

## KOMMISSIONENS GENNEMFØRELSESFORORDNING (EU) Nr. 1348/2013

af 16. december 2013

## 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/EF af 22. oktober 2007 om en fælles markedsordning for landbrugsprodukter og om særlige bestemmelser for visse landbrugsprodukter (fusionsmarkedsordningen) <sup>(1)</sup>, særlig artikel 113, stk. 1, litra a), og artikel 121, stk. 1, litra a) og h), sammenholdt med artikel 4, og

ud fra følgende betragtninger:

- (1) Ved Kommissionens forordning (EF) nr. 2568/91 <sup>(2)</sup> fastsættes der kemiske og organoleptiske kendetegn for olivenolie og olie af olivenpresserester samt metoder til bedømmelse af 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 (IOC).
- (2) For at sikre gennemførelsen på EU-plan af de seneste internationale standarder, der er fastsat i IOC, bør visse analysemetoder og visse grænseværdier for olivenoliernes kendetegn, der er fastsat i forordning (EØF) nr. 2568/91, ajourføres.
- (3) Grænseværdierne for stigmastadiener, vokser, myristinsyre og alkylestere af fedtsyrer bør derfor tilpasses, og nogle beslutningsskemaer til kontrol af, om en olivenoliveprøve svarer til den anmeldte kategori, bør ændres i overensstemmelse hermed. Beslutningsskemaer for campesterol og delta-7-stigmastenol bør ledsages af mere begrænsende parametre for at fremme handelen og for at sikre ægtheden af den olie, der sælges, af hensyn til forbrugerbeskyttelsen. Den metode, der anvendes til analyse af sammensætning og indhold af steroler og til bestemmelse af indhold af erytrodiol og uvaol, bør erstattes af en mere pålidelig metode, som også omfatter triterpenalkoholer. Det er også hensigtsmæssigt at revidere den organoleptiske bedømmelse af olivenolie og at indføre en metode, der muliggør påvisning af fremmede vegetabiliske olier i olivenolie.
- (4) På baggrund af udviklingen i procedurerne for kontrol med, at olier overholder normerne, bør metoden til udtagning af prøver af olivenolie og olie af olivenpresserester tilpasses i overensstemmelse hermed.
- (5) Forordning (EØF) nr. 2568/91 bør derfor ændres i overensstemmelse hermed.
- (6) For at give tid til tilpasningen til de nye regler 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. marts 2014. 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.
- (7) 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) Artikel 2 affattes således:

## "Artikel 2

1. Bestemmelsen af kendetegnene for de i bilag I fastsatte olier sker ved hjælp af følgende analysemetoder:

- a) til bestemmelse af indholdet af frie fedtsyrer, beregnet som oliesyre, metoden i bilag II
- b) til bestemmelse af peroxidallet, metoden i bilag III
- c) til bestemmelse af voksindhold, metoden i bilag IV
- d) til bestemmelse af sammensætningen og indholdet af steroler og triterpenalkoholer ved gaskromatografi på kapillarsøjle, metoden i bilag V
- e) til bestemmelse af det procentvise indhold af 2-glycerylmonopalmitat, metoden i bilag VII
- f) til den spektrofotometriske undersøgelse, metoden i bilag IX
- g) til bestemmelse af fedtsyrenes sammensætning, metoden i bilag X A og X B
- h) til bestemmelse af indholdet af flygtige halogenerede opløsningsmidler, metoden i bilag XI

<sup>(1)</sup> EFT L 299 af 16.11.2007, s. 1.

<sup>(2)</sup> Kommissionens forordning (EØF) nr. 2568/91 af 11. juli 1991 om kendetegnene for olivenolie og olie af olivenpresserester og de i den forbindelse anvendte metoder (EFT L 248 af 5.9.1991, s. 1).

- i) til bedømmelse af jomfruolies organoleptiske kendetegn, metoden i bilag XII
- j) til bestemmelse af indholdet af stigmastadiener, metoden i bilag XVII
- k) til bestemmelse af indholdet af ECN42-holdige triglycider, metoden i bilag XVIII
- l) til bestemmelse af indholdet af alifatiske alkoholer, metoden i bilag XIX
- m) til bestemmelse af indholdet af voks, fedtsyremethylestere og fedtsyrethylestere, metoden i bilag XX.

Med henblik på påvisning af fremmede vegetabiliske olier i olivenolie, anvendes den analysemetode, der er anført i bilag XXa.

2. Den kontrol, som de nationale myndigheder eller deres repræsentanter foretager af de organoleptiske kendetegn for jomfruolie, gennemføres af paneler af smagere, som medlemsstaterne har godkendt.

De organoleptiske kendetegn for en i første afsnit omhandlet olivenolie anses for at stemme overens med den anmeldte type olivenolie, hvis et af den pågældende medlemsstat godkendt panel bekræfter klassifikationen i den henseende.

Hvis panelet ikke bekræfter den anmeldte kategori med hensyn til de organoleptiske kendetegn, lader de nationale myndigheder eller deres repræsentanter på den berørte parts anmodning straks foretage to kontrolanalyser, som udføres af andre godkendte paneler, og hvoraf mindst den ene udføres af et panel, der er godkendt af den pågældende producentmedlemsstat. De pågældende kendetegn anses for at stemme overens med dem, der er anmeldt, hvis de to kontrolanalyser bekræfter den anmeldte klassifikation. I modsat fald pålægges kontrolanalyseudgifterne den berørte part, uden at dette foregriber anvendelsen af sanktioner.

3. Hvad angår de nationale myndigheders eller deres repræsentanters kontrol af oliens kendetegn som omhandlet i stk. 1 udtages der prøver efter de internationale standarder EN ISO 661 og EN ISO 5555 for forberedelse af prøver til forsøg og prøveudtagning. Uanset punkt 6.8 i standard EN ISO 5555 udtages prøverne i henhold til bilag Ia til denne forordning for partier af den nævnte olie i umiddelbare emballager. I tilfælde af bulkolier, hvor prøveudtagningen ikke kan foretages i henhold til EN ISO 5555, gennemføres

prøveudtagningen i overensstemmelse med de retningslinjer, der udstedes af medlemsstatens kompetente myndighed.

Med forbehold af bestemmelserne i standard EN ISO 5555 og kapitel 6 i standard EN ISO 661 beskyttes de udtagne prøver straks mod lys og stræk varme og sendes til laboratoriet til analyse senest den femte arbejdsdag efter udtagningsdage, i modsat fald skal prøverne opbevares på en sådan måde, at de ikke bliver ødelagt eller beskadiget under transporten eller opbevaringen, før de sendes til laboratoriet.

4. Med hensyn til kontrollen i stk. 3 foretages analyserne i bilag II, III, IX, XII og XX samt eventuelle kontrolanalyser, der er fastsat ved national lov, inden datoen for mindste holdbarhed, når der er tale om emballerede produkter. Ved prøveudtagning af bulkolier foretages analyserne senest den sytten måned efter den måned, hvor prøven er udtaget.

Der gælder ingen frister for de øvrige analyser, som er fastsat ved nærværende forordning.

Svarer analyseresultaterne ikke til kendetegnene for den anmeldte kategori olivenolie eller olie af olivenpresserester, underrettes den pågældende herom senest en måned inden udløbet af fristen i første afsnit, undtagen hvis prøveudtagningen fandt sted mindre end to måneder inden datoen for mindste holdbarhed.

5. Til bestemmelse af olivenoliernes kendetegn efter metoderne omhandlet i stk. 1, første afsnit, sammenlignes analyseresultaterne direkte med de i denne forordning fastsatte grænseværdier."

- (2) Bilag I erstattes af teksten i bilag I til denne forordning.
- (3) Bilag Ia erstattes af teksten i bilag II til denne forordning.
- (4) Bilag Ib erstattes af teksten i bilag III til denne forordning.
- (5) Bilag V erstattes af teksten i bilag IV til denne forordning.
- (6) Bilag VI udgår.
- (7) Bilag XII affattes som angivet i bilag V til denne forordning.
- (8) Bilag XXa, der affattes som angivet i bilag VI til denne forordning, indsættes efter bilag XX.

#### Artikel 2

Produkter, der er lovligt fremstillet og mærket i EU eller lovligt indført i EU og overgået til frit forbrug inden den 1. marts 2014, kan afsættes, indtil lagrene er opbrugt.

*Artikel 3*

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

Den anvendes fra den 1. marts 2014.

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

Udfærdiget i Bruxelles, den 16. december 2013.

*På Kommissionens vegne*

José Manuel BARROSO

*Formand*

---

## KENDETEGN FOR OLIVENOLIE

Kategori	Fedtsyreethylestere (FAEE) mg/kg (*)	Syreindhold (%) (*)	Peroxidtal mEq O <sub>2</sub> /kg (*)	Voks mg/kg (**)	2-glycerilmonopalmitat (%)	Stigmastadiener <sup>(1)</sup>	Forskel mellem ECN42 (HPLC) og ECN42 <sup>(2)</sup> (teoretisk beregnet)	K <sub>232</sub> (*)	K <sub>268</sub> eller K <sub>270</sub> (*)	Delta-K (*)	Organoleptisk vurdering Median for mangler (Md) (*)	Organoleptisk vurdering Median for egenskaben frugtagtig (Mf) (*)
1. Ekstra jomfruolie	FAEE ≤ 40 (2013-2014 produktionsår) <sup>(3)</sup> FAEE ≤ 35 (2014-2015 produktionsår) FAEE ≤ 30 (efter 2015 produktionsår)	≤ 0,8	≤ 20	C <sub>42</sub> + C <sub>44</sub> + C <sub>46</sub> ≤ 150	≤ 0,9, hvis palmitinsyre i alt ≤ 14 %	≤ 0,05	≤  0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
					≤ 1,0 hvis palmitinsyre i alt > 14 %							
2. Jomfruolie	—	≤ 2,0	≤ 20	C <sub>42</sub> + C <sub>44</sub> + C <sub>46</sub> ≤ 150	≤ 0,9, hvis palmitinsyre i alt ≤ 14 %	≤ 0,05	≤  0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
					≤ 1,0, hvis palmitinsyre i alt > 14 %							
3. Bomolie	—	> 2,0	—	C <sub>40</sub> + C <sub>42</sub> + C <sub>44</sub> + C <sub>46</sub> ≤ 300 <sup>(4)</sup>	≤ 0,9 hvis palmitinsyre i alt ≤ 14 %	≤ 0,50	≤  0,3	—	—	—	Md > 3,5 <sup>(5)</sup>	—
					≤ 1,1, hvis palmitinsyre i alt > 14 %							
4. Raffineret olivenolie	—	≤ 0,3	≤ 5	C <sub>40</sub> + C <sub>42</sub> + C <sub>44</sub> + C <sub>46</sub> ≤ 350	≤ 0,9 hvis palmitinsyre i alt ≤ 14 %	—	≤  0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
					≤ 1,1, hvis palmitinsyre i alt > 14 %							

Kategori	Fedtsyrethylestere (FAEE) mg/kg (*)	Syreindhold (%) (*)	Peroxidtal mEq O <sub>2</sub> /kg (*)	Voks mg/kg (**)	2-glycerylmonopalmittat (%)	Stigmastadiener (1)	Forskel mellem ECN42 (HPLC) og ECN42 (2) (teoretisk beregnet)	K <sub>232</sub> (*)	K <sub>268</sub> eller K <sub>270</sub> (*)	Delta-K (*)	Organoleptisk vurdering Median for mangler (Md) (*)	Organoleptisk vurdering Median for egenskaben frugtagtig (Mf) (*)
5. Olivenolie bestående af raffinerede olivenolier og jomfruolier	—	≤ 1,0	≤ 15	C <sub>40</sub> + C <sub>42</sub> + C <sub>44</sub> + C <sub>46</sub> ≤ 350	≤ 0,9 hvis palmitinsyre i alt ≤ 14 %	—	≤  0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
					≤ 1,0, hvis palmitinsyre i alt > 14 %							
6. Rå olie af olivenpresserester	—	—	—	C <sub>40</sub> + C <sub>42</sub> + C <sub>44</sub> + C <sub>46</sub> > 350 (6)	≤ 1,4	—	≤  0,6	—	—	—	—	—
7. Raffineret olie af olivenpresserester	—	≤ 0,3	≤ 5	C <sub>40</sub> + C <sub>42</sub> + C <sub>44</sub> + C <sub>46</sub> > 350	≤ 1,4	—	≤  0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8. Olie af olivenpresserester	—	≤ 1,0	≤ 15	C <sub>40</sub> + C <sub>42</sub> + C <sub>44</sub> + C <sub>46</sub> > 350	≤ 1,2	—	≤  0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

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

(2) Olivenolien skal være i overensstemmelse med den metode, der er fastsat i bilag XXa.

(3) Denne grænse gælder for olivenolier, der produceres fra den 1. marts 2014

(4) 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.

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

(6) 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 %.

Kategori	Fedtsyresammensætning (1)						Summen af isomerer af transoliesyre (%)	Summen af translinolsyre og isomerer af translinolensyre (%)	Sterolsammensætning					Steroler i alt (mg/kg)	Erythrodiol og uvaol (%) (**)	
	Myristin (%)	Linolen (%)	Arachin (%)	Eicosan (%)	Behen (%)	Lignocerin (%)			Kolesterol (%)	Brassicasterol (%)	Campesterol (2) (%)	Stigmasterol (%)	App beta-sitosterol (3) (%)			Delta-7-stigmastanol (2) (%)
1. Ekstra jomfruolie	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
2. Jomfruolie	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
3. Bomolie	≤ 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. Raffineret olivenolie	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5

Kategori	Fedtsyresammensætning <sup>(1)</sup>						Summen af isomerer af trans-oliesyre (%)	Summen af trans-linolsyre og isomerer af trans-linolensyre (%)	Sterolsammensætning						Steroler i alt (mg/kg)	Erytrodiol og uvaol (%) (**)
	Myristin (%)	Linolen (%)	Arachin (%)	Eicosan (%)	Behen (%)	Lignocerin (%)			Kolesterol (%)	Brassicasterol (%)	Campesterol <sup>(2)</sup> (%)	Stigmasterol (%)	App beta-sitosterol <sup>(3)</sup> (%)	Delta-7-stigmastienol <sup>(2)</sup> (%)		
5. Olivenolie bestående af raffinerede olivenolier og jomfruolier	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
6. Rå olie af olivenpresserester	≤ 0,03	≤ 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 <sup>(5)</sup>
7. Raffineret olie af olivenpresserester	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,30	≤ 0,20	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 800	> 4,5
8. Olie af olivenpresserester	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,30	≤ 0,20	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 600	> 4,5

<sup>(1)</sup> Indhold af andre fedtsyrer (%): palmitinsyre: 7,50-20,00, palmitolsyre: 0,30-3,50, heptadecansyre: ≤ 0,30, heptadecensyre: ≤ 0,30, stearinsyre: 0,50-5,00, oliesyre: 55,00-83,00, linolsyre: 3,50-21,00.

<sup>(2)</sup> Se tillægget til dette bilag..

<sup>(3)</sup> App β-sitosterol: Delta-5,23-stigmastadienol + clerosterol + beta-sitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5-24-stigmastadienol.

<sup>(4)</sup> 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.to 3,5 %.

<sup>(5)</sup> Olier 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 %.

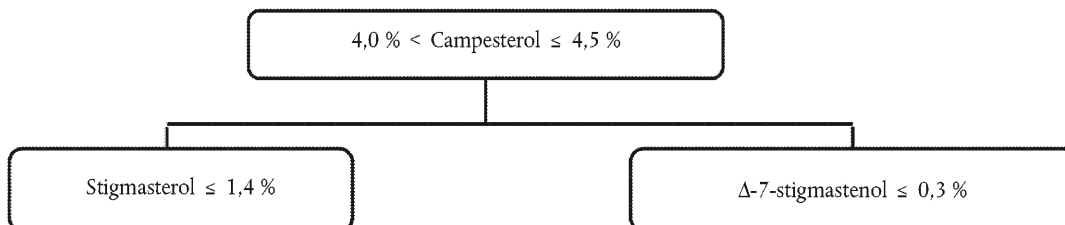
#### Noter:

- 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.
- Hvis de fastsatte grænseværdier overskrides for blot ét kendetegn, klassificeres olien i en anden kategori eller erklæres for ikke at opfylde renhedskravene i henhold til denne forordning.
- 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.
- Hvis et kvalitetskendetegn er mærket med to asterisker (\*\*), betyder det for alle de pågældende olier af olivenpresserester, at alle grænseværdier ikke behøver være opfyldt samtidig.

## Tillæg

## Beslutningsskema

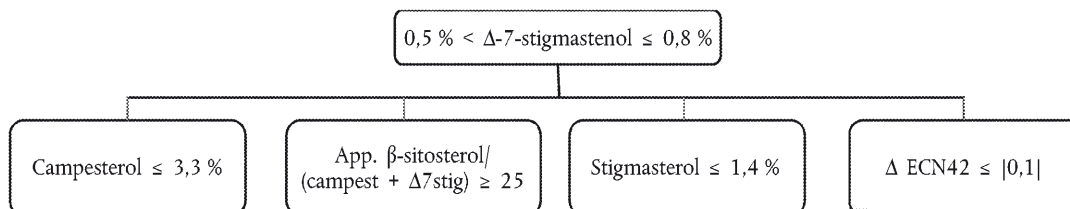
**Campesterol**-beslutningsskema for jomfruolie og ekstra jomfruolie:



De øvrige parametre skal overholde de grænseværdier, der er fastsat i denne forordning.

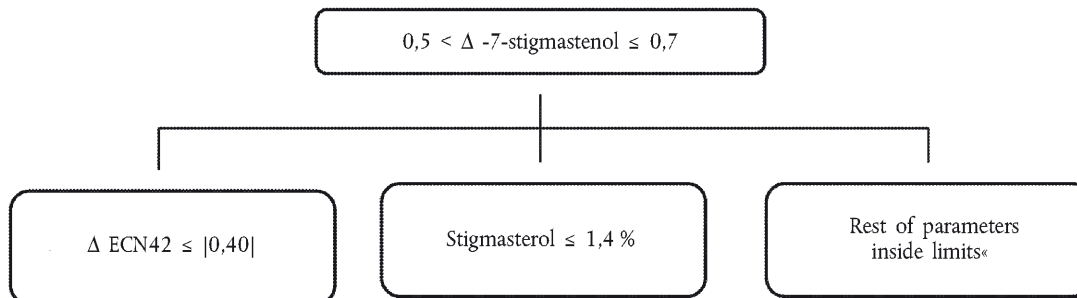
**Delta-7-stigmasterol**-beslutningsskema for:

— Ekstra jomfruolie og jomfruolie



De øvrige parametre skal overholde de grænseværdier, der er fastsat i denne forordning.

— Olie af olivenpresserester (rå og raffineret)



## BILAG II

## »BILAG Ia

**UDTAGNING AF PRØVER AF PARTIER AF OLIVENOLIE ELLER OLIE AF OLIVENPRESSERESTER LEVERET I UMIDDELBARE EMBALLAGER**

Denne prøveudtagningsmetode anvendes for partier af olivenolie eller olie af olivenpresserester aftappet i umiddelbare emballager. Der anvendes forskellige prøveudtagningsmetoder afhængigt af, om den umiddelbare emballage er større eller mindre end 5 liter.

Ved "parti" forstås de salgsheder, der produceres, fremstilles og aftappes under sådanne forhold, at olien i alle disse salgsheder anses for homogen med hensyn til alle analysekendetegn. Et parti skal identificeres i overensstemmelse med Europa-Parlamentets og Rådets direktiv 2011/91/EU <sup>(1)</sup>.

Ved "delprøve" forstås den mængde olie, der er indeholdt i en umiddelbar emballage, og som udtages et vilkårligt sted i partiet.

## 1. BASISPRØVENS INDHOLD

## 1.1. Umiddelbar emballage på højst 5 liter

Ved "basisprøve" for umiddelbare emballager på højst 5 liter forstås det antal delprøver, der udtages fra et parti og i overensstemmelse med tabel 1.

Tabel 1

**Minimumsstørrelse for basisprøve omfatter følgende**

Hvis de umiddelbare emballager indeholder	tages basisprøven af olien i
a) 1 liter eller derover	a) 1 umiddelbar emballage
b) under 1 liter	b) det mindste antal emballager, hvis samlede indhold overstiger 1,0 liter

Det antal emballager, der er anført i tabel 1, som udgør en basisprøve, kan efter behov forøges af medlemsstaterne (hvis organoleptisk vurdering f.eks. foretages af et andet laboratorium end det, der udførte de kemiske analyser, modanalysen osv.).

## 1.2. Umiddelbar emballage på mere end 5 liter

Ved "basisprøve" for umiddelbare emballager på mere end 5 liter forstås en repræsentativ del af de samlede delprøver, der fås ved en reduktionsproces og i overensstemmelse med tabel 2. Basisprøven sammensættes af forskellige eksempler.

Ved "eksempel" på en basisprøve forstås hver af de emballager, der udgør basisprøven.

Tabel 2

**Mindste antal delprøver, der skal udtages**

Antal emballager i partiet	Mindste antal delprøver, der skal udtages
Op til 10	1
Fra ... 11 til 150	2
Fra ... 151 til 500	3
Fra ... 501 til 1 500	4
Fra ... 1 501 til 2 500	5
> 2 500 pr. 1 000 emballager	1 ekstra delprøve

<sup>(1)</sup> Europa-Parlamentets og Rådets direktiv 2011/91/EU af 13. december 2011 om angivelser af eller mærker til identifikation af et bestemt levnedsmiddelparti (EUT L 334 af 16.12.2011, s. 1).

For at begrænse prøvetagningen i forbindelse med umiddelbare emballager homogeniseres indholdet af delprøver med henblik på fremstilling af basisprøven. Portionerne af de forskellige delprøver hældes i en fælles beholder og homogeniseres ved omrøring, således at basisprøven er bedst muligt beskyttet mod luft.

Indholdet af basisprøven hældes i en serie af emballager, der kan indeholde mindst 1,0 liter, og som hver udgør et eksempel på basisprøven.

Antallet af basisprøver kan efter behov forøges af medlemsstaterne (hvis organoleptisk vurdering f.eks. foretages af et andet laboratorium end det, der udførte de kemiske analyser, modanalysen osv.).

Hver emballage skal fyldes på en sådan måde, at luftlaget øverst er så lille som muligt, og skal derefter lukkes og forsegles effektivt med henblik på at beskytte produktet mod manipulation.

Disse eksempler forsynes med etiket for at sikre korrekt identifikation.

## 2. ANALYSER OG RESULTATER

- 2.1. Hver basisprøve opdeles i laboratorieprøver, jf. punkt 2.5 i standard EN ISO 5555, og analyseres i overensstemmelse med den rækkefølge, der fremgår af beslutningsskemaet i bilag Ib, eller i en anden vilkårlig rækkefølge.
- 2.2. Hvis alle analyseresultaterne svarer til kendetegnene for den anmeldte oliekategori, anses hele det pågældende parti for at opfylde kravene.

Hvis et analyseresultat ikke svarer til kendetegnene for den anmeldte oliekategori, anses hele det pågældende parti for ikke at opfylde kravene.

## 3. KONTROL AF PARTIETS KATEGORI

- 3.1. Med henblik på at kontrollere partiets kategori kan den kompetente myndighed forøge det antal basisprøver, der udtages på forskellige steder i partiet, i overensstemmelse med følgende tabel:

Tabel 3

### Antal basisprøver fastsat på grundlag af partiets størrelse

Partiets størrelse (liter)	Antal basisprøver
Under 7 500	2
Fra 7 500 til 25 000	3
Fra 25 000 til 75 000	4
Fra 75 000 til 125 000	5
125 000 eller derover	6 + 1 for hver yderligere 50 000 liter

Hver delprøve, der udgør en basisprøve, skal udtages fra et kontinuerligt sted i partiet. Placeringen af hver basisprøve skal registreres, og den skal identificeres utvetydigt.

Hver basisprøve fremstilles ved hjælp af procedurerne i punkt 1.1 og 1.2.

Hver basisprøve analyseres derefter som beskrevet i artikel 2, stk. 1.

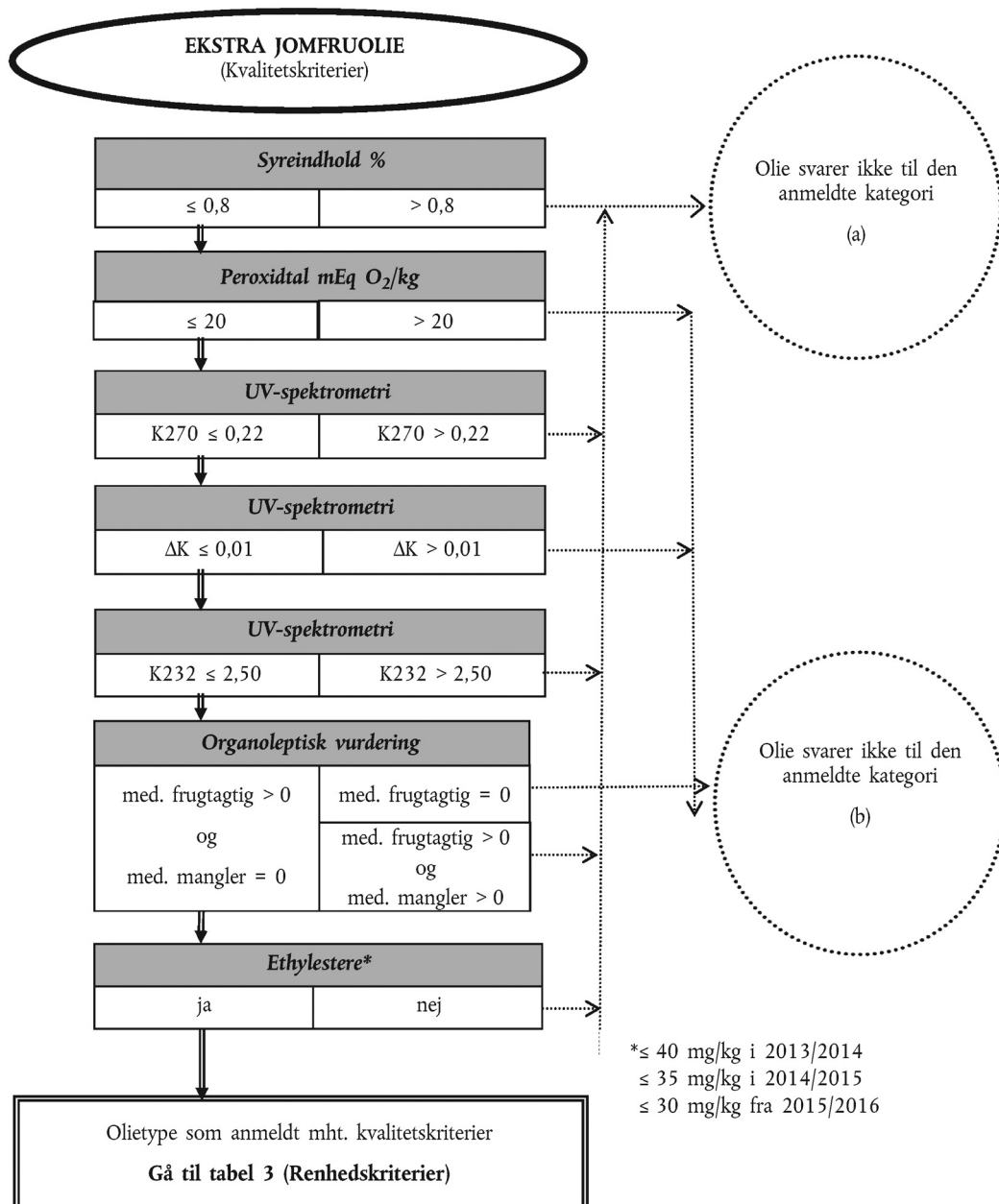
- 3.2. Hvis et af resultaterne af de analyser, der er beskrevet i artikel 2, stk. 1, af mindst én basisprøve ikke svarer til kendetegnene for den anmeldte oliekategori, anses hele det pågældende parti for ikke at opfylde kravene.»

## BILAG III

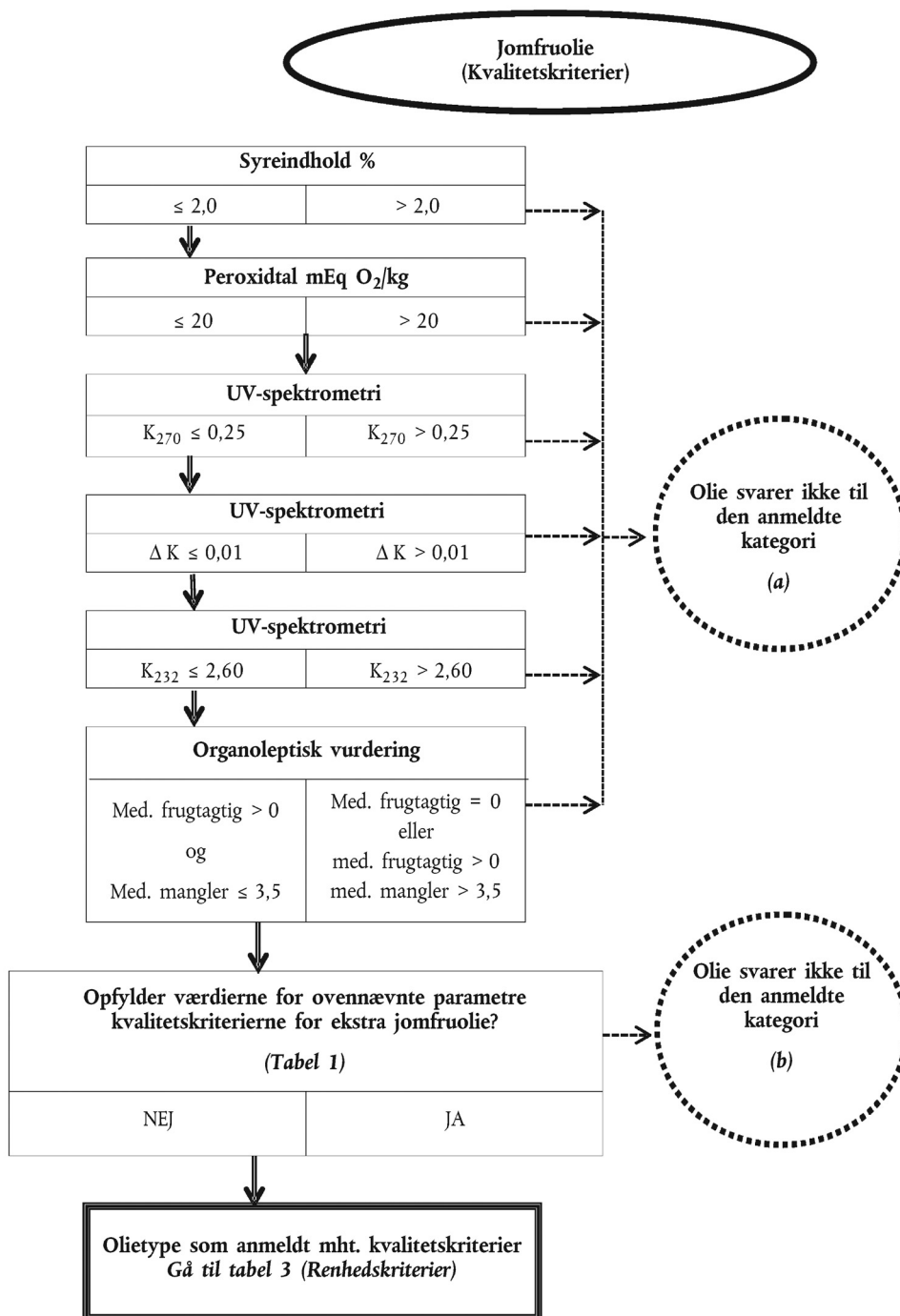
## »BILAG Ib

## BESLUTNINGSSKEMA TIL KONTROL AF, OM EN OLIVENOLIEPRØVE SVARER TIL DEN ANMELDTE KATEGORI

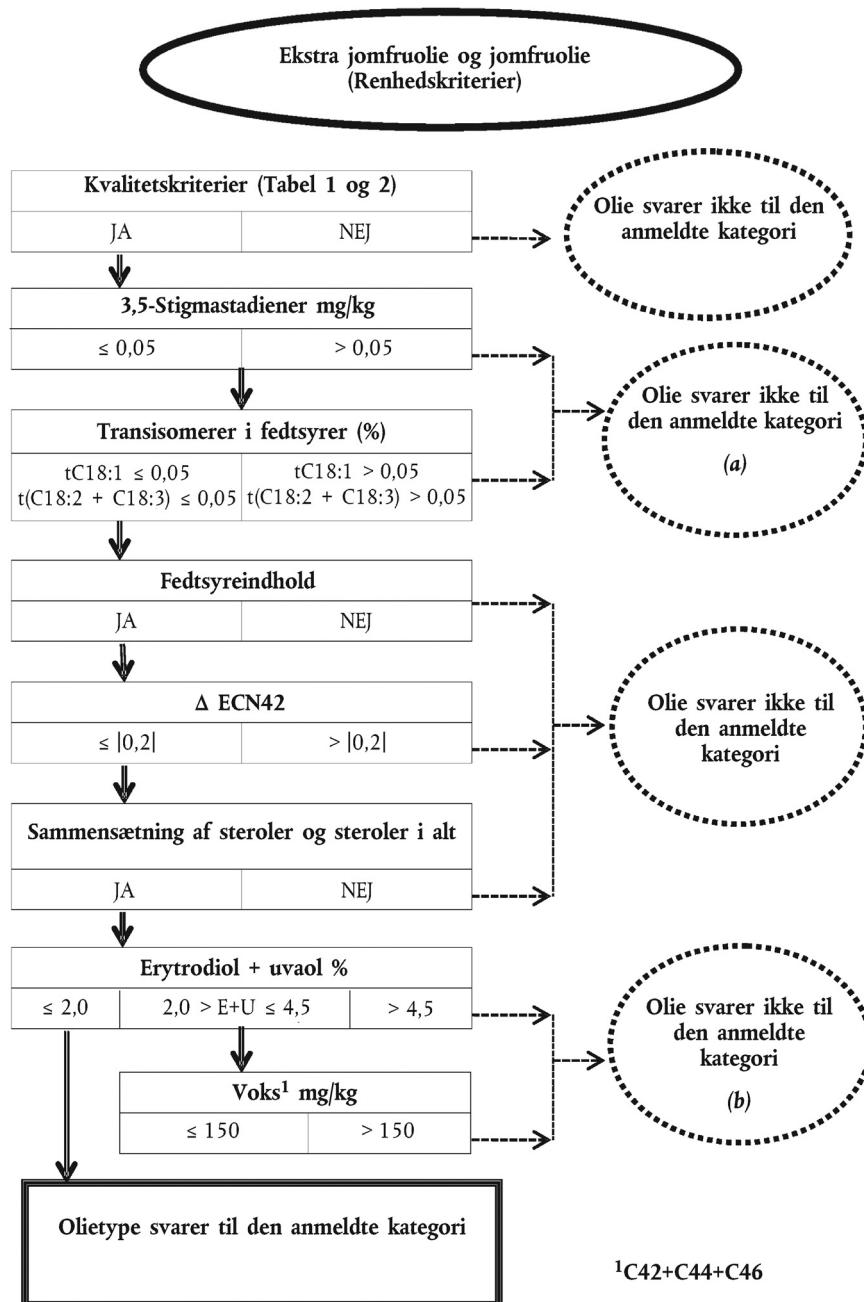
Tabel 1



Tabel 2



Tabel 3



## Tillæg 1

## Overensstemmelse mellem bilagene til denne forordning og de i beslutningsskemaet nævnte analyser

— Syreindhold	Bilag II	Bestemmelse af indholdet af frie fedtsyrer, kold metode
— Peroxidtal	Bilag III	Bestemmelse af peroxidtal
— UV-spektrometri	Bilag IX	Spektrofotometrisk analyse
— Organoleptisk vurdering	Bilag XII	Organoleptisk vurdering af jomfruolie
— Ethylestere	Bilag XX	Metode til bestemmelse af indholdet af voks, fedtsyremethylestere og fedtsyreethylestere ved gaskromatografi på kapillarkolonne
— Stigmasta-3,5-dien	Bilag XVII	Metode til bestemmelse af indhold af stigmastadiener i vegetabiliske olier
— Transisomerer i fedtsyrer	Bilag X A og	Gaskromatografianalyse af fedtsyremethylestere
	Bilag X B	Fremstilling af fedtsyremethylestere
— Fedtsyreindhold	Bilag X A og	Gaskromatografianalyse af fedtsyremethylestere
	Bilag X B	Fremstilling af fedtsyremethylestere
— ΔECN42	Bilag XVIII	Bestemmelse af sammensætning af triglycerider i ECN42 (forskel mellem HPLC-data og teoretisk indhold)
— Sammen-sætning af steroler og steroler i alt — Erytrodiol og uvaol	Bilag V	Bestemmelse af sammensætning og indhold af steroler og triterpentialkoholer ved gaskromatografi på kapillarkolonne
— Voks	Bilag IV	Bestemmelse af voksindhold ved gaskromatografi på kapillarkolonne
— Alifatiske alkoholer	Bilag XIX	Bestemmelse af indhold af alifatiske alkoholer ved gaskromatografi på kapillarkolonne
— Mættede fedtsyrer i 2-stillingen	Bilag VII	Bestemmelse af indholdet af 2-glycerylmonopalmitat i procent«

## BILAG IV

## »BILAG V

**BESTEMMELSE AF SAMMENSÆTNING OG INDHOLD AF STEROLER OG TRITERPENDIALKOHOLER VED GASKROMATOGRAFI PÅ KAPILLARKOLONNE**

## 1. OMRÅDE

Denne metode beskriver en fremgangsmåde til bestemmelse af indholdet af de enkelte steroler og det samlede indhold af steroler og triterpendialkoholer i olivenolie og olie af olivenpresserester.

## 2. PRINCIP

Olie, med  $\alpha$ -cholestanol tilsat som en intern standard, forsæbes med kaliumhydroxid i ethanolopløsning, og de bestanddele, der ikke kan forsæbes, ekstraheres derefter med ethylether.

Sterol- og triterpendialkoholfractionen separeres fra ekstrakten af ikkeforsæbelige stoffer ved tyndtlagskromatografi på en basisk kiselgelplade. De fraktioner, der er indvundet fra kiselgelen, omdannes til trimethylsilylethere og analyseres derefter ved gaskromatografi på kapillarkolonne.

## 3. APPARATUR

Sædvanligt laboratorieudstyr, herunder især følgende:

- 3.1. 250 ml-kolbe monteret med en refluxsvaler med samlinger med glasslib.
  - 3.2. 500 ml-skilleteragt.
  - 3.3. 250 ml-kolber.
  - 3.4. Komplet apparatur til analyse ved tyndtlagskromatografi med glasplader, der måler 20 × 20 cm.
  - 3.5. Ultraviolet lampe med en bølgelængde på 254 eller 366 nm.
  - 3.6. 100  $\mu$ l- og 500  $\mu$ l-mikrosprøjter.
  - 3.7. Cylindrisk filtertragt med G3-glasfritte (porøsitet 15-40  $\mu$ m), med en diameter på ca. 2 cm og en højde på ca. 5 cm, egnet til vakuumfiltrering og med et udvendigt konisk glasslib.
  - 3.8. Konisk vakuumkolbe (50 ml) med et indvendigt glasslib, som filtertragten (punkt 3.7) kan monteres på.
  - 3.9. 10 ml-reagensglas med konisk bund og tætsluttende prop.
  - 3.10. Gaskromatograf, som kan bruges med kapillarkolonne (med splitningssystem), og som består af:
    - 3.10.1. et termostatkammer til kolonner, som kan opretholde den ønskede temperatur med en nøjagtighed på  $\pm 1$  °C
    - 3.10.2. en injektionsenhed med temperaturindstilling, et fordampningselement af silanglas og splitningssystem
    - 3.10.3. en flammeioniseringsdetektor (FID)
    - 3.10.4. et dataopsamlingsystem, som kan bruges med FID-detektoren (punkt 3.10.3.), og som kan integreres manuelt.
  - 3.11. En kapillarkolonne af kvartsglas med en længde på 20 til 30 m, en indre diameter på 0,25 til 0,32 mm, helt overtrukket med en blanding af 5 % diphenyl og 95 % dimethylpolysiloxan (SE 52- eller SE 54-væske eller tilsvarende) i en ensartet tykkelse på mellem 0,10 og 0,30  $\mu$ m.
  - 3.12. 10  $\mu$ l-mikrosprøjte til gaskromatografi med cementeret nål, der kan bruges til splitinjektion.
  - 3.13. Calciumchlorid-ekssikator.
4. REAGENSER
- 4.1. Kaliumhydroxid, minimum titer 85 %.

- 4.2. Opløsning af kaliumhydroxid i ethanol, ca. 2 N.  
130 g kaliumhydroxid (punkt 4.1) opløses i 200 ml destilleret vand under afkøling, og der fyldes op med ethanol til 1 liter (punkt 4.10). Opløsningen opbevares i veltilproppede, mørke glasflasker i højst to dage.
- 4.3. Ethylether (analysekvalitet).
- 4.4. Opløsning af kaliumhydroxid i ethanol, ca. 0,2 N.  
13 g kaliumhydroxid (punkt 4.1) opløses i 20 ml destilleret vand, og der fyldes op med ethanol til 1 liter (punkt 4.10).
- 4.5. Vandfrit natriumsulfat (analysekvalitet).
- 4.6. Glasplader (20 x 20 cm) belagt med kiselgel uden fluorescensindikator, tykkelse 0,25 mm (kan fås brugsfærdige i handelen).
- 4.7. Toluen (kromatografikvalitet).
- 4.8. Acetone (kromatografikvalitet).
- 4.9. n-Hexan (kromatografikvalitet).
- 4.10. Ethylether (kromatografikvalitet).
- 4.11. Ethanol (analysekvalitet).
- 4.12. Ethylacetat (analysekvalitet).
- 4.13. Referenceopløsning til tyndtlagskromatografi: kolesterol eller phytosteroler og 5 % erytrodiolopløsning i ethylacetat (punkt 4.11).
- 4.14. 2,7-dichlorfluorescein, 0,2 %-opløsning i ethanol. Gøres svagt basisk ved tilsætning af nogle få dråber alkoholisk 2 N-kaliumhydroxidopløsning (punkt 4.2).
- 4.15. Vandfri pyridin (kromatografikvalitet) (se note 5).
- 4.16. Hexamethyl-disilazan (analysekvalitet).
- 4.17. Trimethylchlorsilan (analysekvalitet).
- 4.18. Prøveopløsninger af sterol-trimethylsilylethere.  
Friskfremstilles ud fra steroler og erytrodiol udvundet af sterol- og erytrodiolholdige olier.
- 4.19.  $\alpha$ -cholestanol, renhed over 99 % (renhed skal kontrolleres ved hjælp af GC-analyse).
- 4.20.  $\alpha$ -cholestanol, intern standardopløsning, 0,2 %-opløsning (m/V) i ethylacetat (punkt 4.11).
- 4.21. Phenolphthaleinopløsning, 10 g/l i ethanol (punkt 4.10).
- 4.22. Bæregas: hydrogen eller helium, gaskromatografikvalitet.
- 4.23. Hjælpegasser: hydrogen, helium, nitrogen og luft, gaskromatografikvalitet.
- 4.24. n-Hexan (punkt 4.9)/ethylether (punkt 4.10) i forholdet 65:35 (V/V).
- 4.25. Silyleringsreagens bestående af en blanding i forholdet 9:3:1 (V/V/V) af pyridin/hexamethyl-disilazan/trimethylchlorsilan.
5. FREMGANGSMÅDE
- 5.1. Fremstilling af ikkeforsæbeligt stof:
- 5.1.1. Et rumfang  $\alpha$ -cholestanol i intern standardopløsning (punkt 4.20), der indeholder en mængde cholestanol svarende til ca. 10 % af prøvens sterolindhold, overføres til 250 ml-kolben (punkt 3.1) ved hjælp af en 500  $\mu$ l-mikrosprøjte (punkt 3.6). Hvis der er tale om en olivenolieprøve på 5 g, tilsættes der f.eks. 500  $\mu$ l  $\alpha$ -cholestanolopløsning (punkt 4.20), og hvis der er tale om olie fra olivenpresserester, tilsættes der 1 500  $\mu$ l. Prøven inddampes til tørhed i en svag nitrogenstrøm i varmt vandbad. Efter nedkøling af kolben afvejes  $5 \pm 0,01$  g af den tørrede filtrerede prøve til den samme kolbe.
- Note 1: Animalske eller vegetabiliske olier og fedtstoffer, der indeholder betydelige mængder kolesterol, kan vise en top, der har næsten samme retentionstid som cholestanol. Hvis det forekommer, skal sterolfractionen analyseres to gange med og uden intern standard.

5.1.2. Tilsæt 50 ml 2 N-opløsning af kaliumhydroxid i ethanol (punkt 4.2) og pimpsten, påsæt refluxsvaleren, og opvarm til svag kogning, indtil forsæbningen sker (opløsningen bliver klar). Opvarmningen fortsættes i endnu 20 minutter. Derefter tilsættes 50 ml destilleret vand fra den øverste del af svaleren, svaleren tages af, og kolben afkøles til ca. 30 °C.

5.1.3. Overfør kolbens indhold kvantitativt til en 500 ml-skilletragt (punkt 3.2), idet der skylles flere gange med destilleret vand (50 ml). Tilsæt ca. 80 ml ethylether (punkt 4.10), og ryst kraftigt i ca. 60 sekunder, idet presset regelmæssigt frigives ved at vende skilletragten på hovedet og åbne stophanen. Lad skilletragten henstå, indtil fuldstændig separation af de to faser er opnået (note 2).

Aftag derefter så meget af sæbeopløsningen som muligt i en anden skilletragt. Foretag endnu to ekstraktioner på den vandige/alkoholholdige fase på samme måde, idet der bruges 60 til 70 ml ethylether (punkt 4.10).

Note 2: Eventuel emulsion kan ødelægges ved tilsætning af små mængder ethanol (punkt 4.11).

5.1.4. De tre etherekstrakter samles i en enkelt skilletragt, der indeholder 50 ml vand. Vask med vand (50 ml), indtil vaskevandet ikke længere bliver lyserødt, når der tilsættes en dråbe af phenolphthaleinopløsningen (punkt 4.21).

Når vaskevandet er hældt af, filtreres på vandfrit natriumsulfat (punkt 4.5) ned i en på forhånd vejret 250 ml kolbe, idet tragt og filter vaskes med små mængder ethylether (punkt 4.10).

5.1.5. Opløsningen inddampes ved destillation i en rotationsfordamper ved 30 °C under vakuum. Tilsæt 5 ml acetone, og fjern det flygtige opløsningsmiddel fuldstændigt i en svag luftstrøm. Tør reststoffet i ovnen ved  $103 \pm 2$  °C i 15 minutter. Afkøl i en eksikkator, og afvej til nærmeste 0,1 mg.

5.2. Separation af sterol- og triterpendialkoholfractionen (erytrodiol + uvaol)

5.2.1. Fremstilling af basiske plader til tyndtlagskromatografi. Kiselgelpladerne (punkt 4.6) nedsænkes ca. 4 cm i 0,2 N-opløsningen af kaliumhydroxid i ethanol (punkt 4.5) i 10 sekunder. Derefter får de lov at tørre i et stinkskab i to timer og sættes til sidst i en ovn ved 100 °C i en time.

Pladerne tages ud af ovnen og opbevares i en eksikkator med calciumchlorid (punkt 3.13), indtil de skal bruges (plader, der er behandlet på denne måde, skal anvendes inden 15 dage).

Note 3: Når basiske kiselgelplader benyttes til at separere sterolfractionen, er det ikke nødvendigt at behandle den ikkeforsæbelige fraktion med aluminiumoxid. På denne måde holdes alle sure forbindelser (fedtsyrer og andre) tilbage på basislinjen, og sterolbåndet er klart adskilt fra de alifatiske og triterpene alkoholer bånd.

5.2.2. Hæld en hexan/ethyletherblanding (punkt 4.24) (note 4) i kromatografikammeret til en dybde på ca. 1 cm. Sæt låg på kammeret, og lad det henstå således et køligt sted i mindst en halv time, så der opnås ligevægt mellem væske og damp. Stimler af filterpapir, der dypper ned i eluenten, kan anbringes på kammerets indre overflader. Dette reducerer elueringstiden med ca. 1/3 og giver en mere ensartet og regelmæssig eluering af komponenterne.

Note 4: Kromatografiblandingen udskiftes for hver test for at opnå fuldstændig reproducerbare elueringsbetingelser. Alternativt kan en opløsning på 50:50 (V/V) n-hexan/ethylether anvendes.

5.2.3. Fremstil en ca. 5 %-opløsning af de ikkeforsæbelige stoffer (punkt 5.1.5) i ethylacetat (punkt 4.12). Med 100 µl mikrosprøjten afsættes 0,3 ml af opløsningen på en smal og ensartet streg nederst (ca. 2 cm) på kromatografipladen (punkt 5.2.1). På linje med stregen afsættes 2 til 3 µl af referenceopløsningen (punkt 4.13), så sterol- og triterpendialkoholbåndet kan identificeres efter eluering.

5.2.4. Anbring pladen i kromatografikammeret, som er forberedt som angivet i 5.2.2. Omgivelsestemperaturen bør holdes mellem 15 og 20 °C (note 5). Kammeret lukkes straks med låget, og der elueres, indtil opløsningsmiddel-fronten er ca. 1 cm fra pladens øverste kant. Tag derefter pladen ud af kromatografikammeret, og lad opløsningsmidlet fordampe i en strøm af varm luft eller ved at lade pladen stå en kort tid i et stinkskab.

Note 5: Højere temperatur kan forringe separationen.

5.2.5. Pladen sprøjtes let og ensartet med 2,7-dichlorfluoresceinopløsningen (punkt 4.14), hvorefter den henstår til tørring. Når pladen observeres under ultraviolet lys, kan sterol- og triterpentialkoholbåndet identificeres ved, at det er på linje med de pletter, der er afsat ved hjælp af referenceopløsningen (punkt 4.13). Båndets grænser langs fluorescencanterne markeres med en sort blyant (se tyndtlagskromatografipladen i figur 3).

5.2.6. Med en metalspatel skræbes kiselgelen i det markerede område af. Det fjernede materiale pulveriseres fint og hældes i filtertragten (punkt 3.7). Tilsæt 10 ml varm ethylacetat, bland det omhyggeligt med metalspatelen, og filtrer under vakuum; filtratet opsamles i den koniske kolbe (punkt 3.8), der er sat på filtertragten.

Reststoffet i kolben vaskes tre gange med ethylether (punkt 4.3) (ca. 10 ml hver gang), idet filtratet opsamles i den samme kolbe, der er påsat filtertragten. Filtratet inddampes til et rumfang af 4 til 5 ml. Den tilbageværende opløsning overføres til det på forhånd vejede 10 ml-reagensglas (punkt 3.9). Inddamp til tørhed ved let opvarmning i en svag strøm af nitrogen, fyld op med et par dråber acetone (punkt 4.8), og inddamp igen til tørhed.

Reststoffet i reagensglasset skal bestå af sterol- og triterpentialkoholfraktionen.

5.3. Fremstilling af trimethylsilylethere

5.3.1. Tilsæt silyleringsreagenset (punkt 4.25) (note 6) i forholdet 50 µl for hvert milligram steroler og triterpentialkoholer til reagensglasset med sterol- og triterpenfraktionen, idet enhver optagelse af fugt undgås (note 7).

Note 6: Opløsninger klar til brug fås i handelen. Man kan også få andre silyleringsreagenser, som f.eks. bis-trimethylsilyltrifluoracetamid + 1 % trimethylchlorsilan, som skal fortyndes med et lige så stort rumfang vandfri pyridin.

Pyridin kan erstattes med samme mængde acetonitril.

5.3.2. Reagensglasset tilproppes og rystes omhyggeligt (uden at vende bunden i vejret på det), indtil forbindelserne er fuldstændig opløst. Lad henstå i mindst 15 minutter ved omgivelsestemperatur, og centrifuger derefter i et par minutter. Den klare opløsning er parat til gaskromatografisk analyse.

Note 7: Den lette opalivering, som kan fremkomme, er normal og giver ikke anledning til interferens. Hvis der dannes hvide fnug eller fremkommer en lyserød farve, er det tegn på tilstedeværelsen af fugt eller svækkelse af reagenset. Hvis det forekommer, skal testen gentages (kun hvis hexamethylsilazan/trimethylchlorsilan anvendes).

5.4. Gaskromatografisk analyse.

5.4.1. Forberedende operationer, konditionering af kolonnen.

5.4.1.1. Kolonnen (punkt 3.11) monteres i gaskromatografen, idet indløbsenden forbindes med splitinjektoren, og udløbsenden forbindes med detektoren.

Der foretages en generel kontrol af gaskromatografen (lækager fra gaskredsløbene, detektorens effektivitet, splittersystemets og registreringssystemets effektivitet osv.)

5.4.1.2. Hvis kolonnen skal bruges for første gang, anbefales det, at den underkastes en konditionering. Man lader en svag gasstrøm passere gennem kolonnen og tænder så for gaskromatografienheden. Derefter begynder man gradvis at varme op til en temperatur på mindst 20 °C over driftstemperaturen (note 8). Denne temperatur opretholdes i mindst to timer. Derefter sættes hele enheden i driftstilstand (justering af gasstrømme og splitter-system, antændelse af flammen, forbindelse til computeren, justering af kolonnekammerets, detektorens og injektorens temperatur osv.), og dernæst registreres signalet med en følsomhed, der er mindst to gange større end den, man agter at anvende til analysen. Basislinjens forløb skal være lige uden toppe af nogen art, og den må ikke glide.

Negativ glidning af en lige linje tyder på lækage fra kolonnens forbindelser. Positiv glidning tyder på utilstrækkelig konditionering af kolonnen.

Note 8: Konditioneringstemperaturen skal altid være mindst 20 °C lavere end den maksimumstemperatur, der er angivet for den anvendte stationære fase.

5.4.2. Valg af driftsbetingelser.

5.4.2.1. Følgende driftsbetingelser anvendes:

— kolonnenetemperatur: 260 ± 5 °C

— injektortemperatur: 280-300 °C

— detektortemperatur: 280-300 °C

— bæregassens lineære hastighed: helium 20-35 cm/s, hydrogen 30-50 cm/s

- splitterforhold: fra 1:50 til 1:100
- instrumentets følsomhed: fra 4 til 16 gange den minimale dæmpning
- registreringsfølsomhed: 1-2 mV fuld skala
- indsprøjtet mængde: 0,5-1 µl TMSE-opløsning.

Disse betingelser kan ændres afhængigt af kolonnens og gaskromatografens egenskaber, så man opnår kromatogrammer, der opfylder følgende krav:

- Retentionstiden for β-sitosteroltoppen bør være 20 ± 5 minutter.
- Campesteroltoppen bør være: for olivenolie (gennemsnitsindhold 3 %) 20 ± 5 % af fuld skala; for sojaolie (gennemsnitsindhold 20 %) 80 ± 10 % af fuld skala.
- Alle tilstedeværende steroler skal adskilles. Desuden skal toppene også være fuldstændig opløst, dvs. hver tops spor skal gå tilbage til basislinjen, før sporet går op til den næste top. Ufuldstændig opløsning kan dog tolereres, såfremt toppen ved RRT (relativ retentionstid) 1,02 (Sitostanol) kan bestemmes kvantitativt ved brug af den vinkelrette linje.

#### 5.4.3. Analytisk fremgangsmåde

- 5.4.3.1. Med 10 µl-mikrosprøjtten optages 1 µl hexan, derefter trækkes først 0,5 µl luft og derefter 0,5 til 1 µl af prøveopløsningen op. Stemplet trækkes længere ud, så kanylen tømmes. Kanylen trykkes gennem injektorens membran, og efter 1-2 sekunder injiceres hurtigt; derefter fjernes kanylen langsomt efter ca. 5 sekunder.

Der kan også anvendes en automatisk injektor.

- 5.4.3.2. Registreringen fortsættes, indtil de tilstedeværende triterpentialkoholers TMSE er fuldstændig elueret. Basislinjen skal fortsat opfylde kravene (punkt 5.4.1.2).

#### 5.4.4. Identifikation af toppe

De enkelte toppe identificeres ud fra retentionstiderne og ved sammenligning med blandinger af sterol- og triterpentialkohol-TMSE, der er analyseret under de samme betingelser (se tillægget).

Sterolerne og triterpentialkoholene elueres i følgende rækkefølge: kolesterol, brassicasterol, ergosterol, 24-methylen-kolesterol, campesterol, campestanol, stigmasterol, Δ7-campesterol, Δ5,23-stigmastadienol, clerosterol, β-sitosterol, sitostanol, Δ5-avenasterol, Δ5,24-stigmastadienol, Δ7-stigmasterol, Δ7-avenasterol, erythrodiol og uvaol.

Retentionstiderne for β-sitosterol for SE 52- og SE 54-kolonner er vist i tabel 1.

Figur 1 og 2 viser typiske kromatogrammer for bestemte olier.

#### 5.4.5. Kvantitativ vurdering

- 5.4.5.1. Arealerne for α-cholestanol- samt sterol- og triterpentialkoholtoppene beregnes ved hjælp af computeren. Der ses bort fra toppene for forbindelser, der ikke er blandt dem, der er opregnet i tabel 1 (ergosterol skal ikke beregnes). Responsfaktoren for α-cholestanol antages at være lig med 1.

- 5.4.5.2. Koncentrationen af hver enkelt sterol beregnes i mg/kg fedtstof som følger:

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

hvor:

$A_x$  = toparealet for sterol x i computerenheder

$A_s$  = toparealet for α-cholestanol i computerenheder

$m_s$  = massen af tilsat α-cholestanol i milligram

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

## 6. RAPPORTERING AF RESULTATERNE

- 6.1. De individuelle sterolkoncentrationer angives som mg/kg fedtstof og deres sum som "steroler i alt".  
Sammensætningen af hver af de individuelle steroler samt af erythrodiol og uvaol angives med en decimal.  
Den samlede sterolsammensætning udtrykkes uden decimaler.
- 6.2. Den procentvise andel af de individuelle steroler beregnes på grundlag af forholdet mellem arealet af den tilsvarende top og summen af toparealet for steroler samt erythrodiol og uvaol.

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

hvor:

$A_x$  = toparealet for x

$\Sigma A$  = summen af toparealet for steroler

- 6.3. Tilsyneladende  $\beta$ -sitosterol:  $\Delta 5$ -23-stigmastadienol + clerosterol +  $\beta$ -sitosterol + sitostanol +  $\Delta 5$ -24-stigmastadienol.
- 6.4. Den procentvise andel af erythrodiol og uvaol beregnes:

$$\text{Erythrodiol} + \text{Uvaol} = \frac{Er + Uv}{Er + Uv + \Sigma A} \times 100$$

hvor:

$\Sigma A$  = samlet areal for sterol i computerenheder

$Er$  = areal af erythrodiol i computerenheder

$Uv$  = areal af uvaol i computerenheder

---

## Tillæg

**Bestemmelse af gassens lineære hastighed**

Med gaskromatografen indstillet på normale driftsbetingelser injiceres 1 til 3 µl methan (eller propan), og man måler den tid, det tager for gassen at passere gennem kolonnen fra tidspunktet for injektionen til det tidspunkt, hvor toppen fremkommer (tM).

Den lineære hastighed i cm/s beregnes ved formlen  $L/tM$ , hvor L er kolonnens længde i cm, og tM er den målte tid i sekunder.

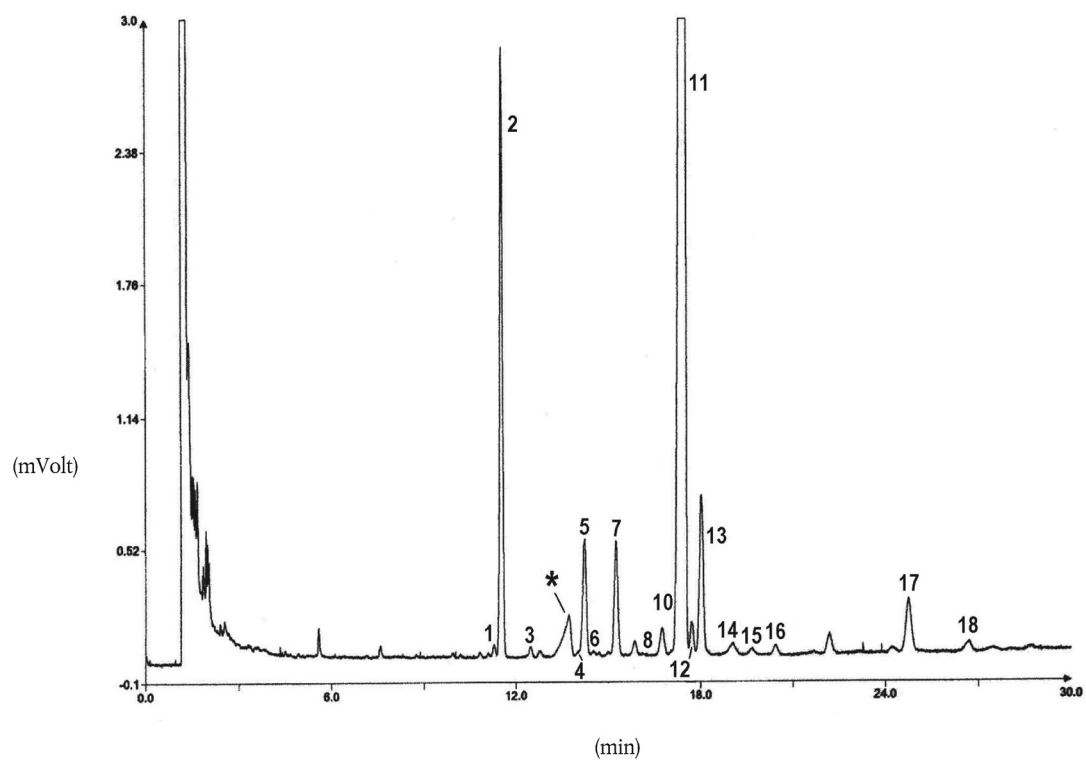
Tabel 1

**Relative retentionstider for steroler**

Top	Identifikation		Relativ retentions-tid	
			SE 54-kolonne	SE 52-kolonne
1	Cholesterol	$\Delta$ -5-cholesten-3 $\beta$ -ol	0,67	0,63
2	Cholestanol	5 $\alpha$ -cholestan-3 $\beta$ -ol	0,68	0,64
3	Brassicasterol	[24S]-24-methyl- $\Delta$ -5,22-cholestadien-3 $\beta$ -ol	0,73	0,71
*	Ergosterol	[24S] 24 methy $\Delta$ 5-7-22 cholestatrien 3 $\beta$ -ol	0,78	0,76
4	24-methylen-cholesterol	24-methylen- $\Delta$ -5,24-cholestadien-3 $\beta$ -ol	0,82	0,80
5	Campesterol	(24R)-24-methyl- $\Delta$ -5-cholesten-3 $\beta$ -ol	0,83	0,81
6	Campestanol	(24R)-24-methyl-cholestan-3 $\beta$ -ol	0,85	0,82
7	Stigmasterol	(24S)-24-ethyl- $\Delta$ -5,22-cholestadien-3 $\beta$ -ol	0,88	0,87
8	$\Delta$ -7-campesterol	(24R)-24-methyl- $\Delta$ -7-cholesten-3 $\beta$ -ol	0,93	0,92
9	$\Delta$ -5,23-stigmastadienol	(24R,S)-24-ethyl- $\Delta$ -5,23-cholestadien-3 $\beta$ -ol	0,95	0,95
10	Clerosterol	(24S)-24-ethyl- $\Delta$ -5,25-cholestadien-3 $\beta$ -ol	0,96	0,96
11	$\beta$ -sitosterol	(24R)-24-ethyl- $\Delta$ -5-cholesten-3 $\beta$ -ol	1,00	1,00
12	Sitostanol	24-ethyl-cholestan-3 $\beta$ -ol	1,02	1,02
13	$\Delta$ -5-avenasterol	(24Z)-24-ethyliden- $\Delta$ -cholesten-3 $\beta$ -ol	1,03	1,03
14	$\Delta$ -5-24-stigmastadienol	(24R,S)-24-ethyl- $\Delta$ -5,24-cholestadien-3 $\beta$ -ol	1,08	1,08
15	$\Delta$ -7-stigmastanol	(24R,S)-24-ethyl- $\Delta$ -7-cholesten-3 $\beta$ -ol	1,12	1,12
16	$\Delta$ -7-avenasterol	(24Z)-24-ethyliden- $\Delta$ -7-cholesten-3 $\beta$ -ol	1,16	1,16
17	Erythrodiol	5 $\alpha$ olean-12en-3 $\beta$ 28 diol	1,41	1,41
18	Uvaol	$\Delta$ 12-ursen-3 $\beta$ 28 diol	1,52	1,52

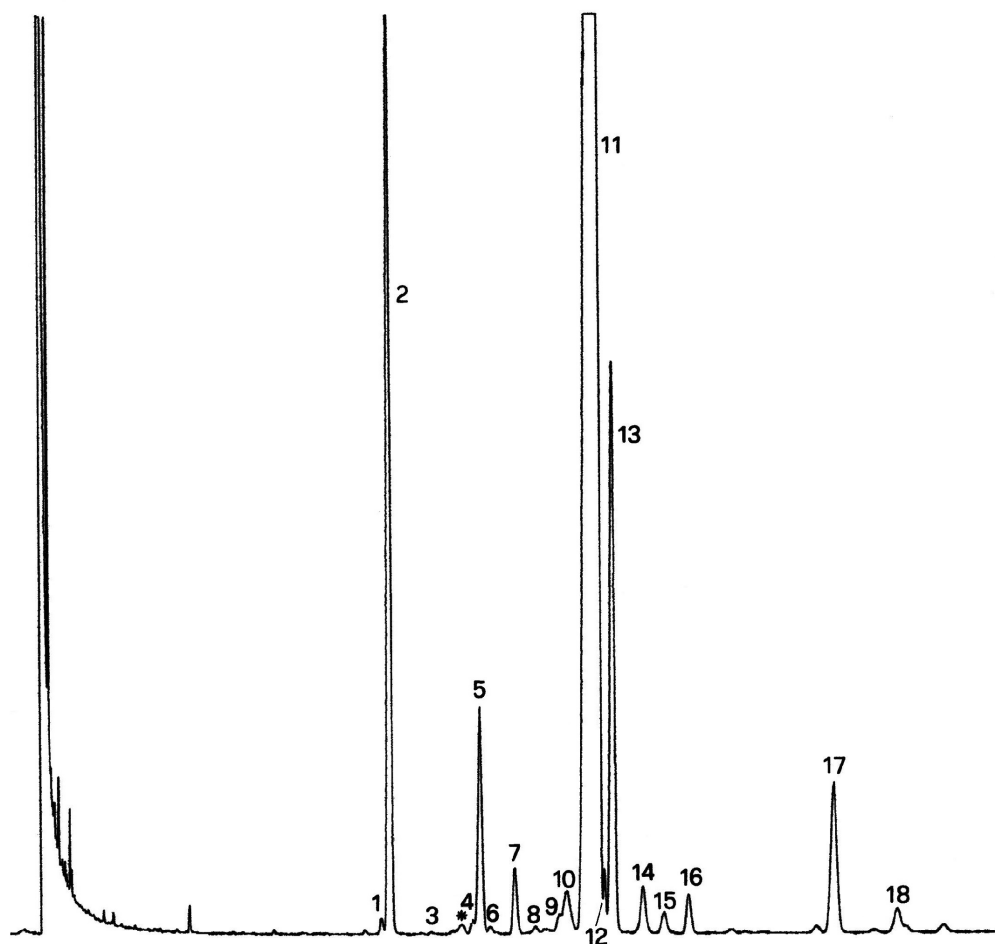
Figur 1

Gaskromatogram af sterol- og triterpentialkoholfraktionen af bomolie (tilsat intern standard)



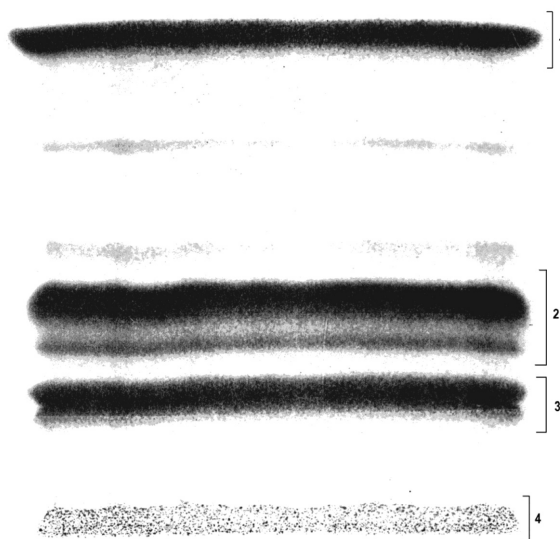
Figur 2

Gaskromatogram af sterol- og triterpendialkoholfraktionen af en raffineret olivenolie (tilsat intern standard)



Figur 3

Tyndtlagskromatografiplade med olie fra olivenpresserester med den zone, der skal skrubes med henblik på bestemmelse af steroler og triterpendialkoholer



- 1 – Squalen
- 2 – Triterpen og alifatisk alkohol
- 3 – Steroler og triterpendialkoholer
- 4 – Start og frie fedtsyrer

---

## BILAG V

## »BILAG XII

**DET INTERNATIONALE OLIVENRÅDS METODE TIL ORGANOLEPTISK VURDERING AF JOMFRUOLIER****1. FORMÅL OG ANVENDELSESOMRÅDE**

Formålet med denne internationale metode er at fastlægge proceduren for vurdering af jomfruoliers organoleptiske kendetegn, jf. punkt 1 i bilag XVI til forordning (EF) nr. 1234/2007, og at fastlægge metoden til klassifikation af jomfruolie på grundlag af sådanne kendetegn. Metoden omfatter også angivelser til frivillig mærkning.

Den beskrevne metode gælder kun for jomfruolie og for klassifikation og mærkning af sådanne olier i forhold til de opfattede manglers intensitet og den frugtagtige karakter, der bestemmes af en gruppe udvalgte og optrænede smagere, der er nedsat som et panel.

Metoden omfatter også angivelser til frivillig mærkning.

De IOC-standarder, der er nævnt i dette bilag, anvendes i den seneste tilgængelige version.

**2. ALMINDELIG GRUNDORDLISTE FOR SENSORISK ANALYSE**

Der henvises til standarden IOC/T.20/Doc. No 4 "Sensory Analysis: General Basic Vocabulary".

**3. SÆRLIG ORDLISTE****3.1. Negative egenskaber**

*Mudret/bundfald* Karakteristisk flavour ved olie, som er udvundet af oliven, der har været opbevaret i bunker eller oplagret på vilkår, som har medført et fremskredet stadium af anaerob forgæring, eller ved olie, der har været i kontakt med dekanteret bundfald, og som også har gennemgået en anaerob forgæring i bunker eller tanke.

*Mug-fugt-jord* Karakteristisk flavour ved olie, som er udvundet af oliven, hvori svampe og gær har udviklet sig, fordi de har været opbevaret i flere dage i fugtige omgivelser, eller ved olie, som er udvundet af oliven, som er opsamlet med jord eller mudder på overfladen, og som ikke er blevet vasket.

*Vinagtig-eddikeagtig/sur-syrlig* Karakteristisk flavour ved visse olier, som minder om vin eller eddike. Den skyldes hovedsagelig en aerob forgæring af oliven eller rester af olivenpasta i pressemåtter, der ikke er blevet korrekt afvasket, så der dannes eddikesyre, ethylacetat og ethanol.

*Harsk* Flavour ved olie, der har undergået en intens oxideringsproces.

*Frostbidte oliven (vådt træ)* Karakteristisk flavour ved olie, som er udvundet af oliven, der er skadet af frost på træet.

**3.2. Andre negative egenskaber**

*Ophedet eller* Karakteristisk flavour ved olie forårsaget af overdreven og/eller langvarig

*brændt* opvarmning under bearbejdningen, især når pastaen blandes termisk, hvis det gøres under uegnede termiske forhold.

*Hø* Karakteristisk flavour ved visse olier, som er udvundet af udtørrede oliven.

*Grov Tyk*, pastaagtig fornemmelse i munden, som frembringes af visse gamle olier.

*Fedt* Flavour ved olie, der minder om dieselolie, fedt eller mineralsk olie.

*Grøntsagsvand* Flavour, som olien får som følge af langvarig kontakt med forgæret grøntsagsvand.

*Saltlage* Flavour ved olie, der er udvundet af oliven, som har været konserveret i saltlage.

*Metallisk* Flavour, der minder om metal. Den er karakteristisk for olie, der har været i langvarig kontakt med metaloverflader under knusning, blanding, presning eller opbevaring.

*Esparto* Karakteristisk flavour ved olie, der er udvundet af oliven, som er presset i nye måtter af espartogræs. Lugten/smagen kan variere, alt efter om måtterne er lavet af grønt eller tørret espartogræs.

*Larvebefængt* Flavour ved olie, der er udvundet af oliven, som har været hårdt angrebet af larver af olivenfluen (*Bactrocera oleae*).

*Agurk* Flavour, der fremkommer, når en olie har været pakket hermetisk i for lang tid, især i blikbeholdere, og som tilskrives dannelsen af 2,6-nonadienal.

### 3.3. Positive egenskaber

*Frugtagtig* En række olfaktoriske fornemmelser, der afhænger af olivensorten, og som kendetegner olie, som er udvundet af sunde og friske, grønne eller modne frugter. De opfattes direkte og/eller via den bageste del af næsen.

*Bitter* Karakteristisk smag af olie, der er udvundet af grønne oliven eller oliven, der er lige ved at skifte farve. Den opfattes af de bagerformede papiller, der danner tunge-V'et.

*Skarp* En prikkende fornemmelse, der er karakteristisk for olier, som er udvundet i produktionsårets begyndelse, især af endnu umodne oliven. Den kan opfattes i hele mundhulen og navnlig i svælget.

### 3.4. Frivillig anvendelse af ord og udtryk på etiketter

Panellederen kan på anmodning herom attestere, at de bedømte olier opfylder de definitioner og intervaller, der svarer til følgende udtryk og tillægsord i forhold til intensiteten og opfattelsen af egenskaberne.

*Positive egenskaber (frugtagtig, bitter og skarp)*: I forhold til intensiteten af opfattelsen benyttes udtrykket:

- *intens*, hvis medianen for den pågældende egenskab er på over 6
- *middel*, hvis medianen for den pågældende egenskab er på mellem 3 og 6
- *let*, hvis medianen for den pågældende egenskab er på under 3.

*Frugtagtig* En række olfaktoriske fornemmelser, der afhænger af olivensorten, og som kendetegner olie, som er udvundet af sunde og friske frugter, der hverken er domineret af grønne eller modne frugter. De opfattes direkte og/eller via den bageste del af næsen.

*Umoden frugt* En række olfaktoriske fornemmelser, der afhænger af olivensorten og minder om umoden frugt, og som kendetegner olie, som er udvundet af umodne, sunde og friske frugter. De opfattes direkte og/eller via den bageste del af næsen.

*Moden frugt* En række olfaktoriske fornemmelser, der afhænger af olivensorten og minder om moden frugt, og som kendetegner olie, som er udvundet af sunde, friske frugter. De opfattes direkte og/eller via den bageste del af næsen.

*Afbalanceret* Olie, der ikke er uafbalanceret. Ved ubalance forstås den lugt-, smags- og berøringfornemmelse, hvor medianen for egenskaben bitter og/eller medianen for egenskaben skarp er to point større end medianen for egenskaben frugtagtig.

*Mild olie* Olie, hvor medianen for egenskaben bitter og medianen for egenskaben skarp er lig med eller mindre end 2.

## 4. GLAS TIL OLIESMAGNING

Der henvises til standarden IOC/T.20/Doc. No 5, "Glass for Oil Tasting".

## 5. TESTLOKALE

Der henvises til standarden IOC/T.20/Doc. No 6, "Guide for the Installation of a Test Room".

## 6. APPARATUR

Følgende apparatur, som er nødvendigt, for at smageren kan udføre sin opgave rigtigt, skal anbringes i hver bås og skal være inden for nem rækkevidde:

- glas (standardiserede), der indeholder prøverne, og som er nummererede, tildækket med urglas og opbevares ved  $28\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$
- profilschema (se figur 1) i papirform eller elektronisk, såfremt kravene til profilskemaet er opfyldt, og brugsanvisning, hvis det er nødvendigt
- kuglepen eller uudslettelig stempelfarve
- bakker med skiver af æble og/eller vand/mineralvand og/eller tvebakker
- et glas vand ved omgivelsestemperatur
- oversigt over de generelle regler anført i afsnit 8.4 og 9.1.1
- spytbakker.

## 7. PANELLEDER OG SMAGERE

### 7.1. **Panelleder**

Panellederen skal være en tilstrækkelig trænet, kyndig person, som er ekspert i de typer olie, han vil støde på under sit arbejde. Han er nøglefiguren i panelet og er ansvarlig for dets organisation og virke.

Panellederens opgave kræver grundlæggende uddannelse i værktøjerne til sensorisk analyse, sensorisk færdighed, omhu ved forberedelsen og tilrettelæggelsen af test samt den dygtighed og tålmodighed, der kræves for at planlægge og udføre test på en videnskabelig måde.

Panellederen er ansvarlig for at træne, udvælge og overvåge smagerne for at konstatere, om de lever op til et passende niveau med hensyn til dygtighed. Han er således ansvarlig for smagerens vurderinger, som altid skal være objektive, og for hvilke han skal udforme specifikke fremgangsmåder baseret på test og forsvarlige kriterier for godkendelse og afvisning. Se standarden IOC/T.20/Doc. No 14, "Guide for the selection, training and monitoring of skilled virgin olive oil tasters".

Panellederen er ansvarlig for panelets arbejde og dermed for dets evaluering, som skal dokumenteres pålideligt og objektivt. Han skal til enhver tid kunne dokumentere, at metoden og smagerne er underlagt kontrol. Regelmæssig kalibrering af panelet anbefales (IOC/T.20/Doc. No 14, § 5).

Panellederen er eneansvarlig for panelets optegnelser, som altid skal kunne spores. Han skal overholde de sikrings- og kvalitetskrav, der er fastlagt i internationale standarder for sensorisk analyse, og til enhver tid sikre prøvernes anonymitet.

Han er ansvarlig for at føre en fortegnelse over apparaturet og for at sikre, at det apparatur og udstyr, der er nødvendigt for at overholde denne metodes specifikationer, er tilstrækkeligt rengjort og vedligeholdt, og han skal registrere dette og overensstemmelse med testbetingelserne skriftligt.

Han er ansvarlig for at modtage og opbevare prøver efter deres ankomst til laboratoriet og for at opbevare dem efter testen. I den forbindelse skal han til enhver tid sikre, at prøverne forbliver anonyme og opbevares korrekt. Til det formål skal han udforme skriftlige procedurer, som sikrer, at hele processen kan spores og frembyder de nødvendige garantier.

Panellederen er endvidere ansvarlig for at tilberede og kode prøverne og for at præsentere dem for smagerne i overensstemmelse med en forsøgsplan, der overholder på forhånd fastlagte protokoller, og for at indsamle de opnåede data fra smagerne.

Han skal udvikle og udforme andre fremgangsmåder, der måtte være nødvendige for at supplere denne standard og sikre, at panelet fungerer effektivt.

Han skal finde metoder til at sammenligne panelets resultater med resultaterne fra andre paneler, der analyserer jomfruolie, med henblik på at sikre, at panelet udfører sin opgave korrekt.

Det er panellederens opgave at stimulere paneldeltagernes moral ved at anspore deres interesse, nysgerrighed og konkurrenceånd. Til det formål anbefales det på det kraftigste, at vedkommende etablerer tovejskommunikation med paneldeltagerne, så de informeres om alle de opgaver, de udfører, og de opnåede resultater. Han skal sikre, at hans egen mening ikke er kendt, og han skal forhindre mulige ledertyper i at hævde deres kriterier over for de øvrige smagere.

Han skal sammenkalde smagerne i tilstrækkelig god tid og skal opklare alle tvivlsspørgsmål, smagerne kan have med hensyn til udførelsen af test, men han skal afstå fra at påvirke deres mening om prøverne.

### 7.2. **Smagere**

De personer, der virker som smagere ved organoleptiske bedømmelser af olivenolie, gør det frivilligt med alle de konsekvenser, der følger af en sådan frivillig handling med hensyn til forpligtelser og manglende økonomisk betaling. Kandidater bør derfor indgive en skriftlig ansøgning. Kandidater udvælges, trænes og overvåges af panellederen i overensstemmelse med deres evne til at skelne mellem prøver, der ligner hinanden. Man bør erindre, at deres evne til at skelne nøjagtigt vil forbedres ved træning.

Smagerne skal handle som reelle sensoriske observatører, som tilsidesætter deres personlige smag og alene rapporterer de fornemmelser, de opfatter. For at gøre det skal de altid arbejde i tavshed og på en afslappet og uforceret måde, idet de så vidt muligt retter deres sensoriske opmærksomhed mod den prøve, de bedømmer.

Der kræves mellem otte og 12 smagere til hver test. Det er dog klogt at holde nogle ekstra smagere i reserve, så de kan gå ind i tilfælde af fravær.

## 8. TESTBETINGELSER

### 8.1. Præsentation af prøven

Den olieprøve, der skal analyseres, præsenteres i standardiserede glas til smagning, som overholder standarden IOC/T.20/Doc. No 5 »Glass for oil tasting«.

Glasset skal indeholde 14-16 ml olie eller mellem 12,8 og 14,6 g, hvis prøverne skal vejes, og skal være dækket med et urglas.

Hvert glas skal være mærket med en kode bestående af tal eller en kombination af bogstaver og tal, der vælges vilkårligt. Koden anføres ved hjælp af en lugtfri metode.

### 8.2. Test- og prøvetemperatur

De olieprøver, der skal undersøges, skal opbevares i glas ved  $28^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  under hele testen. Denne temperatur er valgt, fordi det er nemmere at observere organoleptiske forskelle end ved omgivelsestemperatur, og fordi de aromatiske forbindelser, der er særegne for disse olier, kun fordampes svagt ved lavere temperaturer, mens der ved højere temperaturer dannes flygtige forbindelser, som er særegne for opvarmede olier. Se standarden IOC/T.20/Doc. No 5 "Glass for Oil Tasting" for oplysninger om den metode, der er anvendt til at opvarme prøver i glasset.

I testlokalet skal temperaturen være mellem  $20^{\circ}\text{C}$  og  $25^{\circ}\text{C}$  (se IOC/T.20/Doc. No 6).

### 8.3. Tider for smagningens afholdelse

Morgenen er det bedste tidspunkt for smagning af olie. Det er bevist, at der i dagens løb forekommer optimale perceptionsperioder med hensyn til lugt og smag. Forud for måltiderne går der en periode, hvor følsomheden for lugt og smagsindtryk er forøget, hvorimod følsomheden aftager efter måltidet.

Dette hensyn bør dog ikke føre til overdrivelser, hvor sult kan distrahere smagerne og dermed nedsætte deres evne til at skelne. Det anbefales derfor, at smagningen afholdes mellem kl. 10.00 og 12.00.

### 8.4. Smagere: generelle adfærdsregler

Disse anbefalinger gælder kandidaternes og smageres adfærd under arbejdet.

Når smagere indkaldes af panellederen for at deltage i en organoleptisk test, bør de være i stand til at møde på den fastsatte tid, og de skal overholde følgende regler:

- De skal undlade at ryge eller drikke kaffe i mindst 30 minutter før det tidspunkt, der er fastsat for smagningen.
- De må ikke bruge nogen form for parfume, kosmetik eller sæbe, hvis duft ville kunne holde sig til tidspunktet for smagningen. De skal vaske hænderne med uparfumeret sæbe, og de skal derefter skylle og tørre hænderne så ofte, som det er nødvendigt for at fjerne en eventuel duft.
- De skal faste i mindst en time, før smagningen udføres.
- Hvis en smager føler sig fysisk utilpas, og især hvis hans smags- eller lugtesans er påvirket, eller hvis han er under en psykologisk påvirkning, der forhindrer ham i at koncentrere sig om sin opgave, skal han trække sig ud af smagningen og underrette panellederen herom.
- Når smagerne har opfyldt ovenstående krav, skal de tage plads i den bås, der er tildelt hver enkelt smager, på en rolig og ordentlig måde.
- Smagerne skal omhyggeligt læse de instruktioner, der er givet på profilskemaet, og de må ikke begynde at undersøge prøven, før de er helt parate til at udføre opgaven (afslappet og uforceret). Hvis der opstår nogen som helst tvivl, skal den enkelte smager drøfte det med panellederen i enerum.
- De skal forholde sig tavse under smagningen.
- Deres mobiltelefoner skal altid holdes slukket under smagningen, så de ikke påvirker de øvrige smageres koncentration og forstyrrer deres arbejde.

## 9. FREMGANGSMÅDE VED ORGANOLEPTISK BEDØMMELSE OG KLASSIFICERING AF JOMFRUOLIE

### 9.1. Teknik ved smagning

- 9.1.1. Smageren skal tage glasset op, og idet han holder det dækket med urglasset, skal han holde det lidt skråt. Han skal så dreje glasset helt rundt i denne stilling, så en så stor del af indersiden som muligt bliver fugtet. Når dette stadium er overstået, skal han fjerne urglasset og lugte til prøven, idet han tager jævne, langsomme, dybe indåndinger for at bedømme olien. Lugtefasen må ikke overstige 30 sekunder. Hvis han ikke er kommet til en konklusion inden for dette tidsrum, skal han tage en kort pause, inden han prøver igen.

Når den olfaktoriske test er udført, skal smageren bedømme de fornemmelser, der fremkaldes i munden (generelle retronasale lugte-, smags- og føleindtryk). For at gøre dette skal han tage en lille tår af olien (ca. 3 ml). Det er meget vigtigt, at olien fordeles ud over hele mundhulen, fra den forreste del af munden og tungen langs siderne til den bageste del af tungen og halsen, da det er velkendt, at opfattelsen af smags- og føleindtryk varierer i intensitet over de forskellige områder af tungen, ganen og halsen.

Det bør understreges, at det er afgørende, at en tilstrækkelig mængde olie spredes meget langsomt over den bageste del af tungen og ned mod halsen, mens smageren koncentrerer sig om den rækkefølge, i hvilken de bitre og skarpe stimuli fremkommer. Hvis dette ikke sker, kan begge disse stimuli undgå smagerens opmærksomhed ved visse olier, eller den bitre stimulus kan blive tilsløret af den skarpe stimulus.

Ved at tage korte åndedrag lige efter hinanden, idet luften trækkes ind gennem munden, kan smageren ikke blot sprede prøven ud over hele mundhulen, men også opfatte de flygtige aromatiske komponenter via den bageste del af næsen, fordi brugen af denne kanal fremtvinges.

Følesansen bør også tages i betragtning, og derfor bør smageren indtage olien.

- 9.1.2. Når der foretages organoleptisk vurdering af en jomfruolie, bør der højst vurderes FIRE PRØVER i hver session, og der bør højst gennemføres tre sessioner om dagen for at undgå den kontrastvirkning, der kan opstå, hvis prøver smages umiddelbart efter hinanden.

Da flere på hinanden følgende smagninger fremkalder træthed eller nedsat følsomhed, er det vigtigt at bruge et produkt, der kan fjerne resterne af olie fra den forudgående smagning fra munden.

Det anbefales at bruge et lille stykke æble, som, efter at man har tygget det, kan spyttes ud i spytbakken. Derefter skylles munden med lidt vand ved omgivelsestemperatur. Der skal gå mindst 15 minutter mellem afslutningen af én session og påbegyndelsen af den næste.

## 9.2. Smagerens anvendelse af profilskemaet

Det profilskema, som smagerne skal benytte, er anført i figur 1 i dette bilag.

Hver smager i panelet skal lugte til og derefter smage<sup>(1)</sup> på den olie, der bedømmes. Han skal derefter angive den intensitet, hvormed han opfatter hver enkelt negative og positive egenskab, på den 10 cm-skala, der er anført på det udleverede profilskema.

Hvis smageren opfatter negative egenskaber, som ikke er anført i afsnit 4, skal han anføre dem i rubrikken "Andet" med det eller de udtryk, som beskriver dem med den størst mulige præcision.

## 9.3. Panellederens anvendelse af data

Panellederen indsamler de profilskemaer, som smagerne har udfyldt, og gennemgår de intensiteter, der er tildelt de forskellige egenskaber. Hvis han konstaterer en anomalitet, skal han anmode smageren om at kontrollere sit profilskema og om nødvendigt gentage forsøget.

Panellederen indtaster hvert panelmedlems vurderingsdata i et computerprogram, som f.eks. det program, der foreslås i standarden IOC/T.20/Doc. No 15), med henblik på at foretage en statistisk beregning af analyseresultaterne med udgangspunkt i beregningen af deres median. Se dette bilags afsnit 9.4 og tillæg. Data for en prøve registreres på en matrix bestående af ni kolonner, der svarer til de ni sanseegenskaber, og antal linjer svarende til antal smagere i panelet.

Når en mangel er opfattet og anført i rubrikken "Andet" af mindst 50 % af panelet, skal panellederen beregne medianen for denne mangel og den tilsvarende klassifikation.

Værdien af den robuste variationskoefficient, som definerer klassifikationen (mangel med den stærkeste egenskab for intensitet og frugtagtighed) må ikke overstige 20 %.

Hvis det modsatte er tilfældet, skal panellederen gentage bedømmelsen af den specifikke prøve i en anden smagningssession.

Hvis denne situation ofte opstår, bør panellederen sørge for yderligere oplæring af smagerne (IOC/T.20/Doc. No 14, § 5) og bruge repeterbarhedsindekset og afvigelsesindekset til at kontrollere panelets arbejde (IOC/T.20/Doc. No 14, § 6).

## 9.4. Klassifikation af olien

Olien klassificeres på følgende måde i forhold til medianen for mangler og medianen for egenskaben frugtagtig. Ved medianen for manglerne forstås medianen for den mangel, der opfattes med den største intensitet. Medianen for mangler og medianen for egenskaben frugtagtig udtrykkes med én decimal.

<sup>(1)</sup> En smager kan undlade at smage på olien, hvis han konstaterer særligt intense negative egenskaber ad direkte olfaktorisk vej. I det tilfælde noteres denne ekstraordinære omstændighed i profilskemaet.

Olien klassificeres ved at sammenligne værdien af medianen for mangler og medianen for egenskaben frugtagtig med de referenceintervaller, der er anført nedenfor. Da grænseværdien for disse intervaller er fastlagt under hensyn til metodens fejlmargen, anses de for at være absolutte. Med computerprogrammer er det muligt at vise klassifikationen i en tabel med statistiske data eller som grafik.

- a) Ekstra jomfruolie: Medianen for mangler er lig med 0, og medianen for egenskaben frugtagtig er større end 0.
- b) Jomfruolie: Medianen for mangler er større end 0 og lig med eller mindre end 3,5, og medianen for egenskaben frugtagtig er større end 0.
- c) Bomolie: Medianen for mangler er større end 3,5, eller medianen for mangler er mindre end eller lig med 3,5, og medianen for egenskaben frugtagtig er lig med 0.

Note 1:

Når medianen for egenskaben bitter og/eller skarp er større end 5,0, skal panellederen angive det på testbeviset.

Figur 1

**PROFILSKEMA FOR JOMFRUOLIE**

<b>Intensitet af sansning af mangler</b>	
Mudret/bundfald (*)	
Mug/fugt/jord (*)	
Vinagtig/eddikeagtig syrlig/sur (*)	
Frostbidte oliven (vådt træ)	
Harsk	
Andre negative egenskaber:	
Beskrivelse:	Metallisk <input type="checkbox"/> Hø <input type="checkbox"/> Larvebefængt <input type="checkbox"/> Grov <input type="checkbox"/> Saltlage <input type="checkbox"/> Ophedet eller brændt <input type="checkbox"/> Grøntsagsvand <input type="checkbox"/> Esparto <input type="checkbox"/> Agurk <input type="checkbox"/> Fedtet <input type="checkbox"/>
(*) Det ikke-relevante overstreges.	
<b>Intensitet af sansning af positive egenskaber</b>	
Frugtagtig	
	Grøn <input type="checkbox"/> Moden <input type="checkbox"/>
Bitter	
Skarp	
Smagerens navn:	Smagerens kode:
Prøvens kode:	Underskrift:

## Tillæg

**Metode til beregning af median og konfidensintervaller****Median**

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

Medianen er det reelle tal  $X_m$ , der er kendetegnet ved, at sandsynligheden ( $p$ ) for, at værdierne af fordelingen ( $X$ ) er mindre end dette tal ( $X_m$ ), er mindre end eller lig med 0,5, og at sandsynligheden ( $p$ ) for, at værdierne af fordelingen ( $X$ ) er mindre end eller lig med  $X_m$ , samtidig er større end eller lig med 0,5. Ifølge en mere praktisk definition er medianen den 50. percentil af en fordeling, hvis elementer er ordnet i stigende rækkefølge. Med andre ord er medianen den midterste værdi i en ordnet række af et ulige antal elementer eller gennemsnittet af de to midterste værdier i en ordnet række af et lige antal elementer.

**Robust standardafvigelse**

Som et pålideligt estimat af variabiliteten omkring medianen benyttes Stuart og Kendalls estimat over den robuste standardafvigelse (4). I følgende formel er  $N$  antallet af observationer, og IQR er den interkvartile afstand, dvs. det robuste estimat af variabiliteten af de pågældende data (den interkvartile afstand dækker nøjagtig 50 % af elementerne i en given sandsynlighedsfordeling):

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

Den interkvartile afstand beregnes som afstanden mellem den 75. og den 25. percentil.

$$\text{IQR} = 75. \text{ percentil} - 25. \text{ percentil}$$

Percentilen er værdien  $X_{pc}$ , der er kendetegnet ved, at sandsynligheden ( $p$ ) for, at værdierne af fordelingen er mindre end  $X_{pc}$ , er mindre end eller lig med en given procentdel, og at sandsynligheden ( $p$ ) for, at værdierne af fordelingen er mindre end eller lig med  $X_{pc}$ , samtidig er større end eller lig med den pågældende procentdel. Procentdelen angiver den pågældende fordelingsfraktion. For medianens vedkommende er den 50 %.

$$\text{percentil} = [p (X < x_{pc}) \leq \frac{n}{100} \wedge p (X \leq x_{pc}) = \frac{n}{100}]$$

Percentilen er i praksis den værdi af fordelingen, der svarer til et bestemt areal, som tegnes ud fra fordelings- eller tæthedskurven. Den 25. percentil er f.eks. den værdi af fordelingen, som svarer til et areal på 0,25 eller 25/100.

Ved denne metode beregnes percentiler på grundlag af de reelle tal, der vises i datamatricen (fremgangsmåde ved beregning af percentiler).

**Robust variationskoefficient (%)**

Variationskoefficienten  $CV_r\%$  er et rent tal, der angiver den procentvise variabilitet i den analyserede talrække. Af denne grund er variationskoefficienten til stor nytte som kontrol af paneldeletagernes pålidelighed.

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

**95 %-konfidensintervaller**

95%-konfidensintervallerne (C.I.) (fejl af første orden lig med 0,05 eller 5 %) repræsenterer det interval, inden for hvilket værdien af medianen ville variere, hvis det var muligt at gentage et forsøg et uendeligt antal gange. I praksis angiver dette interval variabilitetsintervallet for forsøget ved de herskende betingelser, idet det antages, at forsøget kan gentages flere gange. Intervallet er ligesom *variationskoefficienten* en hjælp til evaluering af forsøgets pålidelighed.

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

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

hvor  $C = 1,96$ , hvis konfidensintervallet er på 95 %.

Et eksempel på beregningsskemaet findes i bilag I til standarden IOC/T 20/Doc. No 15.

*Referencer*

- 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. No 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. No 14.
  - 8) IOC/T.20/Doc. No 15.
  - 9) ISO/IEC 17025:05.«
-

## BILAG VI

»BILAG XXa

## METODE TIL PÅVISNING AF FREMMEDE OLIER I OLIVENOLIE

## 1. OMRÅDE

Denne metode bruges til at påvise tilstedeværelsen af fremmede vegetabiliske olier i olivenolie. Vegetabiliske olier med højt linolsyreindhold (sojaolie, rapsolie, solsikkeolie osv.) og visse vegetabiliske olier med højt oliesyreindhold (f.eks. hasselnøddeolie, solsikkeolie med højt oliesyreindhold og olie af olivenpresserester) kan påvises i olivenolie. Den påviste koncentration afhænger af typen af fremmed olie og olivensorten. For hasselnøddeolie kan der ofte påvises en koncentration på 5-15 %. Metoden kan ikke identificere den påviste type af fremmed olie og angiver kun, om olivenolien er ægte eller uægte.

## 2. PRINCIP

Olien renses ved hjælp af fastfaseekstraktion (SPE) på kiselgelpatroner. Sammensætningen af triacylglycerol (TAG) bestemmes ved hjælp af højtydende væskkromatografi (reverse), hvor en RI-detektor og propionitril anvendes som den mobile fase. Fedtsyremethylestere fremstilles af rensed olie ved methylering med en kold opløsning af KOH i methanol (bilag X B), og derefter analyseres esterene ved gaskromatografi på kapillarkolonne, hvor der anvendes højpolære kolonner (bilag X A). Den teoretiske sammensætning af triacylglycerol beregnes elektronisk ud fra fedtsyresammensætningen ved at antage en vilkårlig 1,3- og 2-fordeling af fedtsyrer i triacylglycerolen med restriktioner for mættede fedtsyrer i 2-stillingen. Beregningsmetoden er en modifikation af den fremgangsmåde, der er beskrevet i bilag XVIII. En række matematiske algoritmer beregnes ud fra teoretiske og eksperimentelle (HPLC) sammensætninger af triacylglycerol, og de beregnede værdier sammenlignes med værdierne i databasen med data for ægte olivenolier.

## 3. MATERIALER OG REAGENSER

## 3.1. Rensning af olie.

3.1.1. Koniske kolber på 25 ml

3.1.2. Reagensglas (5 ml) med skrueprop med teflonpakning.

3.1.3. Kiselgelpatroner, 1 g (6 ml), til fastfaseekstraktion (f.eks. Waters, Massachusetts, USA).

3.1.4. *n*-hexan, analysekvalitet.

3.1.5. Opløsningsmiddelblanding af hexan/diethylether (87:13, V/V).

3.1.6. *N*-heptan, analysekvalitet.

3.1.7. Acetone, analysekvalitet.

## 3.2. HPLC-analyse af triacylglyceroler.

3.2.1. Mikroprøjter (50 µl) og kanyler til HPLC-injektion.

3.2.2. Propionitril, super renhed eller HPLC-kvalitet (f.eks. ROMIL, Cambridge, Det Forenede Kongerige), anvendt som mobil fase.

3.2.3. HPLC-kolonne (indvendig diameter: 25 cm x 4 mm), pakket med RP-18 fase (partikelstørrelse: 4 µm).

## 3.3. Fremstilling af fedtsyremethylestere

(se bilag X B)

3.3.1. Methanol med højst 0,5 % vand.

3.3.2. Heptan, analysekvalitet.

3.3.3. En 2 *N*-opløsning af kaliumhydroxid i methanol. 1,1 g kaliumhydroxid opløst i 10 ml methanol.

3.3.4. Reagensglas (5 ml) med skrueprop med teflonpakning.

## 3.4. GC-analyse af fedtsyreethylestere

(Se metoden til bestemmelse af umættede transfedtsyrer ved gaskromatografi på kapillarkolonne beskrevet i bilag X A).

3.4.1. Mikroprøjter (5 µl) og kanyler til GC-injektion.

3.4.2. Hydrogen eller helium som bæregas.

- 3.4.3. Hydrogen og ilt til FID-detektor.
- 3.4.4. Nitrogen eller helium som hjælpegas.
- 3.4.5. Kapillarkolonne med sintret kisel (indvendig diameter: 50-60 m x 0,25-0,30 mm) belagt med cyanopropylpolysiloxan eller cyanopropylphenylsiloxanfaser (SP-2380 eller lignende) med en filmtykkelse på 0,20-0,25 µm.

#### 4. APPARATUR

- 4.1. Vakuumapparat til fastfaseekstraktion.
- 4.2. Rotationsfordamper.
- 4.3. HPLC-udstyr bestående af:
  - 4.3.1. Afgasningsapparat til mobilfasen.
  - 4.3.2. Rheodyn-injektor med 10 µl-loop.
  - 4.3.3. Højtrykspumpe.
  - 4.3.4. Termostatstyret ovn til HPLC-kolonne, der kan holde temperaturen under omgivelsestemperaturen (15-20 °C) (f.eks. Peltier-typen).
  - 4.3.5. RI-detektor (refractive index).
  - 4.3.6. Computerbaseret dataopsamlingsystem med integrationsprogram.
- 4.4. Udstyr til gaskromatografi på kapillarkolonne beskrevet i bilag X A forsynet med:
  - 4.4.1. Splitinjektor.
  - 4.4.2. Flammeioniseringsdetektor (FID).
  - 4.4.3. Ovn med programmerbar temperatur.
  - 4.4.4. Computerbaseret dataopsamlingsystem med integrationsprogram.
- 4.5. Computer med Microsoft Excel-software.

#### 5. ANALYTISK FREMGANGSMÅDE

##### 5.1. Rensning af olie.

En kiselgelpatron til fastfaseekstraktion anbringes i et tomt elueringsapparat og skylles under vakuum med 6 ml hexan. Vakuummet slippes ud, så udtørring af kolonnen undgås, og en konisk kolbe sættes under patronen. Derefter sættes der en opløsning af olien (ca. 0,12 g) i 0,5 ml hexan på kolonnen, og opløsningen trækkes gennem og elueres derefter med 10 ml hexan/diethylether (87:13, V/V) (punkt 3.1.5) under vakuum. Den eluerede opløsning homogeniseres, og omtrent halvdelen hældes i en anden kolbe. De to portioner inddampes hver for sig til tørhed på en rotationsfordamper under reduceret tryk og ved stuetemperatur. Til triacylglycerolanalyse opløses det ene restprodukt i 1 ml acetone (se punkt 5.2, første afsnit) og hældes i et 5 ml-reagensglas med skrueprop. Det andet restprodukt opløses i 1 ml *n*-heptan og hældes i et 5 ml-reagensglas med skrueprop med henblik på fremstilling af fedtsyremethylestere.

*Note:* Rensning af olien kan foretages på en kiselgelkolonne som beskrevet i IUPAC-metode 2.507.

##### 5.2. HPLC-analyse af triacylglyceroler.

HPLC-systemet klargøres, så kolonnetemperaturen holdes på 20 °C, og ved brug af propionitril som den mobile fase ved en gennemstrømningshastighed på 0,6 ml/min. Når basislinjen er stabil, injiceres opløsningen. Hvis basislinjen bliver uregelmæssig i området fra 12 til 25 minutter, opløses prøven med en anden type acetone eller en blanding af propionitril/acetone (25:75).

*Note:* Visse typer acetone frembringer uregelmæssigheder på basislinjen i ovennævnte område.

Der injiceres en prøveportion på 10 µl af opløsningen af rensede olie i acetone (5 %). Processen tager ca. 60 minutter. Ovntemperaturen og/eller gennemstrømningshastigheden skal justeres, så der opnås et kromatogram svarende til kromatogrammet i figur 1, hvor trilinolein (top 1) fordampes ved 15,5 minutter, og opløsningen mellem parrene LLL/OLLn (top 1 og 2) og OLL/OOLn (top 4 og 5) er god.

Højden på top 2 (OLLn+PoLL) skal være mindst 3 % af fuld skala.

### 5.3. Fremstilling af fedtsyremethylestere

0,1 ml af en 2 N-opløsning af kaliumhydroxid i methanol tilsættes opløsningen af rensed olie i 1 ml *n*-heptan. Låget sættes på glasset og skrues godt fast. Glasset rystes kraftigt i 15 sekunder og henstilles, indtil det øverste lag af opløsningen er blevet klart (5 minutter). Opløsningen af *n*-heptan er parat til injektion i gaskromatografen. Opløsningen kan henstilles ved omgivelsestemperatur i højst 12 timer.

### 5.4. GC-analyse af fedtsyremethylestere

Den fremgangsmåde, der er beskrevet under metoden til bestemmelse af umættede transfedtsyrer, anvendes (se bilag X A).

GC-systemet klargøres ved ovntemperatur på 165 °C. Den anbefalede ovntemperatur er isothermisk ved 165 °C i 10 minutter, som efterfølgende hæves til 200 °C med 1,5 °C/min. Der anbefales en injektortemperatur på mellem 220 °C og 250 °C for at minimere dannelsen af transfedtsyrer (se bilag X A) og en detektortemperatur på 250 °C. Hydrogen eller helium skal anvendes som bæregas ved et kolonnetryk på ca. 130 kPa. Injektionsvolumen på 1 ml ved splitinjektion.

En GC-profil svarende til profilen i figur 2 skal opnås. Særlig opmærksomhed rettes mod opløsningen mellem C18:3 og C20:1 (C18:3-toppen skal forekomme før C20:1). For at opnå disse betingelser skal starttemperaturen og/eller kolonnens tryk optimeres. Injektorbetingelserne justeres (temperatur, splitforhold og injektionsvolumen), så sondringen mellem palmitinsyre og palmitolsyre minimeres.

Højden på C20:0-toppen skal være 20 % af fuld skala for at kvantificere transisomererne. Hvis C18:0-toppen er uregelmæssig, reduceres prøvemængden.

## 6. INTEGRATION AF KROMATOGRAMTOPPE

### 6.1. HPLC-kromatogram

I figur 1 vises et typisk HPLC-kromatogram af triacylglyceroler i rensed olivenolie. Med henblik på integration af toppe spores tre basislinjer: den første mellem begyndelsen af top 1 og slutningen af top 3, den anden mellem begyndelsen af top 4 og dalen inden top 8 og den tredje mellem dalen før top 8 og slutningen af top 18.

Det samlede areal er summen af arealerne for alle toppe (identificerede og ikke identificerede) fra top 1 til top 18. Den procentvise andel af hver top beregnes ved formlen

$$\text{TAG}_x (\%) = 100 (A_x + A_T)$$

Resultaterne angives med to decimaler.

### 6.2. GC-kromatogram

I figur 2 vises et GC-kromatogram af fedtsyrealkylestere udtaget fra rensed olivenolie. De procentvise andele af følgende fedtsyrer beregnes:

palmitinsyre	P (C16:0)	= methylester + ethylester
stearinsyre	S (C18:0)	= methylester
palmitolsyre	Po (C16:1)	= summen af methylestere i to <i>cis</i> -isomerer
oliesyre	O (C18:1)	= summen af methylestere i to <i>cis</i> -isomerer + ethylester + transisomerer
linolsyre	L (C18:2)	= methylester + ethylester + transisomerer
linolensyre	Ln (C18:3)	= methylester + transisomerer
arachinsyre	A (C20:0)	= methylester
eicosensyre	G (C20:1)	= methylester

Ethyl og transisomerer af estere er muligvis ikke til stede i GC-kromatogrammet.

Det samlede areal er summen af alle toppe i kromatogrammet fra C14:0 til C24:0, bortset fra arealet for squalen. Den procentvise andel af hver top beregnes ved formlen

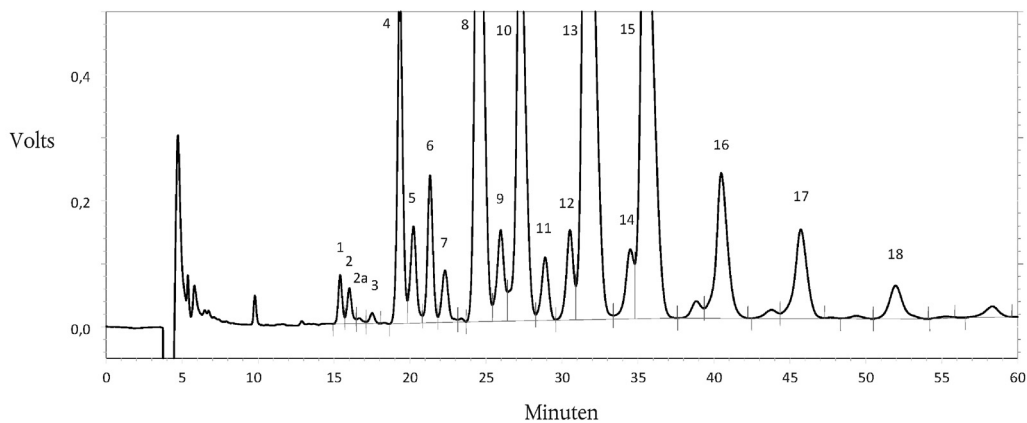
$$\text{FA}_x (\%) = 100 (A_x + A_T)$$

Resultaterne angives med to decimaler.

Ved computerberegninger er det ikke nødvendigt at normalisere 100, da det sker automatisk.

Figur 1

HPLC-kromatogram af TAG'er i jomfruolien "Chamlali". Hovedkomponenter i kromatogramtoppene



- 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.

Tabel 1

Reperiterbarhedsdata fra bestemmelsen af TAG'er i jomfruolie ved HPLC ved en kolonnetemperatur på 20 °C og ved brug af propionitril som mobil fase

ECN	HPLC-toppe	TAG'er	Prøve 1		Prøve 2		Prøve 3		Prøve 4		Prøve 5	
			Gen-nemsnit (%)	RSD <sub>r</sub> (%)	Gen-nemsnit (%)	RSD <sub>r</sub> (%)	Gen-nemsnit (%)	RSD <sub>r</sub> (%)	Gen-nemsnit (%)	RSD <sub>r</sub> (%)	Gen-nemsnit (%)	RSD <sub>r</sub> (%)
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

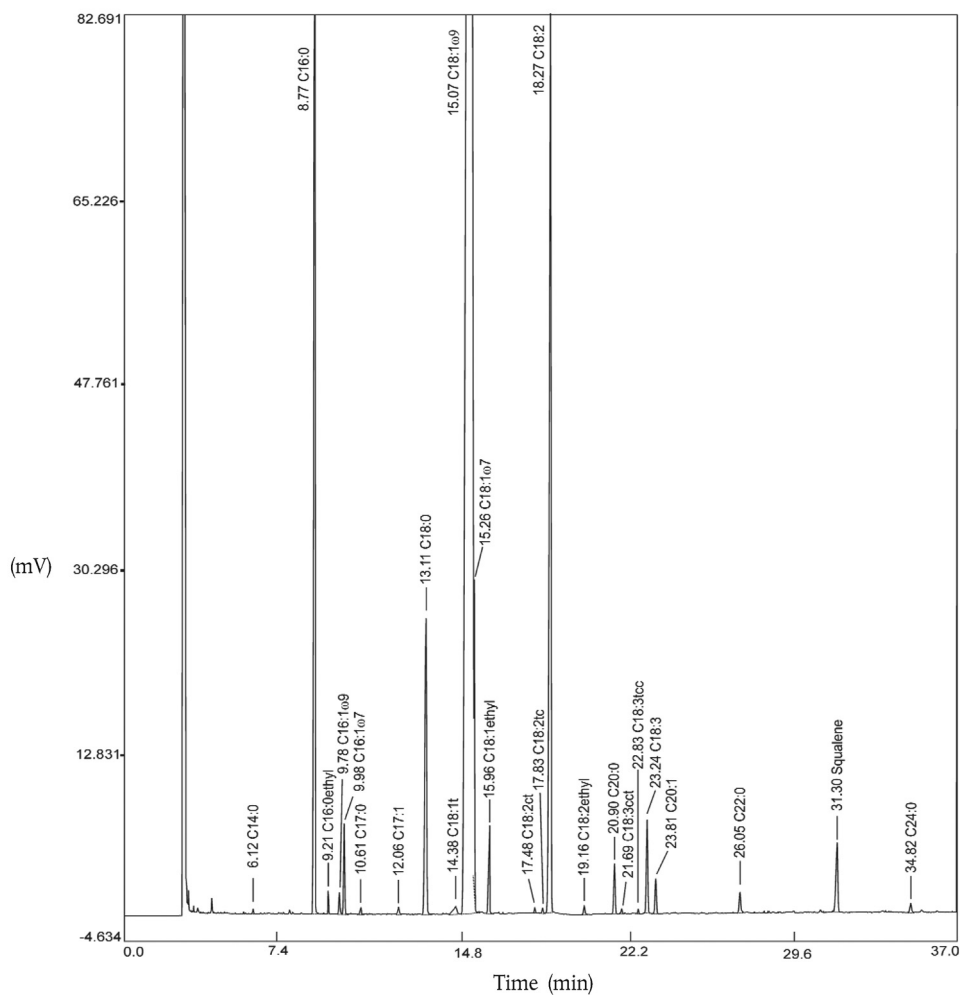
ECN	HPLC-toppe	TAG'er	Prøve 1		Prøve 2		Prøve 3		Prøve 4		Prøve 5	
			Gen-nemsnit (%)	RSD <sub>r</sub> (%)	Gen-nemsnit (%)	RSD <sub>r</sub> (%)	Gen-nemsnit (%)	RSD <sub>r</sub> (%)	Gen-nemsnit (%)	RSD <sub>r</sub> (%)	Gen-nemsnit (%)	RSD <sub>r</sub> (%)
48	12+13	OOO+ PLP+ PoPP	49,60	0,07	48,15	0,06	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 replikater

RSD<sub>r</sub> = relativ standardafvigelse for repeterbarhed

Figur 2

GC-kromatogram af fedtsyrealkylestere udtaget fra olie fra olivenpresserester ved transesterificering med en kold opløsning af KOH i methanol



## 7. PÅVISNING AF FREMMEDE OLIER I OLIVENOLIE

Beregningsmetoden ved påvisning af fremmede olier i olivenolie, hvor matematiske algoritmer sammenlignes med værdierne i databasen med data for ægte olivenolier, er beskrevet i bilag I til standarden IOC/T.20/Doc. No 25.»

---