

II

(Ikke-lovgivningsmæssige retsakter)

FORORDNINGER

KOMMISSIONENS FORORDNING (EU) Nr. 61/2011

af 24. januar 2011

om ændring af forordning (EØF) nr. 2568/91 om kendetegnene for olivenolie og olie af olivenpresserester og de i den forbindelse anvendte metoder

EUROPA-KOMMISSIONEN HAR —

under henvisning til traktaten om Den Europæiske Unions funktionsmåde,

under henvisning til Rådets forordning (EF) nr. 1234/2007 af 22. oktober 2007 om en fælles markedsordning for landbrugsprodukter og om særlige bestemmelser for visse landbrugsprodukter (fusionsmarkedsordningen) ⁽¹⁾, særlig artikel 113, stk. 1, litra a), og artikel 121, litra h), sammenholdt med artikel 4, og

ud fra følgende betragtninger:

- (1) Ved Kommissionens forordning (EF) nr. 2568/91 ⁽²⁾ fastsættes der fysiske og kemiske kendetegn for olivenolie og olie af olivenpresserester samt analysemetoder for disse kendetegn. Der er behov for ajourføring af metoderne og grænseværdierne for oliernes kendetegn på grundlag af udtalelser fra kemisk sagkyndige og i overensstemmelse med det arbejde, der udføres i Det Internationale Olivenolieråd.
- (2) Da de kemisk sagkyndige har konkluderet, at indholdet af fedtsyrethylestere (FAEE) og fedtsyremethylestere (FAME) kan bruges som parameter for kvaliteten af ekstra jomfruolie, er det derfor hensigtsmæssigt at indføje grænseværdier for disse estere og en metode til bestemmelse af indholdet af dem i forordningen.
- (3) For at give tid til tilpasningen til de nye krav og indførelsen af de nødvendige midler til anvendelse af dem og for ikke at skabe forstyrrelser i samhandelen bør de ændringer, der foretages ved denne forordning, anvendes fra den 1. april 2011. Af samme årsager bør det fastsættes, at olivenolie og olie af olivenpresserester, der er lovligt fremstillet og mærket i EU eller lovligt indført i EU og overgået til frit forbrug inden den dato, kan afsættes, indtil lagrene er opbrugt.

(4) Forordning (EF) nr. 2568/91 bør ændres i overensstemmelse hermed.

(5) Foranstaltningerne i denne forordning er i overensstemmelse med udtalelse fra Forvaltningskomitéen for den Fælles Markedsordning for Landbrugsprodukter —

VEDTAGET DENNE FORORDNING:

Artikel 1

I forordning (EØF) nr. 2568/91 foretages følgende ændringer:

- 1) I artikel 2, stk. 1, tilføjes følgende led:

»— til bestemmelse af indholdet af voks, fedtsyremethylestere og fedtsyrethylestere ved gaskromatografi på kapillarkolonne, metoden i bilag XX«
- 2) I bilagsresuméet tilføjes følgende punkt:

»Bilag XX: Metode til bestemmelse af indholdet af voks, fedtsyremethylestere og fedtsyrethylestere ved gaskromatografi på kapillarkolonne«
- 3) Bilag I erstattes af teksten i bilag I til nærværende forordning.
- 4) Der indsættes et nyt bilag XX, affattet som angivet i bilag II til denne forordning.

Artikel 2

Produkter, der er lovligt fremstillet og mærket i EU eller lovligt indført i EU og overgået til frit forbrug inden den 1. april 2011, kan afsættes, indtil lagrene er opbrugt.

⁽¹⁾ EUT L 299 af 16.11.2007, s. 1

⁽²⁾ EFT L 248 af 5.9.1991, s. 1

Artikel 3

Denne forordning træder i kraft på tredjedagen efter offentliggørelsen i *Den Europæiske Unions Tidende*.

Den anvendes fra den 1. april 2011.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i Bruxelles, den 24. januar 2011.

På Kommissionens vegne

José Manuel BARROSO

Formand

KENDETEGN FOR OLIVENOLIE

Kategori	Fedtsyremethylestere (FAME) og fedtsyreethylestere (FAEE)	Surhedsgrad (%) (*)	Peroxidtal mEq O ₂ /kg (*)	Voks mg/kg (**)	2-glycerylmonopalmitat (%)	Stigmastadien mg/kg ⁽¹⁾	Forskel mellem HPLC og ECN42, teoretisk beregnet	K ₂₃₂ (*)	K ₂₇₀ (*)	Delta-K (*)	Organoleptisk vurdering Median for mangler (Md) (*)	Organoleptisk vurdering Median for lugt og smag (Mf) (*)
1 Ekstra jomfruolie	Σ FAME + FAEE \leq 75 mg/kg eller 75 mg/kg < Σ FAME + FAEE \leq 150 mg/kg og (FAEE/FAME) \leq 1,5	\leq 0,8	\leq 20	\leq 250	\leq 0,9, hvis palmitinsyre i alt \leq 14 % \leq 1,0, hvis palmitinsyre i alt > 14 %	\leq 0,10	\leq 0,2	\leq 2,50	\leq 0,22	\leq 0,01	Md = 0	Mf > 0
2 Jomfruolie	—	\leq 2,0	\leq 20	\leq 250	\leq 0,9, hvis palmitinsyre i alt \leq 14 % \leq 1,0, hvis palmitinsyre i alt > 14 %	\leq 0,10	\leq 0,2	\leq 2,60	\leq 0,25	\leq 0,01	Md \leq 2,5	Mf > 0
3 Bomolie	—	> 2,0	—	\leq 300 ⁽³⁾	\leq 0,9, hvis palmitinsyre i alt \leq 14 % \leq 1,0, hvis palmitinsyre i alt > 14 %	\leq 0,50	\leq 0,3	—	—	—	Md > 2,5 ⁽²⁾	—
4 Raffineret olivenolie	—	\leq 0,3	\leq 5	\leq 350	\leq 0,9, hvis palmitinsyre i alt \leq 14 % \leq 1,0, hvis palmitinsyre i alt > 14 %	—	\leq 0,3	—	\leq 1,10	\leq 0,16	—	—
5 Olivenolie bestående af raffinerede olivenolier	—	\leq 1,0	\leq 15	\leq 350	\leq 0,9, hvis palmitinsyre i alt \leq 14 % \leq 1,0, hvis palmitinsyre i alt > 14 %	—	\leq 0,3	—	\leq 0,90	\leq 0,15	—	—
6 Rå olie af olivenpresserester	—	—	—	> 350 ⁽⁴⁾	\leq 1,4	—	\leq 0,6	—	—	—	—	—
7 Raffineret olie af olivenpresserester	—	\leq 0,3	\leq 5	> 350	\leq 1,4	—	\leq 0,5	—	\leq 2,00	\leq 0,20	—	—
8 Olie af olivenpresserester	—	\leq 1,0	\leq 15	> 350	\leq 1,2	—	\leq 0,5	—	\leq 1,70	\leq 0,18	—	—

(1) Summen af isomerer, der eventuelt kan adskilles på kapillarsøjle.

(2) Eller hvis medianen for mangler er 2,5 eller derunder, og medianen for lugt og smag er 0.

(3) Olier med et voksindhold på mellem 300 mg/kg og 350 mg/kg betragtes som bomolie, hvis det samlede indhold af alifatiske alkoholer er på 350 mg/kg eller derunder, eller hvis indholdet af erytrodiol og uvaol er på 3,5 % eller derunder.

(4) Olie med et voksindhold på mellem 300 mg/kg og 350 mg/kg betragtes som rå olie af olivenpresserester, hvis det samlede indhold af alifatiske alkoholer er på over 350 mg/kg, og hvis indholdet af erytrodiol og uvaol er på over 3,5 %.

Kategori	Fedtsyreindhold ⁽¹⁾						Summen af isomerer af trans-oliesyrer (%)	Summen af isomerer af trans-linolensyre og trans-linolensyre (%)	Sterolsammensætning						Steroler i alt (mg/kg)	Erythrodiol og uvaol (%) (**)
	Myristin (%)	Linolen (%)	Arachin (%)	Eicosan (%)	Behen (%)	Lignocerin (%)			Kolesterol (%)	Brassicasterol (%)	Campesterol (%)	Stigma-sterol (%)	Betasitosterol (%) ⁽²⁾	Delta-7-stigma-sterol (%)		
1 Ekstra jomfruolie	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
2 Jomfruolie	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
3 Bomolie	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,10	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5 ⁽³⁾
4 Raffineret olivenolie	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
5 Olivenolie, blandet	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
6 Rå olie af olivenpresserester	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 2 500	> 4,5 ⁽⁴⁾
7 Raffineret olie af olivenpresserester	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 800	> 4,5
8 Olie af olivenpresserester	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 600	> 4,5

⁽¹⁾ Indhold af andre fedtsyrer (%): palmitinsyre: 7,5 - 20,0; palmitolsyre: 0,3 - 3,5; heptadecansyre: ≤ 0,3; heptadecensyre: ≤ 0,3; stearinsyre: 0,5 - 5,0; oliesyre: 55,0 - 83,0; linolsyre: 3,5 - 21,0

⁽²⁾ Summen af: delta-5-23-stigmastadienol + clerosterol + beta-sitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5-24-stigmastadienol.

⁽³⁾ Olier med et voksindhold på mellem 300 mg/kg og 350 mg/kg betragtes som bomolie, hvis det samlede indhold af alifatiske alkoholer er på 350 mg/kg eller derunder, eller hvis indholdet af erythrodiol og uvaol er på 3,5 % eller derunder.

⁽⁴⁾ Olie med et voksindhold på mellem 300 mg/kg og 350 mg/kg betragtes som rå olie af olivenpresserester, hvis det samlede indhold af alifatiske alkoholer er på over 350 mg/kg, og hvis indholdet af erythrodiol og uvaol er på over 3,5 %.

Bemærkninger:

a) Analyseresultaterne skal anføres med lige så mange decimaler som dem, der er angivet for hvert kendetegn.

Sidste ciffer skal forhøjes med en enhed, hvis det følgende ciffer er større end 4.

b) Hvis de fastsatte grænseværdier overskrides for blot ét kendetegn, klassificeres olien i en anden kategori eller erklæres for ikke at opfylde renhedskravene.

c) Hvis et kvalitetskendetegn er mærket med en asterisk (*), betyder det:

— for bomolie, at de pågældende grænseværdier ikke alle skal være opfyldt samtidig

— for jomfruolie, at olien skal klassificeres i en anden kategori, hvis blot én af disse grænseværdier ikke er opfyldt, men at den fortsat skal klassificeres i en af kategorierne for jomfruolie.

d) Hvis et kvalitetskendetegn er mærket med to asterisker (**), betyder det, at for alle de pågældende olier af olivenpresserester behøver alle grænseværdier ikke være opfyldt samtidig.

BILAG II

»BILAG XX

Metode til bestemmelse af indholdet af voks, fedtsyremethylestere og fedtsyreethylestere ved gaskromatografi på kapillarkolonne

1. FORMÅL

Metodens formål er bestemmelse af indholdet af voks, fedtsyremethylestere og fedtsyreethylestere i olivenolie. De enkelte vokser og alkylestere adskilles efter antallet af kulstofatomer. Metoden anbefales som værktøj til at skelne mellem olivenolie og olie af olivenpresserester og som kvalitetsparameter for ekstra jomfruolie og dermed påvisning af ulovlig blanding af ekstra jomfruolie med olie af ringere kvalitet, uanset om det er jomfruolie, bomolie eller desodoriseret olie.

2. PRINCIP

Tilsætning af egnede interne standarder til olien og adskillelse ved kromatografi på silicagelkolonne. Opsamling af den fraktion, der elueres under prøvebetingelserne (og som har lavere polaritet end triacylglycerolerne), og direkte analyse ved gaskromatografi på kapillarkolonne.

3. APPARATUR

3.1. **Erlenmeyerkolbe, 25 ml**3.2. **Glaskolonne** til væskrokromatografi, indvendig diameter 15 mm, længde 30-40 cm, med hane3.3. **Gaskromatograf** til brug med kapillarkolonne og med et system til direkte indsprøjtning i kolonnen, bestående af følgende:3.3.1. **Termostatstyret kolonneovn med temperaturprogrammering**3.3.2. **Kold injektor** til direkte indsprøjtning i kolonnen3.3.3. **En flammeioniseringsdetektor og en konverter-forstærker**3.3.4. **Skriver/integrator** (anm. 1), der passer til konverter-forstærkeren (3.3.3), med responstid højst 1 sekund og variabel papirhastighed

Anmærkning 1: Der kan også benyttes computersystemer med direkte overførsel af data fra gaskromatografen til en pc.

3.3.5. **Kapillarkolonne af sintret kvarts (til analyse af vokser og methyl- og ethylestere)**, længde 8-12 m, indvendig diameter 0,25-0,32 mm, coatet indvendigt med væskefase (anm. 2) i en ensartet lagtykkelse på 0,10-0,30 µm

Anmærkning 2: Der er egnede væskefaser i handelen til dette formål, fx SE52 og SE54.

3.4. **Mikroinjektionssprøjte** på 10 µl, med hærdet kanyle, til direkte indsprøjtning i kolonnen3.5. **Elektrisk vibrator**3.6. **Rotationsfordamper**3.7. **Muffelovn**3.8. **Analysevægt** med en nøjagtighed på $\pm 0,1$ mg

3.9. Sædvanligt laboratorieglasudstyr

4. REAGENSER

4.1. **Silicagel** med kornstørrelse 60-200 µm. Silicagelen anbringes i ovnen ved 500 °C i mindst fire timer. Efter afkøling tilsættes der 2 % vand beregnet på silicagelmængden. Pulveret rystes omhyggeligt, til det er ensartet, og opbevares i eksikkator i mindst tolv timer inden brug.

4.2. **n-hexan** af kvalitet til kromatografering eller bestemmelse af restkoncentrationer (renheden kontrolleres)

ADVARSEL – Dampe kan antændes. Holdes væk fra varme, gnister og åben ild. Sørg for, at flasker altid er rigtigt lukket. Sørg for god udluftning under brugen. Undgå akkumulering af dampe, og fjern alle antændelseskilder såsom elvarmeapparater og elektrisk udstyr, der ikke er lavet af ikke brændbare materialer. Farligt ved indånding, da det kan forårsage skader på nerveceller. Undgå indånding af dampe. Brug om nødvendigt egnet åndedrætsværn. Undgå kontakt med øjne og hud.

4.3. **Ethylether, til kromatografering**

ADVARSEL – Meget brandfarligt og moderat giftigt. Hudirriterende. Farligt ved indånding. Kan forårsage øjenskader. Virkningerne kan indtræde med forsinkelse. Kan danne eksplosive peroxider. Dampe kan antændes. Holdes væk fra varme, gnister og åben ild. Sørg for, at flasker altid er rigtigt lukket. Sørg for god udluftning under brugen. Undgå akkumulering af dampe, og fjern alle antændelseskilder såsom elvarmeapparater og elektrisk udstyr, der ikke er lavet af ikkebrændbare materialer. Bør ikke inddampes til tørhed eller næsten tørhed. Dannelse af peroxider kan mindskes ved tilsætning af vand eller et passende reduktionsmiddel. Må ikke drikkes. Undgå indånding af dampe. Undgå længerevarende eller gentagen hudkontakt.

4.4. **n-heptan**, til kromatografering, eller **isooctan**

ADVARSEL – Brandfarligt. Farligt ved indånding. Holdes væk fra varme, gnister og åben ild. Sørg for, at flasker altid er rigtigt lukket. Sørg for god udluftning under brugen. Undgå indånding af dampe. Undgå længerevarende eller gentagen hudkontakt.

4.5. **Standardopløsning af laurylarachidat** (anm. 3), 0,05 % (m/v) i heptan (intern standard for voks).

Anmærkning 3: Der kan også bruges palmitylpalmitat, myristylstearat eller arachidylaurat.

4.6. **Standardopløsning af methylheptadecanoat, 0,02 % (m/v) i heptan (intern standard for methyl- og ethylestere)**

4.7. **Sudan 1 (1-phenylazo-2-naphthol)**

4.8. **Bæregas: hydrogen eller helium, ren, til gaskromatografi**

ADVARSEL

Hydrogen. Meget brandfarligt, under tryk. Holdes væk fra varme, gnister, åben ild og elektrisk udstyr, der ikke er lavet af ikkebrændbare materialer. Sørg for, at flaskens ventil er lukket, når den ikke er i brug. Benyt altid reduktionsventil. Reduktionsventilens fjeder skal udløses helt, inden ventilen på flasken åbnes. Stå ikke foran flaskens åbning, når ventilen åbnes. Sørg for god udluftning under brugen. Overfør ikke hydrogen fra en flaske til en anden. Bland ikke gasser i flasken. Sørg for, at flaskerne ikke kan vælte. Hold flasker afskærmet mod sollys og varme. Opbevares i ikkekorrosionsfremmende omgivelser. Brug ikke flasker, der er beskadiget eller mangler etiket.

Helium. Komprimeret gas under højt tryk. Gassen mindsker den mængde oxygen, der er til rådighed til vejtrækning. Hold flasken lukket. Sørg for god udluftning under brugen. Gå ikke ind i lagerrum, hvis de ikke har tilstrækkelig udluftning. Benyt altid reduktionsventil. Reduktionsventilens fjeder skal udløses helt, inden ventilen på flasken åbnes. Overfør ikke gas fra en flaske til en anden. Sørg for, at flaskerne ikke kan vælte. Stå ikke foran flaskens åbning, når ventilen åbnes. Hold flasker afskærmet mod sollys og varme. Opbevares i ikkekorrosionsfremmende omgivelser. Brug ikke flasker, der er beskadiget eller mangler etiket. Må ikke indåndes. Kun til teknisk brug.

4.9. Hjelpegasser:

— hydrogen, ren, til gaskromatografi

— luft, ren, til gaskromatografi.

ADVARSEL

Luft. Komprimeret gas under højt tryk. Bruges med forsigtighed, når der er brændbare stoffer til stede, da de fleste organiske forbindelser har en betydeligt lavere selvantændelsestemperatur i luft under højt tryk. Sørg for, at flaskens ventil er lukket, når den ikke er i brug. Benyt altid reduktionsventil. Reduktionsventilens fjeder skal udløses helt, inden ventilen på flasken åbnes. Stå ikke foran flaskens åbning, når ventilen åbnes. Overfør ikke gas fra en flaske til en anden. Bland ikke gasser i flasken. Sørg for, at flaskerne ikke kan vælte. Hold flasker afskærmet mod sollys og varme. Opbevares i ikkekorrosionsfremmende omgivelser. Brug ikke flasker, der er beskadede eller mangler etiket. Luft til teknisk brug må ikke anvendes til inhalations- og respirationsapparater.

5. FREMGANGSMÅDE

5.1. Fremstilling af kromatografikolonnen

15 g silicagel (4.1) opslæmmes i n-hexan (4.2) og hældes i kolonnen (3.2). Når kolonnematerialet har sat sig ved henstand, pakkes det yderligere ved hjælp af en el-vibrator (3.5) for at opnå større homogenitet. Der elueres med 30 ml n-hexan for at fjerne eventuelle urenheder. På analysevægten (3.8) afvejes ca. 500 mg af prøven nøjagtigt i en 25 ml kolbe (3.1), og der tilsættes en mængde intern standard (4.5) svarende til det formodede voksindhold, eksempelvis 0,1 mg laurylarachidat til olivenolie og 0,25-0,50 mg til olie af olivenpresserester og 0,05 mg methylheptadecanoat til olivenolier (4.6).

Den tilberedte prøve overføres til kromatografikolonnen ved hjælp af to portioner n-hexan (4.2) a 2 ml.

Der aftappes opløsningsmiddel, indtil væskeoverfladen står 1 mm over kolonnematerialet. Der elueres yderligere med n-hexan/ethylether (99:1) og opsamles 220 ml eluat med en hastighed på ca. 15 dråber pr. 10 sekunder. **(Denne fraktion indeholder methyl- og ethylestrene og vokserne).** (Anm. 4) (Anm. 5).

Anmærkning 4: n-hexan/ethylether-blandingen (99:1) skal friskfremstilles hver dag.

Anmærkning 5: Korrekt eluering af vokserne kan kontrolleres visuelt ved, at der til prøveopløsningen tilsættes 100 µl 1 % Sudan 1 i elueringsvæske.

Farvestoffet har en retentionstid mellem vokser og triglycerider, så når farven har nået bunden af kolonnen, skal elueringen standses, eftersom al voks da er elueret.

Den derved fremkomne fraktion inddampes i en rotationsfordamper, indtil opløsningsmidlet næsten helt er forsvundet. De sidste 2 ml fjernes ved hjælp af en svag nitrogenstrøm. Den opsamlede fraktion, der indeholder methyl- og ethylestrene, fortyndes med 2-4 ml n-heptan eller isoocctan.

5.2. Gaskromatografisk analyse

5.2.1. Indledende procedure

Kolonnen påmonteres gaskromatografen (3.3), idet den ene ende forbindes med injektionssystemet og den anden ende med detektoren. Gaskromatografen kontrolleres (gasledningerne, detektors og skrivervs ydeevne, m.v.).

Hvis kolonnen ikke har været benyttet før, kan det anbefales at konditionere den. En svag gasstrøm ledes gennem kolonnen, hvorefter gaskromatografen sættes i gang. Der opvarmes gradvis til 350 °C over en periode på ca. fire timer.

Denne temperatur holdes i mindst to timer, hvorefter apparatet indstilles til arbejdsbetingelserne (gasstrømmen indstilles, der tændes for flammen, den elektroniske skriver (3.3.4) tilsluttes, kolonneovnsens temperatur indstilles, detektoren indstilles osv.). Signalet registreres med en følsomhed på mindst det dobbelte af den, der kræves ved analysen. Basislinjen bør være lineær uden nogen form for toppe og må ikke drive.

Negativ lineær drift tyder på utætheder i kolonneforbindelserne, mens positiv drift er tegn på utilstrækkelig konditionering af kolonnen.

5.2.2. Valg af arbejdsbetingelser for vokser og methyl- og ethylestere (Anm. 6)

Arbejdsbetingelserne er normalt som følger:

— Kolonnetemperatur:

20 °C/min 5 °C/min

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

— Detektortemperatur: 350 °C

— Indsprøjet mængde: 1 µl af opløsningen i (2-4 ml) n-heptan

— Bæregas: helium eller hydrogen med den for den valgte gas optimale lineære hastighed (se tillæg A)

— Instrumentfølsomhed: passende til opfyldelse af ovenstående krav.

Anmærkning 6: På grund af den høje sluttemperatur, tillades der en positiv drift på op til 10 % af fuldt udslag.

Disse betingelser kan ændres alt efter kolonnens og gaskromatografens karakteristika, så man opnår adskillelse af alle vokser og methyl- og ethylestere af fedtsyrer, en tilfredsstillende opløsning af toppene (se figur 2, 3 og 4) og en retentionstid for den interne standard laurylarachidat på 18 ± 3 minutter. Voksernes mest repræsentative top skal måle mindst 60 % af fuldt udslag, mens den interne standard for methyl- og ethylestrene, methylheptadecanoat, skal give fuldt udslag.

Parametrene for toppenes integration fastlægges på en sådan måde, at de relevante toppes arealer vurderes korrekt.

5.3. Udførelse af analysen

Der suges 10 µl af opløsningen op i 10 µl-mikrosprøjten, og stemplet trækkes tilbage, indtil kanylen er tom. Kanylen stikkes ind i injektionssystemet, og der indsprøjtes hurtigt efter 1-2 sekunder. Efter ca. 5 sekunder trækkes kanylen forsigtigt ud.

Registreringen fortsættes, indtil alle vokser eller stigmastadiener er helt elueret, afhængigt af, hvilken fraktion der analyseres.

Basislinjen skal hele tiden opfylde de fastsatte betingelser.

5.4. Identifikation af toppene

Toppene identificeres ud fra retentionstiderne, idet de sammenlignes med blandinger af vokser med kendte retentionstider, der er analyseret under samme betingelser. Alkylestrene identificeres ud fra blandinger af methyl- og ethylestre af de vigtigste fedtsyrer i olivenolie (palmitinsyre og oliesyre).

Figur 1 viser et kromatogram af vokser fra jomfruolie. Figur 2 og 3 viser kromatogrammer af to ekstra jomfruolier fra detailhandelen, den ene indeholdende methyl- og ethylestre, den anden ikke. Figur 4 viser kromatogrammerne af en ekstra jomfruolie af bedste kvalitet og af samme olie, hvortil der er tilsat 20 % desodoriseret olie.

5.5. Kvantitativ analyse af vokserne

Arealerne af toppene for den interne standard laurylarachidat og for de alifatiske C₄₀- til C₄₆- estere bestemmes ved hjælp af integratoren.

Det samlede voksindhold bestemmes som summen af de enkelte vokser i mg/kg fedtstof efter formelen:

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

hvor:

A_x = arealet af toppen for den enkelte ester i computerenheder

A_s = arealet af toppen for den interne standard laurylarachidat i computerenheder

m_s = massen af tilsat intern standard laurylarachidat i milligram

m = massen af den prøve, der bruges til bestemmelsen, i gram.

5.5.1. Kvantitativ analyse af methyl- og ethylestere

Arealerne af toppene for den interne standard methylheptadecanoat, methylestrene af C₁₆- og C₁₈-fedtsyrerne og ethylestrene af C₁₆- og C₁₈-fedtsyrerne bestemmes ved hjælp af integratoren.

Indholdet af den enkelte alkylester bestemmes i mg/kg fedtstof efter formelen:

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

hvor:

A_x = arealet af toppen for den enkelte C₁₆- og C₁₈-ester i computerenheder

A_s = arealet af toppen for den interne standard methylheptadecanoat i computerenheder

m_s = massen af tilsat intern standard methylheptadecanoat i milligram

m = massen af den prøve, der bruges til bestemmelsen, i gram.

6. ANGIVELSE AF RESULTATER

Summen af indholdet af de forskellige C₄₀- til C₄₆-vokser (Anm. 7) angives i mg pr. kg fedtstof (ppm).

Summen af indholdet af henholdsvis C₁₆- til C₁₈-methylestere og -ethylestere angives samt de to summer tilsammen.

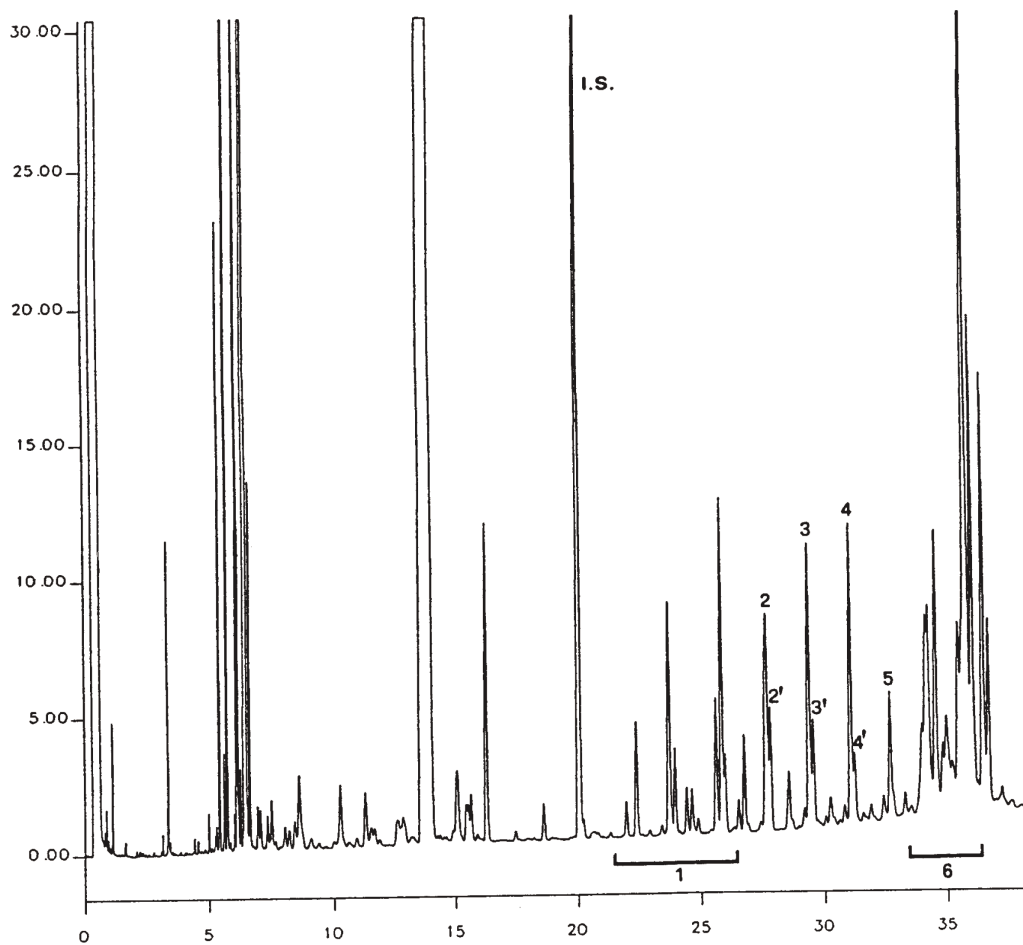
Resultaterne angives i nærmeste hele mg/kg.

Anmærkning 7: De bestanddele, der skal bestemmes kvantitativt, er dem med et lige antal kulstofatomer blandt C₄₀- til C₄₆-estrene, jf. eksemplet på et kromatogram af vokser i olivenolie i nedenstående figur. Hvis C₄₆-esteren giver en dobbelt top, tilrådes det med henblik på identifikation at analysere voksfraktionen fra en olie af olivenpresserester, hvor C₄₆-toppen tydeligt kan skelnes, da den er langt den største.

Forholdet mellem ethylestere og methylestere angives.

Figur 1

Eksempel på et gaskromatogram af voksfraktionen fra en olivenolie (*)



Signaturer:

Toppe med en retentionsid mellem 5 og 8 minutter større end fedtsyremethylestere og -ethylestere.

I.S. = laurylarachidat

1 = diterpenestere

2+2' = C₄₀-estere

3+3' = C₄₂-estere

4+4' = C₄₄-estere

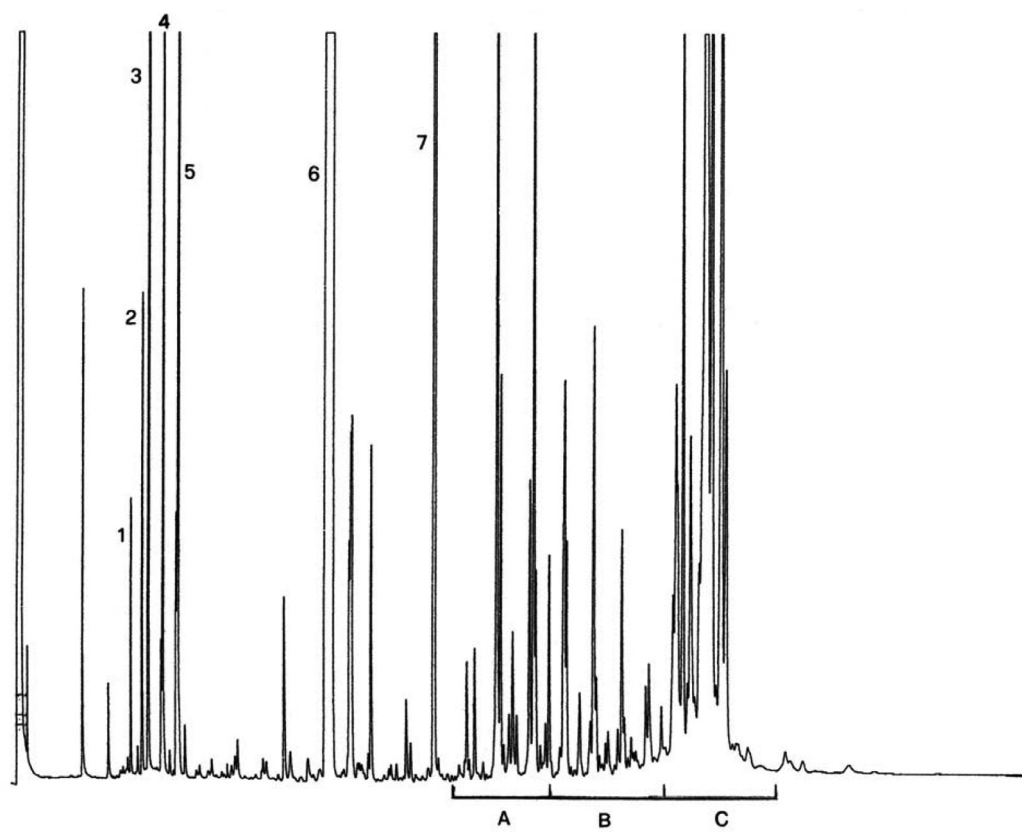
5 = C₄₆-estere

6 = sterolestere og triterpenalkoholer.

(*) Efter eluering af sterolestrene må kromatogrammet ikke have nogen betydende toppe (triacylglyceroler).

Figur 2

Methylestere, ethylestere og vokser i en jomfruolie



Signaturer:

1 – methyl-C₁₆

2 – ethyl-C₁₆

3 – methylheptadecanoat, I.S.

4 – methyl-C₁₈

5 – ethyl-C₁₈

6 – Squalene

7 – laurylarachidat, I.S.

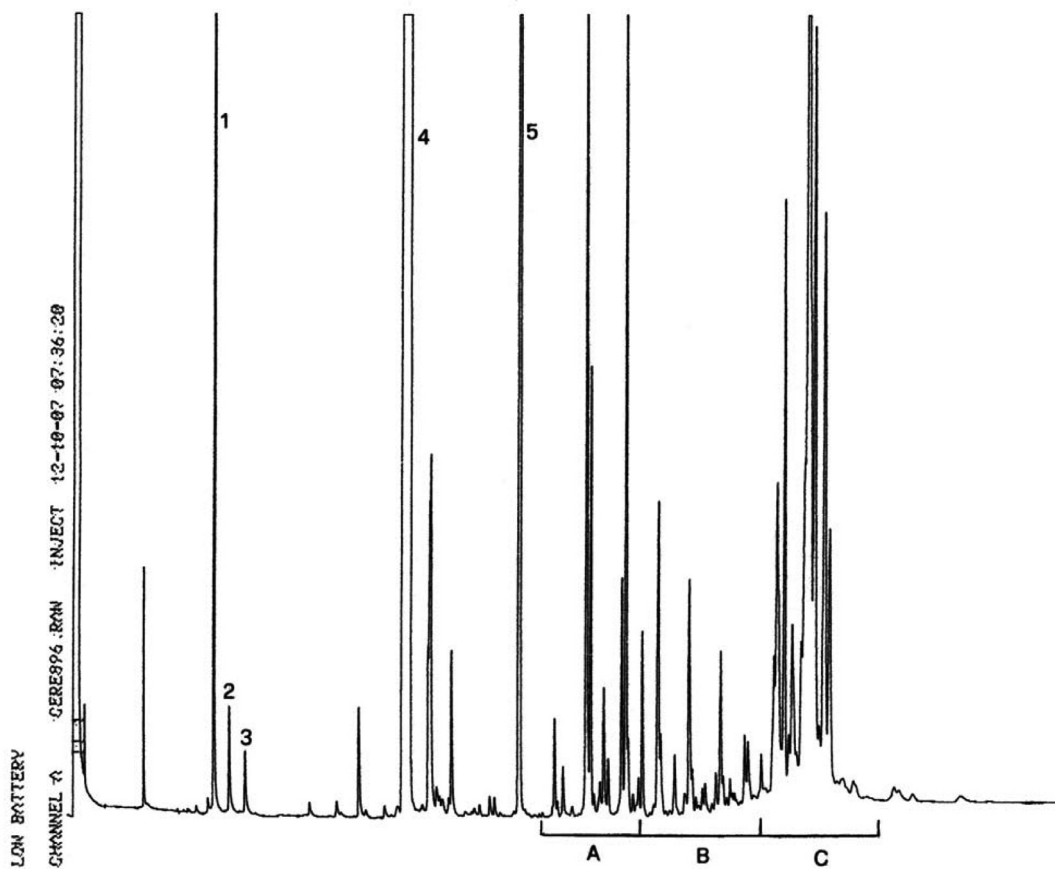
A – diterpenestere

B – vokser

C – sterolestere og triterpenalkoholer

Figur 3

Methylestere, ethylestere og vokser i en ekstra jomfruolie



Signaturer:

1 – methylheptadecanoat, I.S.

2 – methyl-C₁₈

3 – ethyl-C₁₈

4 – squalen

5 – laurylarachidat, I.S.

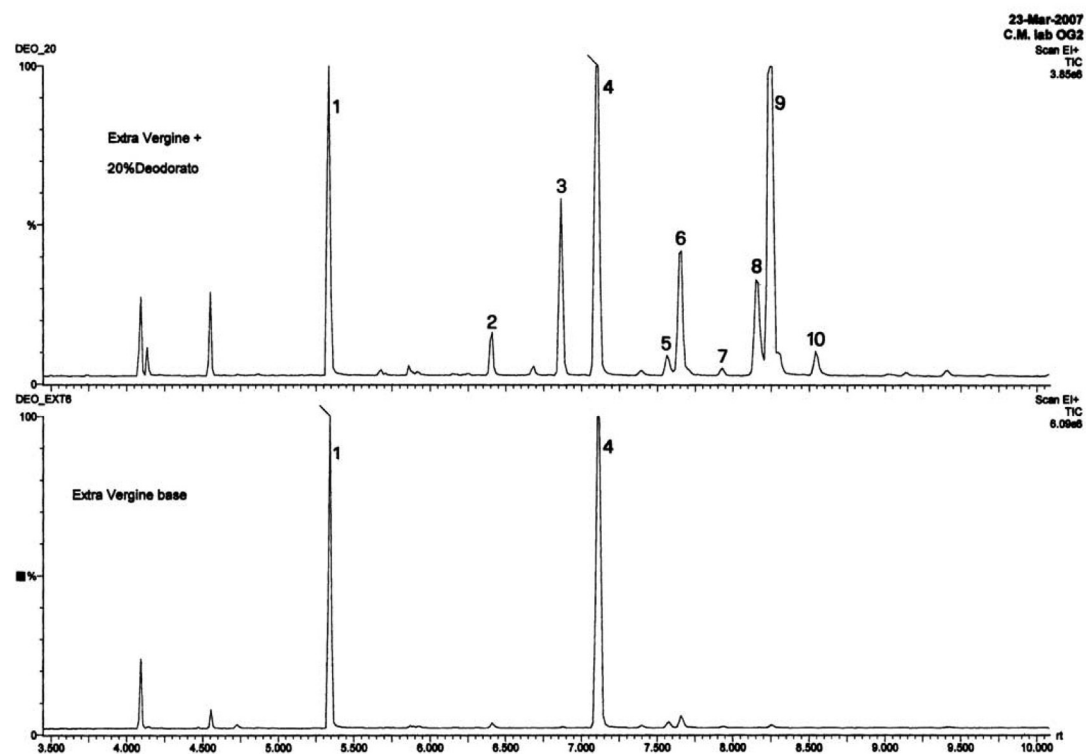
A – diterpenestere

B – vokser

C – sterolestere og triterpenalkoholer

Figur 4

Udsnit af kromatogrammer af en ekstra jomfruolie og af samme olie, hvortil der er tilsat desodoriseret olie



Signaturer:

- 1 – methylmyristat, I.S.
- 2 – methylpalmitat
- 3 – ethylpalmitat
- 4 – methylheptadecanoat, I.S.
- 5 – methylolinoleat
- 6 – methyloleat
- 7 – methylstearat
- 8 – ethyllinoleat
- 9 – ethyloleat
- 10 – ethylsteara

*Tillæg A***Bestemmelse af gassens lineære hastighed**

Der indsprøjtes 1-3 µl methan (eller propan) i gaskromatografen, efter at den er indstillet til normale arbejdsbetingelser. Den tid, som det tager gassen at strømme gennem kolonnen fra det øjeblik, den indsprøjtes, til toppen viser sig, måles (t_M).

Den lineære hastighed i cm/s er givet ved L/t_M , hvor L er søjlens længde i cm, og t_M er den målte tid i sekunder.»
