \% LnOL} = \frac{0,927 \% * 85,296 \% * 9,204 \% * 2}{10\ 000} = 0,14555$$

$$\text{mol \% LLnO} = \frac{9,204 \% * 1,153 \% * 68,526 \% * 2}{10\ 000} = 0,14544$$

0,43655 mol OLLn

$$\text{mol \% PLLn} = \frac{16,004 \% * 11,457 \% * 0,927 \% * 2}{10\ 000} = 0,03399$$

$$\text{mol \% LnPL} = \frac{0,927 \% * 0,653 \% * 9,204 \% * 2}{10\ 000} = 0,00111$$

$$\text{mol \% LLnP} = \frac{9,204 \% * 1,153 \% * 16,004 \% * 2}{10\ 000} = 0,03397$$

0,06907 mol PLLn

$$\text{mol \% PoOLn} = \frac{1,015 \% * 85,296 \% * 0,927 \% * 2}{10\ 000} = 0,01605$$

$$\text{mol \% LnPoO} = \frac{0,927 \% * 1,262 \% * 68,526 \% * 2}{10\ 000} = 0,01603$$

$$\text{mol \% OLnPo} = \frac{68,526 \% * 1,153 \% * 1,015 \% * 2}{10\ 000} = 0,01604$$

0,04812 mol PoOLn

ECN42 = 0,69512 mol TAG

Poznámka 1 Pořadí eluce je možné stanovit výpočtem ekvivalentního počtu atomů uhlíku, často definovaných jako $ECN = CN - 2n$, kde CN je počet atomů uhlíku a n je počet dvojných vazeb. Výpočet může být přesnější, pokud se vezme v úvahu původ dvojných vazeb. Pokud jsou n_o , n_l a n_{ln} počty dvojných vazeb náležejících olejové, linoleové resp. linolenové kyselině, ekvivalentní počet atomů uhlíku se může vypočítat použitím následujícího vzorce:

$$EN = CN - d_o n_o - d_l n_l - d_{ln} n_{ln}$$

kde se koeficienty d_o , d_l a d_{ln} mohou vypočítat použitím referenčních triglyceridů. Za podmínek popsáných v této metodě platí přibližně tento vztah:

$$ECN = CN - (2,60 n_o) - (2,35 n_l) - (2,17 n_{ln})$$

Poznámka 2 S několika referenčními triglyceridy je rovněž možné vypočítat rozlišení vzhledem k trioleinu:

$$\alpha = RT^1 / RT \text{ triolein}$$

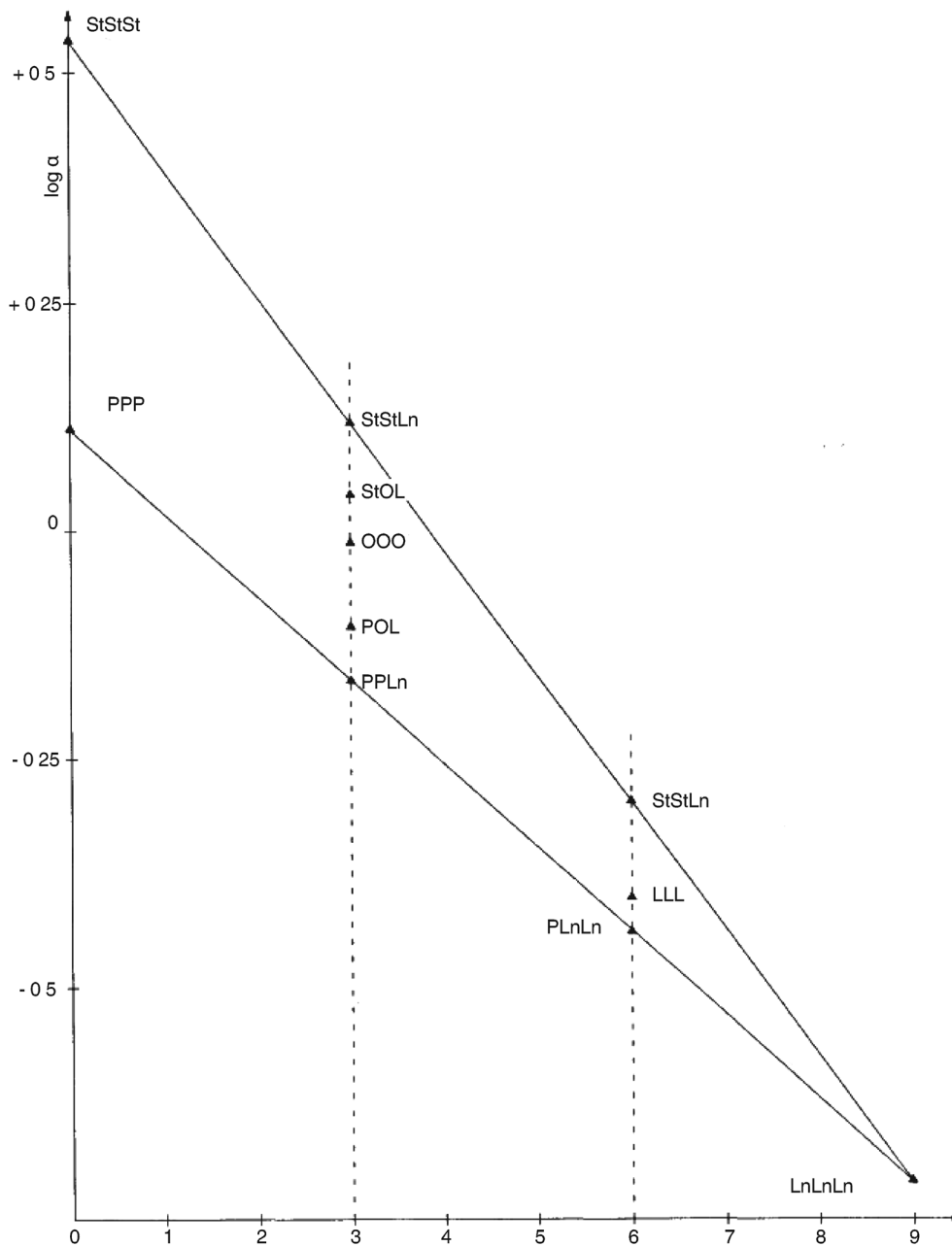
za použití sníženého retenčního času $RT^1 = RT - RT \text{ rozpouštědla}$.

Grafické vyjádření závislosti $\log \alpha$ na f (počtu dvojných vazeb) umožňuje určit retenční hodnoty všech triglyceridů mastných kyselin obsažených v referenčních triglyceridech – viz obrázek 1.

Poznámka 3 Účinnost kolony by měla umožnit jasné oddělení píku trilinoleinu od píků triglyceridů s blízkým retenčním časem RT . Eluce se zastaví po píku odpovídajícímu ECN 52.

Poznámka 4 Správnost měření ploch píků sledovaných v rámci tohoto stanovení je zajištěna, pokud druhý pík odpovídající ECN 50 je 50 % plného rozsahu záznamové stupnice.

Obrázek 1

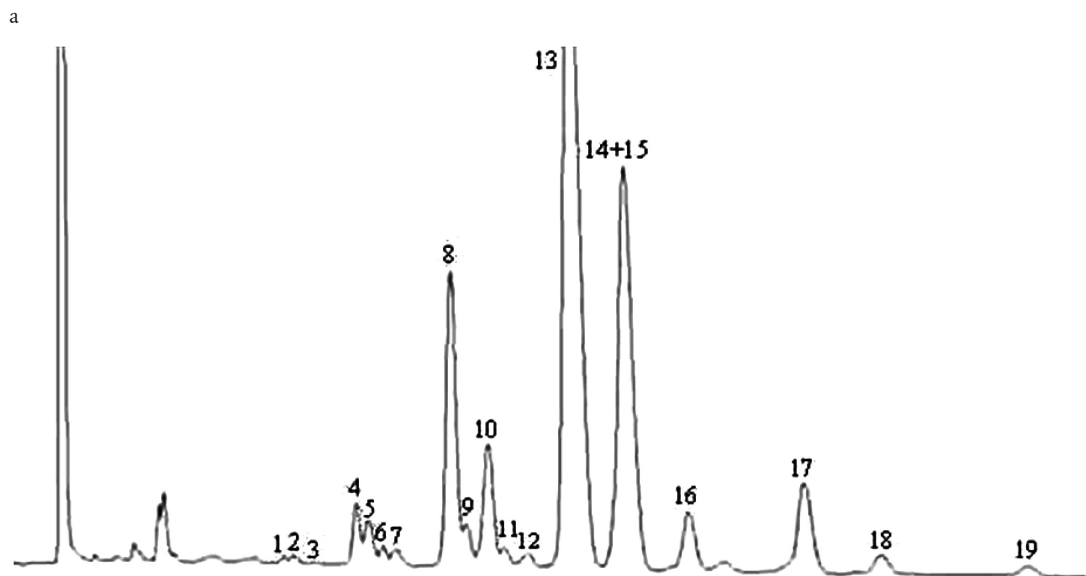
Graf závislosti $\log \alpha$ na f (počtu dvojných vazeb)

Počet dvojných vazeb

La: laurová kyselina; My: myristová kyselina; P: palmitová kyselina; S: stearová kyselina; O: olejová kyselina; L: linoleová kyselina; Ln: linolenová kyselina

Obrázek 2

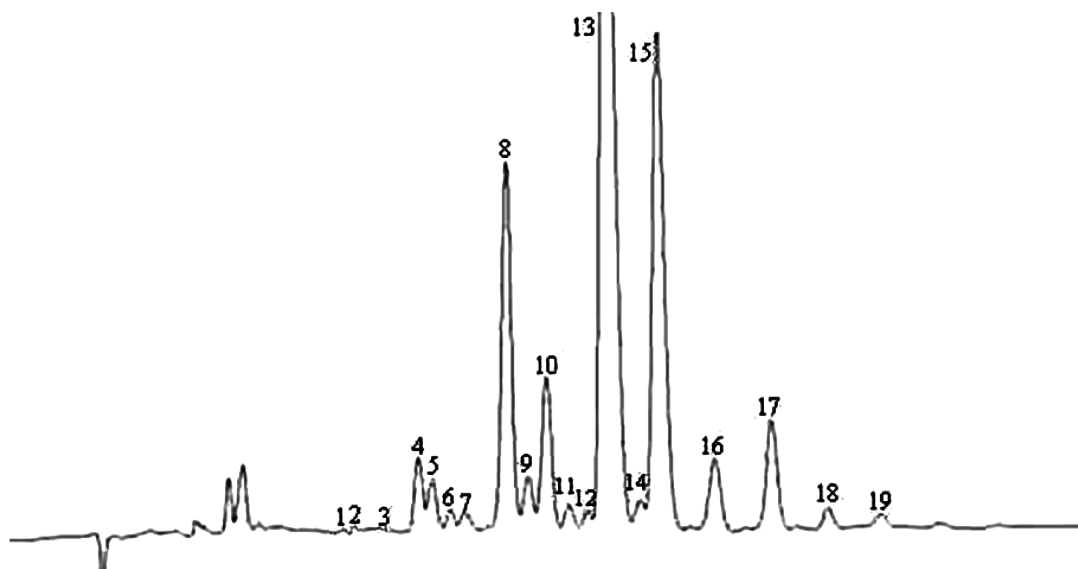
Olivový olej s nízkým obsahem linoleové kyseliny



Rozpouštědlo: aceton/acetonitril

Profil a: hlavní složky chromatografických píků: **ECN42**: (1) LLL + PoLL; (2) OLLn + PoOLn; (3) PLLn; **ECN44**: (4) OLL + PoOL; (5) OOLn + PLL; (6) POLn + PPOPo; (7) OOL + PoOO; **ECN46**: (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **ECN48**: (13) OOO + PoPP; (14 + 15) SOL + POO; (16) POP; **ECN50**: (17) SOO; (18) POS + SLS.

b

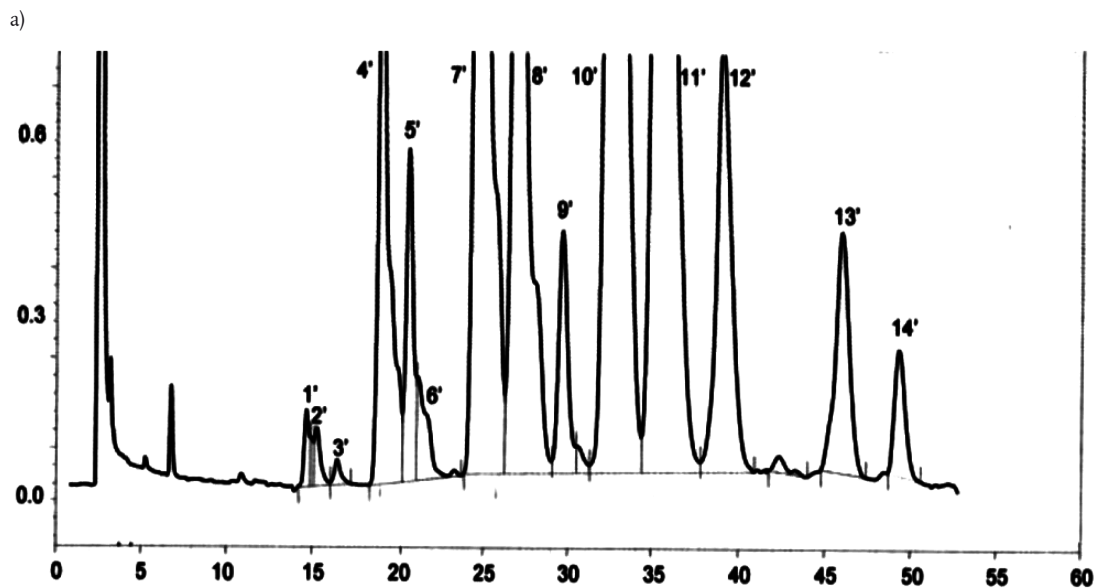


Rozpouštědlo: propionitril

Profil b: hlavní složky chromatografických píků: **ECN42**: (1) LLL; (2) OLLn + PoLL; (3) PLLn; **ECN44**: (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPOPo + PPOl; **ECN46**: (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **ECN48**: (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **ECN50**: (17) SOO; (18) POS + SLS.

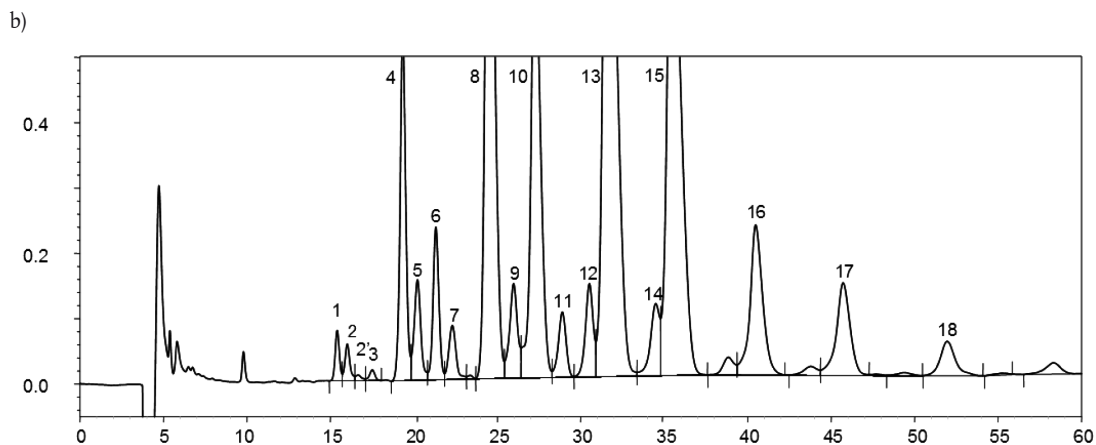
Obrázek 3

Olivový olej s vysokým obsahem linoleové kyseliny



Rozpouštědlo: aceton/acetonitril (50:50)

Profil a: hlavní složky chromatografických píků: **ECN42:** (1') LLL + PoLL; (2') OLLn + PoOLn; (3') PLLn; **ECN44:** (4') OLL + PoOL; (5') OOLn + PLL; (6') POLn + PPOPo; **ECN46:** (7') OOL + PoOO; (8') PLO + SLL + PoOP; (9') PLP + PoPP; **ECN48:** (10') OOO; (11') POO + SLL + PPO; (12') POP + PLS; **ECN50:** (13') SOO; (14') POS + SLS



Rozpouštědlo: propionitril

Profil b: hlavní složky chromatografických píků: **ECN42:** (1) LLL; (2 + 2') OLLn + PoLL; (3) PLLn; **ECN44:** (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPOPo + PPO; **ECN46:** (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; **ECN48:** (12) PLP; (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **ECN50:** (17) SOO; (18) POS + SLS; **ECN52:** (19) AOO.

Výsledky kontroly shody prováděné v odvětví olivového oleje uvedené v čl. 8 odst. 2

Vzorek	Kategorie	Země původu	Místo, kde byla inspekce provedena ⁽¹⁾	Označování						Chemické ukazatele			Organoleptické vlastnosti ⁽⁴⁾			Závěr		
				Oficiální název	Označení původu	Podmínky skladování	Chybné informace	Čitelnost	C/NC ⁽³⁾	Parametry mimo limity ANO/NE	Pokud ano, označte který (které) ⁽²⁾	C/NC ⁽³⁾	Medián závad	Medián znaku ovocná chuť a vůně	C/NC ⁽³⁾	Požadované opatření	Sankce	

(1) Vnitřní trh (lisovny, stáčírny, maloobchodní prodej), vývoz, dovoz.

(2) Všechny charakteristiky olivového oleje uvedené v příloze I musí mít kód.

(3) Odpovídá/neodpovídá.

(4) Není požadováno u olivového oleje a oleje z pokrutin.