

380L0891

27. 9. 80

Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων

Αριθ. L 254/35

ΟΔΗΓΙΑ ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 25ης Ιουλίου 1980

σχετικά με την κοινοτική μέθοδο ανάλυσης για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας του ερουκικού οξέος στα λίπη και έλαια που προορίζονται, ως έχουν, για την ανθρώπινη διατροφή, καθώς και στα τρόφιμα στα οποία έχουν προστεθεί λίπη ή έλαια

(80/891/ΕΟΚ)

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Οικονομικής Κοινότητας,

την οδηγία 76/621/ΕΟΚ του Συμβουλίου της 20ής Ιουλίου 1976 περί καθορισμού ανωτάτου ορίου περιεκτικότητας ερουκικού οξέος στα έλαια και τα λίπη που προορίζονται, ως έχουν, για ανθρώπινη διατροφή, καθώς και στα τρόφιμα με προσθήκη ελαίων ή λιπών⁽¹⁾, και ιδίως το άρθρο 3,

Εκτιμώντας:

ότι το άρθρο 2 της οδηγίας 76/621/ΕΟΚ προβλέπει ότι από την 1η Ιουλίου 1979 η περιεκτικότητα σε ερουκικό οξύ των προϊόντων που αναφέρονται στο άρθρο 1 της εν λόγω οδηγίας, υπολογισμένη επί της συνολικής περιεκτικότητας σε λιπαρά οξεία της λιπαρής φάσεως, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 5 %·

ότι το άρθρο 3 της οδηγίας 76/621/ΕΟΚ προβλέπει ότι ο προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε ερουκικό οξύ θα γίνεται με κοινοτική μέθοδο ανάλυσης·

ότι ο κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68 της Επιτροπής της 23ης Σεπτεμβρίου 1968 περί λήψεως και αναγωγής των δειγμάτων καθώς και περί προσδιορισμού της περιεκτικότητας σε έλαιο, ξένα σώματα και υγρασία των ελαιούχων σπόρων⁽²⁾ καθορίζει στο παράρτημα VI, που προστέθηκε με τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 72/77⁽³⁾, μια μέθοδο ανάλυσης για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας του ερουκικού οξέος στους κραιβοσπόρους και γογγυλοσπόρους· ότι η μέθοδος αυτή πρέπει να χρησιμοποιείται ως προκαταρκτική μέθοδος·

ότι σε κανονικές συνθήκες ανάλυσης των λιπαρών οξέων που υπεισέρχονται στη σύσταση των λιπών και των

ελαίων, με αέρια-υγρή χρωματογραφία, δεν είναι δυνατό να γίνει διάκριση του ερουκικού οξέος από τα άλλα ισομερή του δοκοσενοϊκού οξέος όπως το κητολεϊκό οξύ·

ότι είναι απαραίτητο να προσδιορίζεται η περιεκτικότητα του ερουκικού οξέος στα λίπη και έλαια, καθώς και στα τρόφιμα στα οποία έχουν προστεθεί λίπη ή έλαια που είναι δυνατό να περιέχουν κητολεϊκό οξύ και άλλα ισομερή του δοκοσενοϊκού οξέος·

ότι δεν πρέπει να προσδιορίζεται η περιεκτικότητα του ερουκικού οξέος στα λίπη, έλαια και στα τρόφιμα στα οποία έχουν προστεθεί λίπη ή έλαια, αν η προκαταρκτική τους ανάλυση δείχνει ότι η συνολική περιεκτικότητα σε δοκοσενοϊκό οξύ ή cis-δοκοσενοϊκό οξύ δεν ξεπερνά το 5 %·

ότι, έως ότου να βρεθεί μια πιο ακριβής μέθοδος ανάλυσης για τον προσδιορισμό του ερουκικού οξέος, αυτή η αναλυτική μέθοδος θεωρείται η πιο κατάλληλη·

ότι τα μέτρα που προβλέπονται στην παρούσα οδηγία είναι σύμφωνα με τη γνώμη της Μόνιμης Επιτροπής Τροφίμων,

ΕΞΕΛΩΣΕ ΤΗΝ ΠΑΡΟΥΣΑ ΟΔΗΓΙΑ:

Άρθρο 1

Τα κράτη μέλη απαιτούν, η ανάλυση που είναι απαραίτητη για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας του ερουκικού οξέος στα προϊόντα που αναφέρονται στο άρθρο 1 της οδηγίας 76/621/ΕΟΚ, να γίνεται σύμφωνα με το άρθρο 2.

Άρθρο 2

1. Ως προκαταρκτική ανάλυση, εκτελείται ένας από τους παρακάτω προσδιορισμούς:

- α) είτε της συνολικής περιεκτικότητας σε δοκοσενοϊκό οξύ των προϊόντων που αναφέρονται στο άρθρο 1, χρησιμοποιώντας τη μέθοδο που ορίζεται στο παράρτημα VI του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68·
- β) είτε της συνολικής περιεκτικότητας σε cis-δοκοσενοϊκό οξύ των προϊόντων που αναφέρονται στο

⁽¹⁾ ΕΕ αριθ. L 202 της 28. 7. 1976, σ. 35.

⁽²⁾ ΕΕ αριθ. L 239 της 28. 9. 1968, σ. 2.

⁽³⁾ ΕΕ αριθ. L 12 της 15. 1. 1977, σ. 11.

χρησιμοποιώντας τη μέθοδο που ορίζεται στο παράρτημα VI του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68·

- 6) είτε της συνολικής περιεκτικότητας σε *cis*-δοκοσενοϊκό οξύ των προϊόντων που αναφέρονται στο άρθρο 1, με τη μέθοδο που ορίζεται στο παράρτημα VI του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68, χρησιμοποιώντας αέρια-υγρή χρωματογραφία σε συνθήκες όπου διαχωρίζονται τα ισομερή *cis* και *trans* του δοκοσενοϊκού οξέος· οι στάσιμες φάσεις που είναι κατάλληλες για το σκοπό αυτό είναι, π.χ., τα κυανοπροπυλοπολυσιλοξάνια ή οι υγροί κρύσταλλοι.

2. Αν η συνολική περιεκτικότητα:

- α) είτε του δοκοσενοϊκού οξέος, που προσδιορίζεται σύμφωνα με την παράγραφο 1 στοιχείο α)·
- 6) είτε του *cis*-δοκοσενοϊκού οξέος, που προσδιορίζεται σύμφωνα με την παράγραφο 1 στοιχείο 6), στα προϊόντα που αναφέρονται στο άρθρο 1, υπολογιζόμενη πάνω στη συνολική τους περιεκτικότητα σε λιπαρά οξέα στη λιπαρή φάση, δεν ξεπερνά το 5%, τότε δεν απαιτείται κανένας παραπέρα προσδιορισμός. Στην αντίθετη περίπτωση, η περιεκτικότητα

σε ερουκικό οξύ προσδιορίζεται με τη μέθοδο που περιγράφεται στο παράρτημα της παρούσας οδηγίας.

Άρθρο 3

Τα κράτη μέλη δεσπίζουν τις νομοθετικές, κανονιστικές και διοικητικές διατάξεις που είναι απαραίτητες για να συμμορφωθούν με την οδηγία αυτή, το αργότερο την 1η Φεβρουαρίου 1982. Ενημερώνουν την Επιτροπή αμέσως.

Άρθρο 4

Η οδηγία αυτή απευθύνεται στα κράτη μέλη.

Βρυξέλλες, 25 Ιουλίου 1980.

Για την Επιτροπή

Étienne DAVIGNON

Μέλος της Επιτροπής

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ**ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΤΟΥ ΕΡΟΥΚΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΣΤΑ ΛΙΠΗ ΚΑΙ ΕΛΑΙΑ ΠΟΥ ΠΡΟΟΡΙΖΟΝΤΑΙ, ΩΣ ΕΧΟΥΝ, ΓΙΑ ΤΗΝ ΑΝΘΡΩΠΙΝΗ ΔΙΑΤΡΟΦΗ, ΚΑΘΩΣ ΚΑΙ ΣΤΑ ΤΡΟΦΙΜΑ ΣΤΑ ΟΠΟΙΑ ΕΧΟΥΝ ΠΡΟΣΤΕΘΕΙ ΛΙΠΗ Ή ΕΛΑΙΑ****I. ΕΙΣΑΓΩΓΗ**

1. **ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ**
 - 1.1. **Γενικά**

Το βάρος του δείγματος εργαστηρίου που προορίζεται για ανάλυση πρέπει να είναι κανονικά 50 g, εκτός αν απαιτείται μεγαλύτερη ποσότητα.
 - 1.2. **Προετοιμασία του δείγματος**

Το δείγμα πρέπει να ομογενοποιηθεί πριν από την ανάλυση.
 - 1.3. **Διατήρηση**

Αφού προετοιμαστεί με τον τρόπο αυτό, το δείγμα πρέπει να διατηρηθεί σε ένα αεροστεγές δοχείο.
2. **ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ**
 - 2.1. **Νερό**
 - 2.1.1. Το νερό που χρειάζεται για τα διαλύματα, αραιά διαλύματα και για την έκπλυση, πρέπει να είναι αποσταγμένο ή απιονισμένο με τουλάχιστον αντίστοιχη καθαρότητα.
 - 2.1.2. Όπου γίνεται λόγος για «διάλυμα» ή για «αραιό διάλυμα» χωρίς καμία άλλη ένδειξη αντιδραστήριου, τότε πρόκειται για υδατικό διάλυμα ή αραιό διάλυμα.
 - 2.2. **Χημικές ενώσεις**

Όλες οι ενώσεις πρέπει να έχουν αναλυτική καθαρότητα, εκτός αν αναφέρεται αλλιώς.
3. **ΟΡΓΑΝΑ**
 - 3.1. **Κατάλογος οργάνων**

Ο κατάλογος αυτός περιέχει μόνο εκείνα τα όργανα που προορίζονται για εξειδικευμένη χρήση και έχουν ειδικές προδιαγραφές.
 - 3.2. **Αναλυτικός ζυγός**

Ο ζυγός αυτός πρέπει να έχει ευαισθησία 0,1 mg ή μεγαλύτερη.
4. **ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ**
 - 4.1. **Αποτελέσματα**

Το αποτέλεσμα που θα αναφέρεται στην επίσημη έκθεση ανάλυσης πρέπει να είναι ο μέσος όρος που λαμβάνεται από δύο τουλάχιστον προσδιορισμούς που έχουν ικανοποιητική επαναληψιμότητα.
 - 4.2. **Υπολογισμός του ποσοστού (%)**

Αν δεν υπάρχει άλλη πρόβλεψη, τα αποτελέσματα εκφράζονται σε ποσοστά (%) κατά βάρος του συνόλου των λιπαρών οξέων στο δείγμα, όπως παραλαμβάνεται από το εργαστήριο.
 - 4.3. **Αριθμός των σημαντικών ψηφίων**

Στο αποτέλεσμα δεν πρέπει να δίνονται περισσότερα σημαντικά ψηφία από ό,τι επιτρέπει η ακρίβεια της μεθόδου.

II. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΕΡΟΥΚΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ

1. **ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ**

Η μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε ερουκικό οξύ των:

 - α) λιπών και ελαίων που περιέχουν κητολεϊκό οξύ (ένα cis ισομερές του δοκοσενοϊκού οξέος που βρίσκεται μέσα στα ιχθυέλαια), και

6) υδρογονωμένων λιπών και ελαίων που περιέχουν τα cis και trans ισομερή του δοκοσενοϊκού οξέος.

2. ΟΡΙΣΜΟΣ

Περιεκτικότητα σε ερουκικό οξύ: η περιεκτικότητα σε ερουκικό οξύ όπως προσδιορίζεται με τη μέθοδο που αναφέρεται παρακάτω.

3. ΑΡΧΗ

Οι μεθυλεστέρες των λιπαρών οξέων διαχωρίζονται με χρωματογραφία λεπτών στρωμάτων σε χαμηλή θερμοκρασία, με ροφητικό μέσο στο οποίο έχει προστεθεί νιτρικός αργύρος και προσδιορίζονται ποσοτικά με αέρια-υγρή χρωματογραφία.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διαιθυλαιθέρας πρόσφατης απόσταξης, χωρίς υπεροξείδιο.

4.2. n-εξάνιο.

4.3. Silica gel G, για χρωματογραφία λεπτών στρωμάτων.

4.4. Silica gel, για χρωματογραφία σε στήλη.

4.5. Διάλυμα νιτρικού αργύρου, 200 g/l. Διαλύουμε 24 g νιτρικού αργύρου σε νερό και προσθέτουμε νερό έως τα 120 ml.

4.6. Διάλυμα ερουκικού μεθυλεστέρα 5 mg/ml. Διαλύουμε 50 mg ερουκικού μεθυλεστέρα σε μερικά ml n-εξανίου και αραιώνουμε στα 10 ml με n-εξάνιο.

4.7. Εσωτερικό πρότυπο διάλυμα τετρακοζανοϊκού (λιγνοκηρικού) μεθυλεστέρα, 0,25 mg/ml. Διαλύουμε 25 mg τετρακοζανοϊκού μεθυλεστέρα σε μερικά ml n-εξανίου (όπως στο 4.6) και αραιώνουμε στα 100 ml με n-εξάνιο.

4.8. Διαλύτης ανάπτυξης: Τολουόλιο και n-εξάνιο, 90 : 10 (όγκο : όγκο).

4.9. Διάλυμα 2,7 διχλωροφθορεσκείνης 0,5 g/l. Διαλύουμε θερμαίνοντας και αναδεύοντας 50 mg 2,7 διχλωροφθορεσκείνης σε 100 ml υδατικού διαλύματος μεθανόλης 50 %.

5. ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Όργανα για χρωματογραφία λεπτών στρωμάτων και ιδιαίτερα.

5.1.1. Μονάδα κατάψυξης με ικανότητα να διατηρεί το δοχείο ανάπτυξης και το περιεχόμενό του σε θερμοκρασίες -20°C έως -25°C .

5.1.2. Γυάλινες πλάκες 200 × 200 mm.

5.1.3. Λυχνία υπεριωδών ακτίνων.

5.1.4. Γυάλινες στήλες, με μήκος 200 mm, εσωτερική διάμετρο 10 mm, με φίλτρο από βαλοδάμδακα ή πορώδες γυαλί. Εναλλακτικά, μικρές χοάνες με φίλτρο από πορώδες γυαλί.

5.1.5. Όργανο για την απόθεση των διαλυμάτων στις πλάκες με τη μορφή στενής λουρίδας ή γραμμής.

5.2. Συσκευή αέριας-υγρής χρωματογραφίας, συνδεδεμένη με ηλεκτρονικό ολοκληρωτή, όπως περιγράφεται στη τμήμα III του παραρτήματος VI του κανονισμού της Επιτροπής (ΕΟΚ) αριθ. 72/77.

6. ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

6.1. Προπαρασκευή των μεθυλεστερών των λιπαρών οξέων

Παίρνουμε περίπου 400 mg από το έλαιο ή λίπος του δείγματος για ανάλυση και προετοιμάζουμε ένα διάλυμα που περιέχει περίπου 20 έως 50 mg/ml των μεθυλεστερών των λιπαρών οξέων σε n-εξάνιο, με τη μέθοδο που περιγράφεται στο τμήμα II. 3 του παραρτήματος VI του κανονισμού της Επιτροπής (ΕΟΚ) αριθ. 72/77.

6.2. Χρωματογραφία λεπτών στρωμάτων

6.2.1. Προετοιμασία των πλακών

Τοποθετούμε 60 g silica gel (4.3) σε μια σφαιρική φιάλη των 500 ml, προσθέτουμε 120 ml διαλύματος νιτρικού αργύρου (4.5) και ανακινούμε για ένα λεπτό ώστε να ομογενοποιηθεί πλήρως ο

πολτός. Απλώνουμε τον πολτό αυτό με το συνηθισμένο τρόπο πάνω στις πλάκες· το πάχος του στρώματος πρέπει να είναι 0,5 mm περίπου. Αυτή η ποσότητα πολτού είναι αρκετή για την προετοιμασία πέντε πλακών 200 x 200 mm.

Ξηραίνουμε εν μέρει τις πλάκες στον αέρα (κατά προτίμηση αφήνοντάς τες στο σκοτάδι για 30 λεπτά). Ξηραίνουμε πλήρως και ενεργοποιούμε τις πλάκες τοποθετώντας τες σε πυριατήριο στους 100 °C για δύο ώρες και 30 λεπτά. Χρησιμοποιούμε τις πλάκες όσο γίνεται γρηγορότερα μετά την ενεργοποίηση ή τις αποθηκεύουμε προσεκτικά σε ένα σκοτεινό ντουλάπι και τις επανενεργοποιούμε πριν από τη χρήση τους. (Σημείωση: η ενεργοποίηση στους 110 °C για μία ώρα μπορεί να είναι ικανοποιητική αρκεί οι πλάκες να μην αμαυρωθούν). Χαράζουμε αυλάκια διά μέσου της επικάλυψης σε απόσταση 10 mm από τις πλευρές και στο πάνω μέρος κάθε πλάκας πριν από τη χρήση τους, για να μειώσουμε τις περιθωριακές επιδράσεις στη διάρκεια της ανάπτυξης.

6.2.2. *Απόθεση των μεθυλεστέρων*

Χρησιμοποιώντας τον αποθέτη (5.1.5), δάζουμε 50 ml του διαλύματος των μεθυλεστέρων (6.1) που παρασκευάζεται από το δείγμα για ανάλυση, σε μια γραμμή με μήκος 50 mm και που απέχει τουλάχιστον 40 mm από τις πλευρές και 10 mm από το κάτω μέρος της πλάκας. Αποθέτουμε με τον ίδιο τρόπο 100 μl διαλύματος που περιέχει ίσους όγκους του διαλύματος των μεθυλεστέρων (6.1) και του διαλύματος του ερουκικού μεθυλεστέρα (4.6). Κατά την απόθεση των διαλυμάτων απαιτείται ιδιαίτερη προσοχή δεδομένης της ευθραυστότητας της επικάλυψης. Μετά την απόθεση των μεθυλεστέρων, το κάτω μέρος της πλάκας μπορεί να τοποθετηθεί μέσα σε διαιθυλαιθέρα έως ότου ο τελευταίος αυτός να ανέρθει σε επίπεδο 5 mm πάνω από τη ζώνη απόθεσης του δείγματος. Με τον τρόπο αυτό οι μεθυλεστέρες συγκεντρώνονται σε μια στενή λουρίδα.

Σημείωση: Μπορούμε αν θέλουμε να αποθέσουμε 50 μl του διαλύματος του ερουκικού μεθυλεστέρα (4.6) στην πλάκα για να υποδοθηθεί η ταυτοποίηση της ζώνης του ερουκικού μεθυλεστέρα μετά την ανάπτυξη (βλέπε εικόνα).

6.2.3. *Ανάπτυξη των πλακών*

Φέρουμε μια επαρκή ποσότητα του διαλύτη ανάπτυξης (4.8) μέσα στο δοχείο, σε βάθος 5 mm περίπου, και τοποθετούμε το δοχείο μαζί με το κάλυμμά του μέσα σε έναν καταψύκτη (5.1.1) στους -25 °C ή σε όσο το δυνατό πλησιέστερη θερμοκρασία. Σε ορισμένες περιπτώσεις μπορεί να είναι χρήσιμη η επένδυση του δοχείου. Μετά δύο ώρες τοποθετούμε προσεκτικά την πλάκα στο δοχείο και αφήνουμε το διαλύτη να ανέρθει σε επίπεδο ανάμεσα στο μισό και στα δύο τρίτα του ύψους της πλάκας. Αφαιρούμε την πλάκα και εξατμίζουμε ήπια το διαλύτη σε ρεύμα αζώτου. Τοποθετούμε πάλι την πλάκα στο δοχείο και αφήνουμε το διαλύτη να ανέρθει έως το ανώτερο άκρο της πλάκας. Αφαιρούμε την πλάκα και, όπως προηγουμένως, την ξηραίνουμε σε ρεύμα αζώτου και στη συνέχεια την ψεκάζουμε με το διάλυμα της 2,7 διχλωροφθορεσκεΐνης (4.9).

Εξετάζουμε την πλάκα σε υπεριώδες φως και εντοπίζουμε τη ζώνη του ερουκικού μεθυλεστέρα που υπάρχει στο δείγμα, με αναφορά προς την πιο έντονη ζώνη του δείγματος στο οποίο έχει προστεθεί ερουκικός μεθυλεστέρας (βλέπε εικόνα).

6.2.4. *Διαχωρισμός των κλασμάτων των μεθυλεστέρων*

Αποξύνουμε τη ζώνη του ερουκικού μεθυλεστέρα που προέρχεται από το δείγμα μέσα σε ένα ποτήρι των 50 ml φροντίζοντας να μην υπάρξουν απώλειες. Μεταφέρουμε το silica gel που δρίσκεται πάνω και κάτω από τη ζώνη του ερουκικού μεθυλεστέρα σε ένα άλλο ποτήρι των 50 ml. Η ζώνη αυτή περιέχει όλα τα άλλα κλάσματα των μεθυλεστέρων των λιπαρών οξέων. Προσθέτουμε 1 ml του πρότυπου διαλύματος τετρακοζαναϊκού μεθυλεστέρα (4.7) και 10 ml διαιθυλαιθέρα (4.1) σε κάθε ποτήρι. Αναδεύουμε και μεταφέρουμε τα περιεχόμενα των ποτηριών σε χωριστές στήλες ή χοάνες (5.1.4) που περιέχουν 1 g silica gel περίπου (4.4) και διαχωρίζουμε τους μεθυλεστέρες με τη βοήθεια τριών ή τεσσάρων τμημάτων των 10 ml διαιθυλαιθέρα. Συλλέγουμε τα διηθήματα σε μικρές φιάλες. Εξατμίζουμε κάθε διήθημα με χρήση ενός ήπιου ρεύματος αζώτου και μεταφέρουμε τους μεθυλεστέρες σε μικρούς γυάλινους σωλήνες με ακίδωτο πυθμένα. Αφαιρούμε όλο τον υπόλοιπο διαλύτη με εξάτμιση σε ρεύμα αζώτου με τέτοιο τρόπο ώστε να συγκεντρωθούν οι μεθυλεστέρες στον πυθμένα των σωλήνων. Διαλύουμε τους μεθυλεστέρες σε 25 έως 50 μl n-εξανίου (4.2).

6.3. *Αέρια-υγρή χρωματογραφία*

6.3.1. Εκτελούμε τη διαδικασία που περιγράφεται στο τμήμα III του παραρτήματος VI του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 72/77 της Επιτροπής και αναλύουμε 1 έως 2 μl των διαλυμάτων των μεθυλεστέρων που λαμβάνονται: α) από το κλάσμα που περιέχει ερουκικό μεθυλεστέρα και β) από τα κλάσματα που περιέχουν το υπόλοιπο των μεθυλεστέρων των λιπαρών οξέων.

- 6.3.2. Ο ηλεκτρονικός ολοκληρωτής υπολογίζει τα παρακάτω εμβαδά κορυφών:
- A) από το χρωματογράφημα του κλάσματος που περιέχει τον ερουκικό μεθυλεστέρα:
- α) ερουκικού μεθυλεστέρα (E),
 - β) εσωτερικού προτύπου (L_1),
 - γ) τα συνολικά εμβαδά των κορυφών των μεθυλεστέρων εκτός από το εσωτερικό πρότυπο (EF).
- B) από το χρωματογράφημα των κλασμάτων που περιέχουν το υπόλοιπο των μεθυλεστέρων των λιπαρών οξέων:
- α) τα συνολικά εμβαδά των κορυφών των μεθυλεστέρων εκτός από το εσωτερικό πρότυπο (RF),
 - β) του εσωτερικού προτύπου (L_2).

7. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

7.1. Μέθοδος και τύπος υπολογισμού

- 7.1.1. Η περιεκτικότητα σε ερουκικό οξύ του δείγματος, εκφραζόμενη ως μεθυλεστέρας σε ποσοστό % της περιεκτικότητας σε μεθυλεστέρες του συνόλου των λιπαρών οξέων του δείγματος, δίνεται από τον τύπο:

$$L_1 \left(\frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right) \times 100$$

όπου:

E, EF, RF, L_1 και L_2 είναι τα εμβαδά των κορυφών που αναφέρονται στο σημείο 6.3.2, διορθωμένα αν είναι απαραίτητο με χρήση συντελεστών βαθμολόγησης.

Η περιεκτικότητα σε ερουκικό μεθυλεστέρα που λαμβάνεται από τον παραπάνω τύπο είναι ισοδύναμη με την περιεκτικότητα σε ερουκικό οξύ, που εκφράζεται ως ποσοστό % της συνολικής περιεκτικότητας σε λιπαρά οξέα στο δείγμα.

- 7.1.2. Αν τα εμβαδά των κορυφών λαμβάνονται ως ποσοστά %, οι τιμές EF και RF μπορούν να υπολογιστούν ως εξής:

$$EF = 100 - L_1$$

$$RF = 100 - L_2$$

- 7.1.3. Η μέθοδος υπολογισμού (7.1.1) προϋποθέτει ότι η περιεκτικότητα του τετρακοζανοϊκού οξέος στο δείγμα είναι αμελητέα. Αν υπάρχει αρκετή ποσότητα του οξέος αυτού, η τιμή για το τετρακοζανοϊκό οξύ (L_2), που λαμβάνεται από το χρωματογράφημα των κλασμάτων που περιέχουν το υπόλοιπο των μεθυλεστέρων των λιπαρών οξέων, πρέπει να μειωθεί σε:

$$L_2 - T_2$$

όπου:

$$T_2 = \frac{T_0 P_2}{P_0}$$

και:

T_2 = το εμβαδόν της κορυφής του τετρακοζανοϊκού μεθυλεστέρα που προέρχεται από το δείγμα και που αποτελεί μέρος του εμβαδού της κορυφής που αποδίνεται στο εσωτερικό πρότυπο, στο χρωματογράφημα του υπόλοιπου κλάσματος των μεθυλεστέρων των λιπαρών οξέων.

P_2 = το εμβαδόν της κορυφής του παλμιτικού μεθυλεστέρα που λαμβάνεται από το χρωματογράφημα του υπόλοιπου κλάσματος.

T_0 = το εμβαδόν της κορυφής του τετρακοζανοϊκού μεθυλεστέρα που λαμβάνεται από το χρωματογράφημα των μεθυλεστέρων του συνόλου των λιπαρών οξέων όπως προσδιορίζεται από την ανάλυση που αναφέρεται στο άρθρο 2 της οδηγίας αυτής.

P_0 = το εμβαδόν της κορυφής του παλμιτικού μεθυλεστέρα που λαμβάνεται από το χρωματογράφημα των μεθυλεστέρων του συνόλου των λιπαρών οξέων όπως προσδιορίζεται από την ανάλυση που αναφέρεται στο άρθρο 2 της οδηγίας αυτής.

7.1.4. Προέλευση του τύπου

Η αναλογία των λιπαρών οξέων στο κλάσμα που περιέχει τον ερουκικό μεθυλεστέρα, εκφραζόμενη ως ποσοστό % του συνόλου των λιπαρών οξέων στο δείγμα, δίνεται από τον τύπο:

$$\frac{\frac{EF}{L_1}}{\frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2}} \times 100 \quad \text{ή} \quad \frac{EF}{L_1 \left(\frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right)} \times 100$$

Η αναλογία του ερουκικού οξέος στο κλάσμα που περιέχει τον ερουκικό μεθυλεστέρα είναι:

$$\frac{E}{EF}$$

Άρα η περιεκτικότητα σε ερουκικό οξύ του δείγματος, εκφραζόμενη ως ποσοστό % του συνόλου των λιπαρών οξέων δίνεται από τον τύπο:

$$L_1 \left(\frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right) \times \frac{E}{EF} \times 100 \quad \text{ή} \quad L_1 \left(\frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right) \times 100$$

7.1.5. Επαναληψιμότητα

Η διαφορά ανάμεσα στα αποτελέσματα δύο προσδιορισμών που γίνονται ταυτόχρονα ή με μικρή χρονική διαφορά πάνω στο ίδιο δείγμα, από τον ίδιο χημικό και κάτω από τις ίδιες συνθήκες, δεν πρέπει να ξεπερνά το 10 % του αποτελέσματος ή το 0,5 g ανά 100 g δείγματος, παίρνοντας τη μεγαλύτερη τιμή.

ΕΙΚΟΝΑ

Τυπικό χρωματογράφημα λεπτών στρωμάτων όπου φαίνεται ο διαχωρισμός των μεθυλεστέρων του ερουκικού οξέος, του κητολείκού οξέος και των trans-ισομερών του δοκοσενοϊκού οξέος

Μεθυλεστέρες κορεσμένων λιπαρών οξέων

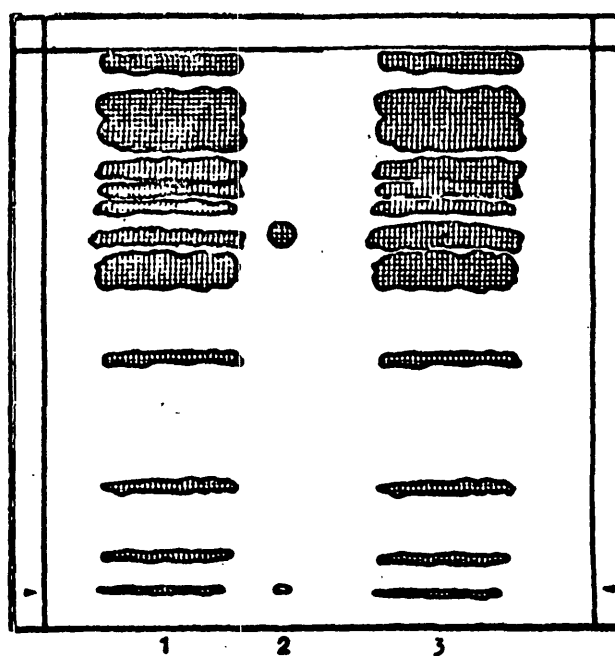
Trans-ισομερή

Ερουκικός μεθυλεστέρας (*)

Κητολείκος μεθυλεστέρας

Άλλα μονοένια

Διένια και πολυένια



1. Δείγμα.

2. Ερουκικός μεθυλεστέρας.

3. Δείγμα + ερουκικός μεθυλεστέρας.

(*) Το κλάσμα του ερουκικού μεθυλεστέρα θα περιέχει συνήθως μεθυλεστέρες άλλων οξέων με ένα διπλό δεσμό (monoenoic) αλλά πρέπει να μην περιέχει κητολείκό μεθυλεστέρα.