

II

(Nem jogalkotási aktusok)

RENDELETEK

A BIZOTTSÁG 61/2011/EU RENDELETE

(2011. január 24.)

az olívaolaj és az olívamadaradék-olaj jellemzőiről és az ezekre vonatkozó elemzési módszerekről szóló 2568/91/EGK rendelet módosításáról

AZ EURÓPAI BIZOTTSÁG,

tekintettel az Európai Unió működéséről szóló szerződésre,

tekintettel a mezőgazdasági piacok közös szervezésének létrehozásáról, valamint egyes mezőgazdasági termékekre vonatkozó egyedi rendelkezésekről szóló, 2007. október 22-i 1234/2007/EK tanácsi rendeletre (az egységes közös piacszervezésről szóló rendelet) ⁽¹⁾ és különösen annak 113. cikke (1) bekezdésének a) pontjára és 121. cikkének h) pontjára, összefüggésben 4. cikkével,

mivel:

- (1) A 2568/91/EGK bizottsági rendelet ⁽²⁾ meghatározza az olívaolajok és az olívamadaradék-olajok fizikai és kémiai jellemzőit és az e jellemzők elemzésére szolgáló módszereket. A módszereket és az olajok jellemzőire vonatkozó határértékeket indokolt a vegyészszakértők véleményének, valamint a Nemzetközi Olívaolaj-tanács keretein belül folyó munka eredményeinek megfelelően frissíteni.
- (2) Különös tekintettel a vegyészszakértők azon következtetésére, mely szerint az extra szűz olívaolajban található zsírsav-etilészter (FAEE) és zsírsav-metilészter (FAME) mennyisége fontos minőségi paraméter, indokolt megállapítani az ezen észterek mennyiségére vonatkozó határértékeket és mennyiségük meghatározásának módját.
- (3) Annak érdekében, hogy kellő idő álljon rendelkezésre az új szabványokhoz történő alkalmazkodásra és az alkalmazásukhoz szükséges eszközök bevezetésére, valamint a kereskedelmi ügyletek zavarait megelőzendő célszerű az e rendelet szerinti módosításokat 2011. április 1-jétől alkalmazni. Ugyanezen okból célszerű úgy rendelkezni, hogy az említett időpontig az Európai Unióban jogszerűen gyártott és címkézett, illetve az Európai Unió területére jogszerűen behozott és szabad forgalomba bocsátott olívaolajok és olívamadaradék-olajok a készletek kimerüléséig forgalomba hozhatók legyenek.

(4) A 2568/91/EGK rendeletet ezért ennek megfelelően módosítani kell.

(5) Az e rendeletben előírt intézkedések összhangban vannak a mezőgazdasági piacok közös szervezésével foglalkozó irányítóbizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

1. cikk

A 2568/91/EGK rendelet a következőképpen módosul:

1) A 2. cikk (1) bekezdése a következő francia bekezdéssel egészül ki:

„— a viasz-, valamint a zsírsav-metilészter- és zsírsav-etilészter-tartalom kapilláris gázkromatográfiával történő meghatározása a XX. melléklet szerinti módszerrel”

2) A mellékletek összefoglalása a következő szövegrésszel egészül ki:

„XX. melléklet A viasz-, valamint a zsírsav-metilészter- és zsírsav-etilészter-tartalom kapilláris gázkromatográfiával történő meghatározásának módszere”

3) Az I. melléklet helyébe e rendelet I. mellékletének szövege lép.

4) A rendelet az ezen rendelet II. mellékletében meghatározott XX. melléklettel egészül ki.

2. cikk

A 2011. április 1-je előtt az Európai Unióban jogszerűen gyártott és címkézett, illetve az Európai Unió területére jogszerűen behozott és szabad forgalomba bocsátott termékek a készletek kimerüléséig forgalomba hozhatók.

⁽¹⁾ HL L 299., 2007.11.16., 1. o.

⁽²⁾ HL L 248., 1991.9.5., 1. o.

3. cikk

Ez a rendelet az *Európai Unió Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő harmadik napon lép hatályba.

Ezt a rendeletet 2011. április 1-jétől kell alkalmazni.

Ez a rendelet teljes egészében kötelező és közvetlenül alkalmazandó valamennyi tagállamban.

Kelt Brüsszelben, 2011. január 24-én.

a Bizottság részéről
az elnök
José Manuel BARROSO

AZ OLÍVAOLAJ JELLEMZŐI

Kategória	zsírsav-metilészterek (FAME) és zsírsav-etilészterek (FAEE)	Savasság (%) (*)	Peroxid-szám mEq O ₂ /kg (*)	Viaszok mg/kg (**)	2-gliceril-monopalmitát (%)	Sztigmasztadiének mg/kg (1)	HPLC és ECN42 elméleti úton számított értéke közötti különbség	K ₂₃₂ (*)	K ₂₇₀ (*)	Delta-K (*)	Organileptikus elemzés Hibamedán (Md) (*)	Organileptikus elemzés Gyümölcsösségi medián (Mf) (*)
1. Extra szűz olívaolaj	Σ FAME + FAEE \leq 75 mg/kg vagy 75 mg/kg < Σ FAME + FAEE \leq 150 mg/kg és (FAEE/FAME) \leq 1,5	\leq 0,8	\leq 20	\leq 250	\leq 0,9 ha a palmitinsav % összege \leq 14 % \leq 1,0 ha a palmitinsav % összege $>$ 14 %	\leq 0,10	\leq 0,2	\leq 2,50	\leq 0,22	\leq 0,01	Md = 0	Mf $>$ 0
2. Szűz olívaolaj	—	\leq 2,0	\leq 20	\leq 250	\leq 0,9 ha a palmitinsav % összege \leq 14 % \leq 1,0 ha a palmitinsav % összege $>$ 14 %	\leq 0,10	\leq 0,2	\leq 2,60	\leq 0,25	\leq 0,01	Md \leq 3,5	Mf $>$ 0
3. Lampante olívaolaj	—	$>$ 2,0	—	\leq 300 (3)	\leq 0,9 ha a palmitinsav % összege \leq 14 % \leq 1,1 ha a palmitinsav % összege $>$ 14 %	\leq 0,50	\leq 0,3	—	—	—	Md $>$ 3,5 (2)	—
4. Finomított olívaolaj	—	\leq 0,3	\leq 5	\leq 350	\leq 0,9 ha a palmitinsav % összege \leq 14 % \leq 1,1 ha a palmitinsav % összege $>$ 14 %	—	\leq 0,3	—	\leq 1,10	\leq 0,16	—	—
5. Finomított olívaolajokból és szűz olívaolajokból	—	\leq 1,0	\leq 15	\leq 350	\leq 0,9 ha a palmitinsav % összege \leq 14 % \leq ha a palmitinsav % összege $>$ 14 %	—	\leq 0,3	—	\leq 0,90	\leq 0,15	—	—
6. Nyers olívamardék-olaj	—	—	—	$>$ 350 (4)	\leq 1,4	—	\leq 0,6	—	—	—	—	—
7. Finomított olívamardék-olaj	—	\leq 0,3	\leq 5	$>$ 350	\leq 1,4	—	\leq 0,5	—	\leq 2,00	\leq 0,20	—	—
8. Olívamardék-olaj	—	\leq 1,0	\leq 15	$>$ 350	\leq 1,2	—	\leq 0,5	—	\leq 1,70	\leq 0,18	—	—

(1) Kapilláris oszloppal szétválasztható (vagy nem szétválasztható) izomerek összege.

(2) Vagy ahol a hibamedán nem nagyobb 3,5-nél, és a gyümölcsösségi medián 0-val egyenlő.

(3) A 300 mg/kg és 350 mg/kg közötti viasztartalmú olajok lampante olívaolajnak minősülnek, ha a nyílt szénláncú alkoholok összemennyisége nem haladja meg a 350 mg/kg-ot vagy az eritrodio- és uvaoltartalom legfeljebb 3,5 %.

(4) A 300 mg/kg és 350 mg/kg közötti viasztartalmú olajok nyers olívamardék-olajnak minősülnek, ha a nyílt szénláncú alkoholok összemennyisége meghaladja a 350 mg/kg-ot és az eritrodio- és uvaoltartalom nagyobb, mint 3,5 %.

Kategória	Savtartalom ⁽¹⁾						A transz- olaj izomerek összege (%)	A transz- linol + transz- linolén izomerek összege (%)	Szterinösszetétel						Szterinek összege (mg/kg)	Eritrodiol és uvaol (% **)
	Mirisz- tinsav (%)	Linolénsav (%)	Arachidsav (%)	Eiko- szansav (%)	Behénsav (%)	Ligno- rinsav (%)			Koleszterin (%)	Brasszi- kaszterin (%)	Kampesz- terin (%)	Sztigmasz- terin (%)	Béta-szti- toszterin (% ⁽²⁾)	Delta-7- sztigmasz- terin (%)		
1. Extra szűz olívaolaj	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
2. Szűz olívaolaj	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
3. Lampante olívaolaj	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,10	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5 ⁽³⁾
4. Finomított olívaolaj	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
5. Finomított olívaolajokból és szűz	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
6. Nyers olívmaradék-olaj	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 2 500	> 4,5 ⁽⁴⁾
7. Finomított olívmaradék-olaj	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 800	> 4,5
8. Olívmaradék-olaj	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 600	> 4,5

⁽¹⁾ Egyéb zsírsavtartalom (%): palmitin-: 7,5 - 20,0; palmitolein-: 0,3 - 3,5; heptadecán-: ≤ 0,3; heptadecén-: ≤ 0,3; sztearin-: 0,5 - 5,0; olaj-: 55,0 - 83,0; linolén-: 3,5 - 21,0

⁽²⁾ Összesen: Delta-5-23-Sztigmasztadienol+Kleroszterin+Béta-Szitoszterin+Szitosztanol+Delta-5-Avenaszterin+Delta-5-24-Sztigmasztadienol.

⁽³⁾ A 300 mg/kg és 350 mg/kg közötti viasz tartalmú olajok lampante olívaolajnak minősülnek, ha a nyílt szénláncú alkoholok össz mennyisége nem haladja meg a 350 mg/kg-ot vagy az eritrodiol- és uvaoltartalom legfeljebb 3,5 %.

⁽⁴⁾ A 300 mg/kg és 350 mg/kg közötti viasz tartalmú olajok nyers olívmaradék-olajnak minősülnek, ha a nyílt szénláncú alkoholok össz mennyisége meghaladja a 350 mg/kg-ot és az eritrodiol- és uvaoltartalom nagyobb, mint 3,5 %.

Megjegyzések:

a) Az eredményeket ugyanannyi tizedesjegy pontossággal kell megadni, mint amennyi az egyes jellemzők esetében meg van adva.

Az utolsó értékes számjegyet fel kell kerekíteni a következő számjegyre, ha az ezt követő, nem értékes számjegy 4-nél nagyobb.

b) Ha a jellemzői közül bármelyik kívül esik a megállapított határértékeken, az olajat egy másik kategóriába kell sorolni, vagy a tisztaság tekintetében nem megfelelőnek kell minősíteni a rendelet alkalmazásában.

c) Az olaj minőségével kapcsolatos, csillaggal (*) jelzett jellemzők azt jelentik, hogy:

— a lampante olívaolaj esetében ezeket a határértékeket nem kell egyidejűleg betartani;

— szűz olívaolajok esetében ezek közül a határértékek közül legalább egynek a be nem tartása a szűz olívaolajok kategóriáján belüli átsorolással jár, bár az olívaolaj továbbra is a szűz olívaolaj-kategóriák valamelyikéhez tartozik.

d) Az olaj minőségével kapcsolatos, két csillaggal (**) jelölt jellemzők azt jelentik, hogy egyik érintett olívmaradék-olaj esetében sem kell egyidejűleg betartani ezeket a határokat."

II. MELLÉKLET

„XX. MELLÉKLET

A viasz-, valamint a zsírsav-metilészter-és zsírsav-etilészter-tartalom kapilláris gázkromatográfiával történő meghatározásának módszere

1. A MÓDSZER CÉLJA

A módszer célja az olívaolaj viasz-, zsírsav-metilészter- és zsírsav-etilészter-tartalmának meghatározása. Az egyes viaszok és alkilészterek elválasztása a szénatomszám alapján történik. Javasolt a módszer alkalmazása az olívaolaj és az olívapogácsa-olaj megkülönböztetésére, valamint az extra szűz olívaolaj minőségének meghatározására, mivel alkalmas az extra szűz olívaolajból és alacsonyabb minőségű olajból – legyen az szűz, lampante vagy valamely szagtalanított olaj – megtevésztő szándékkal létrehozott keverékek azonosítására.

2. ALAPELV

Megfelelő belső standardok hozzáadása az olajhoz, majd frakcionális kromatográfias eljárás segítségével hidratált-szilikagél-oszlopon. A vizsgálati körülmények között eluált (a triacilglicerinekénél kisebb polaritású) frakció leválasztása, majd kapilláris gázkromatográfia segítségével történő közvetlen elemzése.

3. ESZKÖZÖK

3.1. 25 ml-es térfogatú Erlenmeyer-lombik,

3.2. 15,0 mm belső átmérőjű, 30–40 cm hosszú folyadékkromatográfias **üvegoszlop** megfelelő csappal,3.3. kapillárisoszloppal történő használatra alkalmas **gázkromatográf**, közvetlenül az oszlopra történő injektálásra alkalmas rendszerrel, amely a következő részekből áll:3.3.1. **termosztátvezérlésű kemence hőmérséklet-programozással,**3.3.2. közvetlenül az oszlopra történő injektálásra alkalmas **hideg befecskendező** rendszer,3.3.3. **lángionizációs detektor és konverter-erősítő,**3.3.4. **regisztráló-integráló berendezés** (1. megjegyzés) a konverter-erősítővel (3.3.3. pont) történő használatra, melynek válaszüzeje nem haladja meg az egy másodpercet, és változtatható papírsebességű,

1. megjegyzés: Lehetséges olyan informatizált rendszerek használata is, amelyek alkalmasak a gázkromatográfiai adatok számítógépes feldolgozására.

3.3.5. **ömlesztett szilícium-dioxidból** készült, 8–12 m hosszúságú, 0,25–0,32 mm belső átmérőjű, belülről egyenletesen 0,10–0,30 µm rétegvastagságú folyadékfázissal (2. megjegyzés) borított (**a viaszok, zsírsav-metilészterek és zsírsav-etilészterek elemzésére szolgáló**) kapillárisoszlop,

2. megjegyzés: E célra használhatók a kereskedelmi forgalomban lévő megfelelő folyadékfázisok, mint az SE52, SE54 stb.

3.4. 10 µl térfogatú **mikrofecskendő** közvetlenül az oszlopra történő injektáláshoz, keményített tűvel,3.5. **elektromos rázóberendezés,**3.6. **rotációs bepárló,**3.7. **tokos kemence,**3.8. **analitikai** mérleg, ± 0,1 mg-os mérési pontossággal,

3.9. szokványos laboratóriumi üvegeszközök.

4. REAGENSEK

4.1. **szilikagél**, 60–200 µm mesh. Helyezze a szilikagélt az 500 °C hőmérsékletű tokos kemencébe legalább négy óra hosszára. Hagyja lehűlni, majd adjon hozzá a felhasznált szilikagél mennyisége 2 %-ának megfelelő vízmennyiséget. Alaposan rázza fel a sűrű szuszpenziót, hogy homogénné váljék, majd használat előtt legalább 12 órán keresztül tartsa a szárítóberendezésben.

4.2. **n-hexán**, kromatográfia vagy maradékvizsgálat céljára alkalmas (a tisztaságot ellenőrizni kell).

FIGYELEM! Gőzei a levegővel keveredve gyúlékony elegyet alkotnak! A vizsgálathoz távolítson el minden gyújtóforrást (hőforrás, szikra, nyílt láng)! Győződjön meg róla, hogy az üvegek mindig jól le legyenek zárva! Használat során gondoskodjon megfelelő szellőzésről! Előzze meg a gőzfelhalmozódást és távolítson el minden tűzveszélyes tárgyat, pl. a nem éghetetlen anyagokból készült fűtőberendezéseket és elektromos készülékeket! Az anyag belélegezve idegsejt-károsodást okozhat. Ne lélegezze be a gőzt! Szükség esetén használjon megfelelő lélegeztető berendezést! Szembe és bőrre ne kerüljön!

4.3. **Etil-éter, kromatográfia céljára alkalmas.**

FIGYELEM! Kiemelten tűzveszélyes és közepesen toxikus anyag! Bőrrel érintkezve irritációt okoz. Belégzése káros. Szemkárosodást okozhat. Késleltetett káros hatásokat okozhat. Robbanó peroxidokat képezhet. Gőzei a levegővel keveredve gyúlékony elegyet alkothatnak. A vizsgálathoz távolítson el minden gyújtóforrást (hőforrás, szikra, nyílt láng)! Győződjön meg róla, hogy az üvegek mindig jól le legyenek zárva! Használat során gondoskodjon megfelelő szellőzésről! Előzze meg a gőzfelhalmozódást és távolítson el minden tűzveszélyes tárgyat, pl. a nem éghetetlen anyagokból készült fűtőberendezéseket és elektromos készülékeket! Ne párolja szárazra, illetve majdnem teljesen szárazra! Víz vagy más megfelelő redukálószer hozzáadásával mérsékelhető a peroxidképződés. Ne igya meg az anyagot! Ne lélegezze be a gőzt! Kerülje a hosszan tartó vagy ismételt bőrkontaktust!

4.4. **n-heptán**, kromatográfia céljára alkalmas, vagy **izo-oktán**.

FIGYELEM! Tűzveszélyes anyag! Belégzése káros. A vizsgálathoz távolítson el minden gyújtóforrást (hőforrás, szikra, nyílt láng)! Győződjön meg róla, hogy az üvegek mindig jól le legyenek zárva! Használat során gondoskodjon megfelelő szellőzésről! Ne lélegezze be a gőzt! Kerülje a hosszan tartó vagy ismételt bőrkontaktust!

4.5. **Lauril-arachidát 0,05 % (m/v) standard oldata** (3. megjegyzés) heptánban (belső standard viaszhoz).

3. megjegyzés: Palmitil-palmitát, mirisztill-sztearát és arachidil-laureát egyaránt használható.

4.6. **Metil-heptadekanoát 0,02 % (m/v) standard oldata heptánban (belső standard metil- és etilészterekhez).**

4.7. **Szudán 1 (1-fenilazo-2-naftol).**

4.8. **Vivógáz: hidrogén vagy hélium, gázkromatográfia céljára alkalmas tisztaságban.**

FIGYELMEZTETÉS

Hidrogén. Nyomás alatt kiemelten tűzveszélyes. A vizsgálathoz távolítson el minden gyújtóforrást (hőforrás, szikra, nyílt láng) és a nem éghetetlen anyagokból készült elektromos készülékeket! Győződjön meg róla, hogy a használaton kívüli palack szelepe zárva legyen! Mindig használjon nyomáscsökkentőt! Mielőtt kinyitná a szelepet, csökkentse a nyomáscsökkentő rugójának feszességét! A szelep nyitásakor ne álljon a kieresztőnyílás elé! Használat során gondoskodjon megfelelő szellőzésről! Ne vezessen hidrogént egyik palackból a másikba! Ne keverje a palackban lévő gázt! Gondoskodjon róla, hogy a palack ne borulhasson fel! Ne tegye ki a palackot napfénynek vagy egyéb hőforrásnak! Tartsa a palackot rozsdamentes környezetben! Ne használjon sérült vagy címke nélküli palackot!

Hélium. Nagy nyomáson sűrített gáz. Csökkenti a belélegezhető oxigén koncentrációját. Tartsa zárva a palackot! Használat során gondoskodjon megfelelő szellőzésről! Nem megfelelő szellőzés esetén ne menjen a tárolóterembe! Mindig használjon nyomáscsökkentőt! Mielőtt kinyitná a szelepet, csökkentse a nyomáscsökkentő rugójának feszességét! Ne vezessen gázt egyik palackból a másikba! Gondoskodjon róla, hogy a palack ne borulhasson fel! A szelep nyitásakor ne álljon a kieresztőnyílás elé! Ne tegye ki a palackot napfénynek vagy egyéb hőforrásnak! Tartsa a palackot rozsdamentes környezetben! Ne használjon sérült vagy címke nélküli palackot! Ne lélegezze be a gázt! Kizárólag ipari céllal használható fel.

4.9. Segédgázok:

- Hidrogén, gázkromatográfia céljára alkalmas tisztaságban.
- Levegő, gázkromatográfia céljára alkalmas tisztaságban.

FIGYELMEZTETÉS

Levegő. Nagy nyomáson sűrített gáz. Éghető anyagok jelenlétében óvatosan kezelendő, mivel nagy nyomáson a levegőben található legtöbb szerves vegyület öngyulladás hőmérséklete jelentősen csökken. Győződjön meg róla, hogy a használaton kívüli palack szelepe zárva legyen! Mindig használjon nyomáscsökkentőt! Mielőtt kinyitná a szelepet, csökkentse a nyomáscsökkentő rugójának feszességét! A szelep nyitásakor ne álljon a kieresztőnyílás elé! Ne vezessen gázt egyik palackból a másikba! Ne keverje a palackban lévő gázt! Gondoskodjon róla, hogy a palack ne borulhasson fel! Ne tegye ki a palackot napfénynek vagy egyéb hőforrásnak! Tartsa a palackot rozsdamentes környezetben! Ne használjon sérült vagy címke nélküli palackot! Az ipari felhasználásra szánt levegőt nem szabad belekezezni és lélegeztető berendezésekben alkalmazni.

5. ELJÁRÁS

5.1. A kromatográfiai oszlop előkészítése

Készítsen szuszpenziót 15 g szilikagélből (4.1. pont) és n-hexánból (4.2. pont), és töltsé az oszlopba (3.2. pont). Hagyja magától leülepedni. Teljes ülepedés után elektromos rázóberendezéssel tömörítse, hogy homogénebb kromatográfiai réteget kapjon. Az esetleges szennyeződések eltávolítása érdekében 30 ml n-hexánnal mossa át az oszlopot. Az analitikai mérleg (3.8. pont) segítségével mérjen pontosan 500 mg mintát a 25 ml térfogatú lombikba (3.1. pont), majd a feltételezett viasztartalom függvényében adjon hozzá megfelelő mennyiségű belső standardot (4.5. pont), azaz adjon hozzá olívaolaj esetén 0,1 mg, olívaogácsa-olaj esetén 0,25–0,5 mg lauril-arachidátot, az olívaolajokhoz pedig 0,05 mg metil-heptadekanoátot (4.6. pont).

Az ily módon előkészített mintát 2 x 2 ml n-hexán (4.2. pont) segítségével vigye fel a kromatográfiai oszlopra.

Hagyja lefutni az oldatot 1 mm-rel az abszorbens felszíne fölé. Ismét mossa át az oszlopot 99:1 arányú n-hexán/etil-éter eleggyel, és gyűjtsön össze 220 ml-t úgy, hogy 10 másodpercenként megközelítőleg 15 csepp folyjon át. **(Az így kapott frakció tartalmazza a metil- és etilésztereket és viaszokat.)** (4. megjegyzés) (5. megjegyzés).

4. megjegyzés: A 99:1 arányú n-hexán/etil-éter keveréket minden nap frissen kell elkészíteni.

5. megjegyzés: A viaszok megfelelő eluálódásának vizuális ellenőrzése érdekében a mintaoldathoz hozzáadhat 100 µl szudán 1 színezőanyagot, az eluáló elegy 1 %-a arányában.

A színezőanyag retenció ideje a viaszoké és a triacilglicerineké között helyezkedik el. Ezért amikor a színezőanyag eléri a kromatográfiai oszlop alját, függesse fel az eluálást, ekkorra ugyanis valamennyi viasz eluálódott.

Az így kapott frakciókat a rotációs bepárlóban párolja szárazra, amíg az oldószer majdnem teljesen eltűnik belőle. Az oldószer utolsó 2 ml-ét gyenge nitrogénárammal távolítsa el. Gyűjtse össze a metil- és etilésztereket tartalmazó frakciót 2–4 ml n-heptánnal vagy izo-oktánnal hígítva.

5.2. Gázkromatográfiai elemzés

5.2.1. Előzetes műveletek

Az oszlopot illessze be a gázkromatográfba (3.3. pont) úgy, hogy az oszlop bemenetét az oszlopra szerelt («on-column») rendszerhez, az oszlop kimenetét pedig a detektorhoz csatlakoztatja. Ellenőrizze a gázkromatográfiai berendezést (gázszerelvények szorossága, a detektor hatékonysága, a regisztráló rendszer hatékonysága stb.).

Az első alkalommal használt kapillárisoszlopokat ajánlatos kondicionálni. Fúvasson át egy kevés gázt az oszlopon, majd kapcsolja be a gázkromatográfiai berendezést. Melegítse fokozatosan addig, amíg körülbelül 4 óra elteltével el nem éri a 350 °C hőmérsékletet.

Ezt a hőmérsékletet tartsa legalább két órán keresztül, majd hozza a berendezést üzemi körülmények közé (gázáram szabályozása, bontóláng begyújtása, csatlakoztatás az elektronikus regisztráló berendezéshez [3.3.4 pont], az oszlophőmérséklet szabályozása a kemencén, a detektor szabályozása stb.). Rögzítse a jelet az elemzés elvégzéséhez szükségesnél legalább kétszer nagyobb érzékenység mellett. Az alapvonalnak lineárisnak, mindennemű csúcsból és driftől mentesnek kell lennie.

A negatív egyenes vonalú drift az oszlop illesztékeinek tökéletlenségét, míg a pozitív drift az oszlop nem megfelelő kondicionálását jelzi.

5.2.2. Az üzemi körülmények megválasztása a viaszok, valamint a metil- és etilészterek esetében (6. megjegyzés)

Az üzemi körülmények általában az alábbiak:

— Oszlophőmérséklet:

20 °C/perc 5 °C/perc

kiindulási hőmérséklet 80 °C (1') — 140 °C — 335 °C (20)

— Detektor hőmérséklete: 350 °C.

— Befecskendezett anyag mennyisége: 1 µl n-heptán-oldat (2–4 ml).

— Vivőgáz: hélium vagy hidrogén, a kiválasztott gáz számára optimális lineáris sebességgel (lásd az A. függelék).

— Berendezés érzékenysége: a fenti körülményeknek megfelelően.

6. megjegyzés: Tekintettel a magas véghőmérsékletre, pozitív drift előfordulása megengedhető, amely azonban nem haladhatja meg a teljes skálaérték 10 %-át.

A fenti feltételek az oszlop és a gázkromatográf jellemzőinek megfelelően módosíthatók, hogy a kapott kromatogramok lehetővé tegyék valamennyi viasz, illetve zsírsav-metilészter és zsírsav-etilészter leválasztását, valamint hogy a csúcsok kielégítően elkülöníthetők legyenek (lásd a 2., 3. és 4. ábrát), miközben a lauril-arachidát belső standard retenciós ideje 18 ± 3 perc. A viaszok legreprezentatívabb csúcsának a teljes skálaérték 60 %-ánál nagyobbak kell lennie, míg a metil- és etilészterek esetében a metil-heptadekanoát belső standardnak el kell érnie a teljes skálaértéket.

A csúcsok integrálási paramétereit úgy kell meghatározni, hogy lehetővé váljon az érintett csúcsok alatti területek pontos becslése.

5.3. Az elemzés menete

A 10 µl térfogatú mikrofecskendő segítségével szívjon fel 10 µl oldatot, majd a mikrofecskendő dugattyúját felfelé mozgatva üritse ki a tűt. A tűt vezesse be a befecskendező rendszerbe, majd egy-két másodperc elmúltával gyorsan fecskendezze be az oldatot. Körülbelül öt másodperc elteltével finoman húzza ki a tűt.

Addig folytassa a rögzítést, ameddig a viaszok vagy sztigmasztadiének teljesen eluálódtak, attól függően, hogy melyik frakció analízisét végzi.

Az alapvonalnak minden esetben meg kell felelnie az előírt feltételeknek.

5.4. A csúcsok azonosítása

Az egyes csúcsok azonosítását a retenciós idő alapján, az azonos körülmények között analizált, ismert retenciós idejű viaszkeverékekkel összehasonlítva kell végezni. Az alkilészterek azonosítása az olívaolajokban található főbb zsírsavak (palmitinsav és olajsav) metil- és etilésztereinek keverékei alapján történik.

Az 1. ábrán egy szűz olívaolaj viasz-kromatogramja látható. A 2. és 3. ábrán két, kiskereskedelmi forgalomban kapható extra szűz olívaolaj kromatogramja látható, metil- és etilészterekkel, illetve azok nélkül. A 4. ábra egy csúcsminőségű extra szűz olívaolaj és egy 20 %-ban szagtalanított olajjal kevert ugyanilyen olaj kromatogramját mutatja.

5.5. A viasztartalom mennyiségi értékelése

Az integráló berendezés segítségével határozza meg a lauril-arachidát belső standardnak és a nyílt szénláncú C₄₀–C₄₆-os észtereknek megfelelő csúcsok alatti területet.

A teljes viasztartalom mg/kg zsír alakban történő meghatározásához adja össze az egyes viaszok mennyiségét, az alábbiak szerint:

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

ahol

A_x = az egyes észterek csúcsa alatti terület, a számítógép által használt mértékegységben

A_s = a lauril-arachidát belső standard csúcsa alatti terület, a számítógép által használt mértékegységben

m_s = a hozzáadott lauril-arachidát belső standard tömege milligrammban

m = a meghatározni kívánt minta tömege grammban.

5.5.1. A metil- és etilészterek mennyiségi értékelése

Az integráló berendezés segítségével határozza meg a metil-heptadekanoát belső standardnak, a C₁₆-os és a C₁₈-os zsírsavak metilésztereinek és etilésztereinek megfelelő csúcsok alatti területet.

Határozza meg az egyes alkilészterek mennyiségét mg/kg zsír alakban, az alábbiak szerint:

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

ahol

A_x = az egyes C₁₆-os és C₁₈-as észterek csúcsa alatti terület, a számítógép által használt mértékegységben

A_s = a metil-heptadekanoát belső standard csúcsa alatti terület, a számítógép által használt mértékegységben

m_s = a hozzáadott metil-heptadekanoát belső standard tömege milligrammban

m = a meghatározni kívánt minta tömege grammban.

6. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

A különböző C₄₀–C₄₆-os viasztartalmak összegét (7. megjegyzés) mg/kg zsír alakban tüntesse fel.

Tüntesse fel a teljes C₁₆–C₁₈-as metilészter- és etilészter-tartalmat, valamint a kettő összegét.

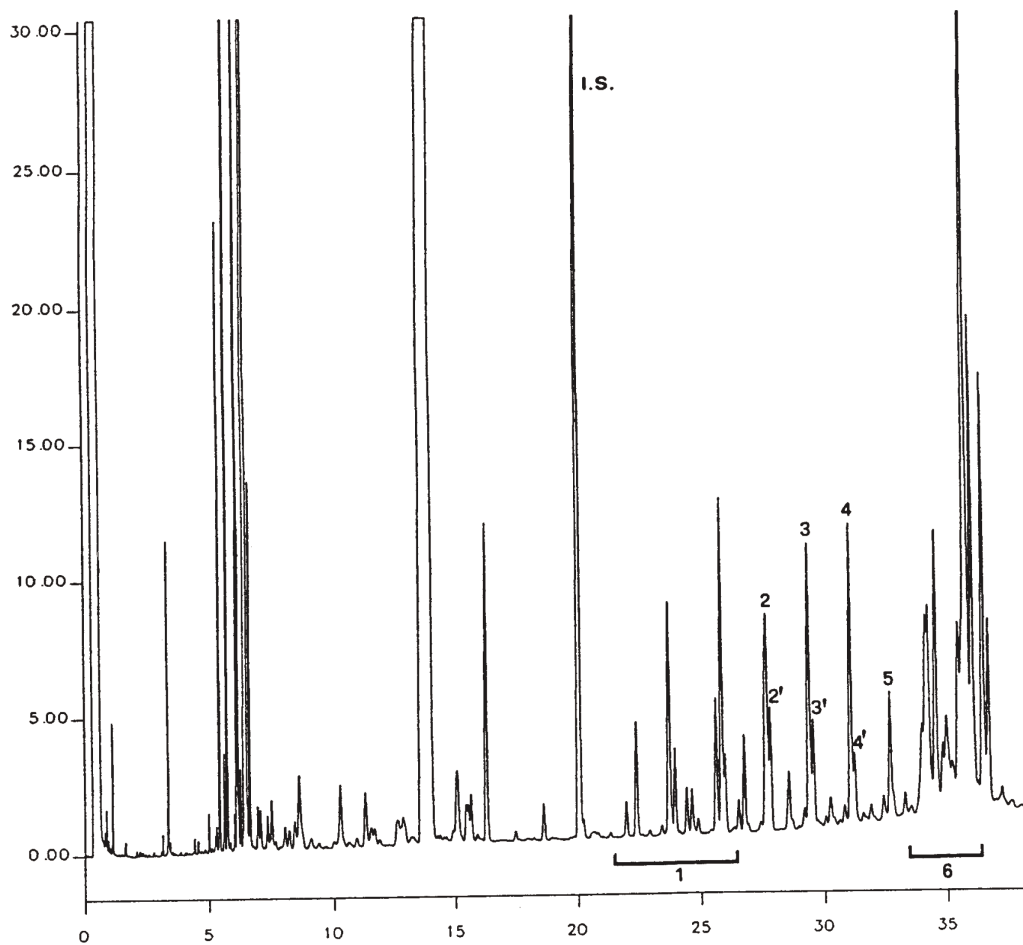
Az eredményeket a közelebbi mg/kg értékre kell kerekíteni.

7. megjegyzés: A meghatározandó mennyiségek a páros szénatomszámú C₄₀–C₄₆-os észtereknek megfelelő csúcsoknál leolvasható értékek, ahogy azt a mellékelt ábrán látható kromatogrammintá (az olívaolaj viasztartalma) mutatja. Amennyiben a C₄₆-észter duplán jelenik meg, javasolt helyette egy olívapogácsa-olaj viasztartalmát elemezni, ahol a C₄₆ túlsúlya miatt a megfelelő csúcs könnyen azonosítható.

Tüntesse fel a jelen lévő etil- és metilészterek arányát.

1. ábra

Gázkromatogram-minta egy olívaolaj viaszfrakciójáról (*)



Jelmagyarázat:

Az 5–8 perc retenció idejű zsírsav-metilészterek és zsírsav-etilészterek csúcsai

I.S. = lauril-arachidát

1 = diterpén észterek

2+2' = C₄₀-es észterek

3+3' = C₄₂-es észterek

4+4' = C₄₄-es észterek

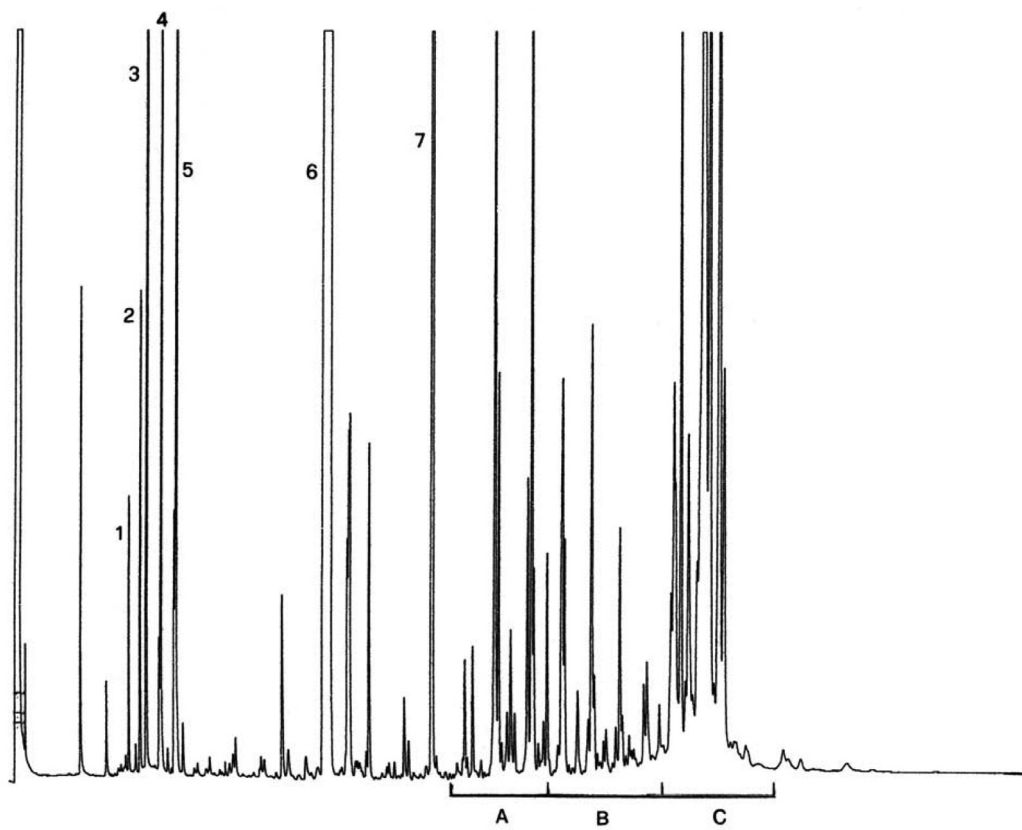
5 = C₄₆-os észterek

6 = szterinészterek és triterpén alkoholok

(*) A szterinészterek eluálódása után a kromatográfiai vonalon nem mutatkoznak jelentős csúcsok (triacilglicerinek).

2. ábra

Egy szűz olívaolajban található metilészterek, etilészterek és viaszok

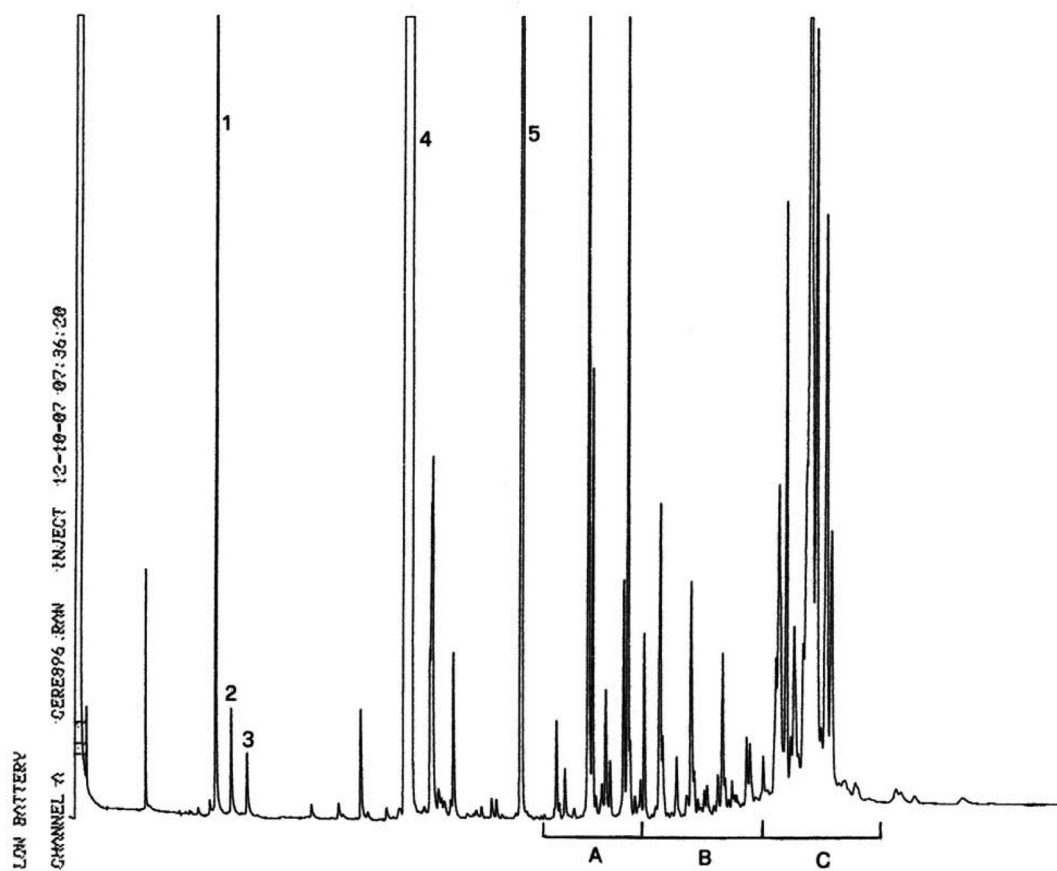


Jelmagyarázat:

- 1 – metil C_{16}
- 2 – etil C_{16}
- 3 – metil-heptadekanoát
- 4 – metil C_{18}
- 5 – etil C_{18}
- 6 – szkvalén
- 7 – lauril-arachidát I.S.
- A – diterpén észterek
- B – viaszok
- C – szterinészterek és triterpén észterek

3. ábra

Egy extra szűz olívaolajban található metilészterek, etilészterek és viaszok

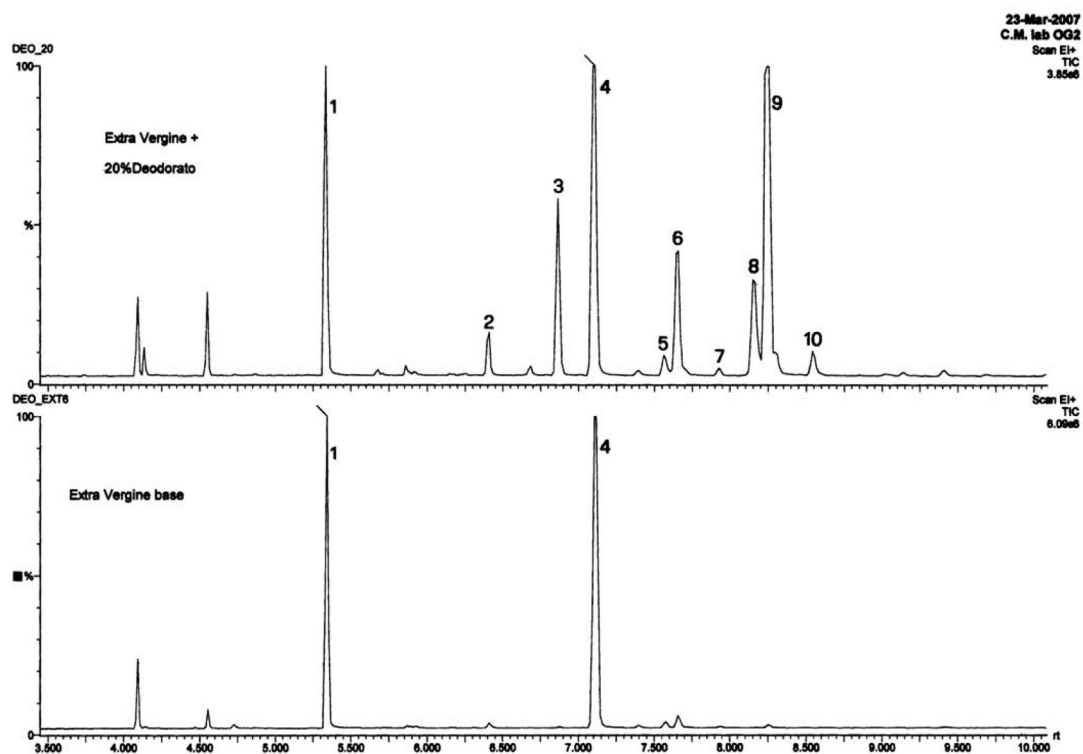


Jelmagyarázat:

- 1 – metil-heptadekanoát
- 2 – metil C₁₈
- 3 – etil C₁₈
- 4 – szkvalén
- 5 – lauril-arachidát I.S.
- A – diterpén észterek
- B – viaszok
- C – szterinészterek és triterpén észterek

4. ábra

Egy extra szűz olívaolaj és egy szagtalanított olajjal kevert ugyanilyen olaj kromatogramjának részlete



Jelmagyarázat:

- 1 – metil-mirisztát I.S.
- 2 – metil-palmitát
- 3 – etil-palmitát
- 4 – metil-heptadekanoát I.S.
- 5 – metil-linoleát
- 6 – metil-oleát
- 7 – metil-sztearát
- 8 – etil-linoleát
- 9 – etil-oleát
- 10 – etil-sztearát

*A. függelék***A gáz lineáris sebességének meghatározása**

Fecskendezzen 1–3 µl metánt (vagy propánt) a normál üzemi körülményekre beállított gázkromatográfias berendezésbe. Mérje meg a gáz oszlopon történő átáramlásának idejét a befecskendezés pillanatától a csúcs kiemelkedésének pillanatáig (t_M).

A lineáris sebességet (cm/mp) az L/t_M képlettel kell meghatározni, ahol L az oszlop cm-ben megadott hosszúsága, t_M pedig a másodpercben mért idő.”
