

A BIZOTTSÁG 299/2013/EU VÉGREHAJTÁSI RENDELETE

(2013. március 26.)

az olívaolaj és az olívmaradék-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. cikke első bekezdésének a) pontjára, összefüggésben 4. cikkével,

mivel:

- (1) Az olívaolaj és az olívmaradék-olaj jellemzőiről és az ezekre vonatkozó elemzési módszerekről szóló, 1991. július 11-i 2568/91/EGK bizottsági rendelet ⁽²⁾ meghatározza az olívaolaj és az olívmaradék-olaj kémiai és érzékszervi jellemzőit, és módszereket ír elő az említett jellemzők elemzésére. Az említett módszereket – kémiai szakértők véleménye alapján és a Nemzetközi Olívanács keretében folyó munkával összhangban – frissíteni kell.
- (2) Az 1234/2007/EK rendelet 113. cikkének (3) bekezdése értelmében a tagállamoknak ellenőrizniük kell, hogy az olívaolajok és az olívmaradék-olajok megfelelnek-e a 2568/91/EGK rendelet előírásainak, és indokolt esetben szankciókat kell alkalmazniuk. A 2568/91/EGK rendelet 2. és 2a. cikke részletes szabályokat állapít meg az említett megfelelőségi ellenőrzésekre. A szóban forgó szabályoknak biztosítaniuk kell, hogy az az olívaolaj, amelyre minőségi szabvány vonatkozik, ténylegesen megfelel az említett szabványnak. A szabályokat ki kell bővíteni további részletekkel, többek között kockázatelemzés bevezetésével. Az említett megfelelőségi ellenőrzésekhez meg kell határozni a „forgalmazott olívaolaj” fogalmát.
- (3) A tapasztalatok azt mutatják, hogy fennáll a csalás kockázata, akadályozva a 2568/91/EGK rendelet által a fogyasztók számára biztosított védelem teljes körű érvényesülését. Az olívaolajat birtokló gazdasági szereplőknek ezért minden olajkategóriára vonatkozóan nyilvántartást kell vezetniük a belépő és kilépő tételekről. A túlzott adminisztratív terhek elkerülése érdekében – anélkül, hogy az olívaolaj-nyilvántartás célkitűzései sérülneek – az információgyűjtést csak az olívaolaj palackozásáig kell végezni.
- (4) Ahhoz, hogy biztosítsák a 2568/91/EGK rendelet intézkedéseinek nyomon követését és értékelését, a tagállamoknak nem csupán a nemzeti végrehajtási intézkedésekről kell értesíteniük a Bizottságot, hanem a megfelelőségi ellenőrzések eredményeiről is jelentést kell tenniük.
- (5) A Nemzetközi Olívanács által megállapított nemzetközi szabványokkal való összehangolás folytatásához frissíteni kell bizonyos, a 2568/91/EGK rendeletben meghatározott elemzési módszereket. Ebből következően az említett rendelet XVIII. mellékletében előírt elemzési módszert hatékonyabb módszerrel kell felváltani. Helyénvaló továbbá az említett rendelet IX. mellékletében előírt elemzési módszerek következtelenségeit és hiányosságait orvosolni.
- (6) A tagállamoknak átmeneti időszakra van szükségük, hogy az ezen rendelet által meghatározott új szabályokat alkalmazzák.
- (7) A Bizottság olyan információs rendszert fejlesztett ki, amely lehetővé teszi, hogy a dokumentumok kezelése és az eljárások lebonyolítása a Bizottság belső munkafolyamataiban és a közös agrárpolitika végrehajtásában részt vevő hatóságokkal való kapcsolattartásban egyaránt elektronikus úton történjen. A Bizottság úgy véli, hogy a 2568/91/EGK rendeletben előírt értesítési kötelezettségek teljesíthetők az említett rendszer használata révén, a közös piacszerzésnek, a közvetlen kifizetések rendszerének, a mezőgazdasági termékek promóciójának, valamint a legkülső régiókra és a kisebb égei-tengeri szigetekre alkalmazandó rendszereknek a végrehajtásával összefüggésben a Bizottsághoz eljuttatandó információk és dokumentumok tagállamok általi továbbítására vonatkozó részletes szabályok megállapításáról szóló, 2009. augusztus 31-i 792/2009/EK bizottsági rendeletnek ⁽³⁾ megfelelően.
- (8) A 2568/91/EGK rendeletet mindezeknek megfelelően módosítani kell.
- (9) A mezőgazdasági piacok közös szervezésével foglalkozó irányítóbizottság nem küldte meg véleményét az elnöke által meghatározott határidőn belül,

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

1. cikk

A 2568/91/EGK rendelet a következőképpen módosul.

1. A 2a. cikk helyébe a következő szöveg lép:

„2a. cikk

(1) E cikk alkalmazásában a »forgalmazott olívaolaj« egy adott tagállamból származó olívaolaj és olívapogácsa-olaj teljes mennyisége, amely a szóban forgó tagállamban kerül fogyasztásra, vagy amelyet ebből a tagállamból exportálnak.

⁽¹⁾ HL L 299., 2007.11.16., 1. o.⁽²⁾ HL L 248., 1991.9.5., 1. o.⁽³⁾ HL L 228., 2009.9.1., 3. o.

(2) A tagállamok gondoskodnak arról, hogy a megfelelőségi ellenőrzések szelektív módon, kockázatelemzésre alapozva és megfelelő gyakorisággal történjenek annak biztosítására, hogy a forgalmazott olívaolaj megfelel a bejelentett kategóriának.

(3) A kockázatelemzési szempontok között szerepelhet:

- a) az olaj kategóriája, az előállítás időszaka, az olajok más növényi olajokkal összevetett ára, a keverési és csomagolási eljárások, a tárolási létesítmények és feltételek, a származási ország, a célország, a szállítási eszközök vagy a tétel volumene;
- b) a gazdasági szereplők értékesítési láncban elfoglalt helye, az általuk forgalmazott volumen és/vagy érték, az általuk forgalmazott olajkategóriák skálája, az olyan elvégzett munkatípusok, mint a kinyerés, tárolás, finomítás, keverés, csomagolás vagy kiskereskedelmi értékesítés;
- c) korábbi ellenőrzések eredményei, beleértve a feltárt hiányosságok számát és típusát, a forgalmazott olajok általános minőségét és a használt technikai eszközök teljességét;
- d) a gazdasági szereplők által használt, a forgalmazási előírásoknak való megfeleléssel kapcsolatos minőségbiztosítási rendszereknek vagy önellenőrzési rendszereknek a megbízhatósága;
- e) az ellenőrzés végrehajtásának helyszíne, különösen, ha az Unióba való első belépési pontról, az Unióból való utolsó kilépési pontról vagy az olajok előállításának, csomagolásának, berakodásának vagy a végső fogyasztó számára történő értékesítésének helyéről van szó;
- f) minden egyéb olyan információ, amely a megfelelés hiányának kockázatára utalhat.

(4) A tagállamok előre meghatározzák a következőket:

- a) a tételek megfelelésének hiányára vonatkozó kockázatelemzés szempontjai;
- b) az egyes kockázati kategóriák kockázatelemzése alapján azon gazdasági szereplők vagy tételek és/vagy mennyiségek minimális száma, amelyeknél megfelelési ellenőrzést kell végezni.

A tagállamban forgalmazott olívaolaj minden ezer tonnájára évente legalább egy megfelelőségi ellenőrzést kell végezni.

(5) A tagállamoknak ellenőrizniük kell a megfelelést úgy, hogy:

- a) bármilyen sorrendben végrehajtják az I. mellékletben előírt elemzéseket; vagy
- b) az I. B. mellékletben a döntési fán előírt sorrendet követve hajtják végre azokat, amíg el nem jutnak a döntési fán szereplő valamelyik döntésig.”

2. A 3. cikk helyébe a következő szöveg lép:

„3. cikk

Amennyiben megállapítást nyer, hogy egy olaj nem felel meg kategórialeírásának, az érintett tagállam – egyéb szankciók

sérelme nélkül – hatékony, arányos és visszatartó erejű, a feltárt szabálytalanság súlyosságának megfelelően meghatározott szankciókat alkalmaz.

Ha az ellenőrzések jelentős szabálytalanságokat tárnak fel, a tagállamok növelik a forgalmazás szakaszára, az olajkategóriára, a származásra vagy egyéb szempontokra vonatkozó ellenőrzések gyakoriságát.”

3. A szöveg a következő 7a. cikkel egészül ki:

„7a. cikk

Azon természetes vagy jogi személyek és azok csoportjai, amelyek – akár szakmai, akár kereskedelmi célból – a sajtólétesítményben történő olajkinyeréstől a palackozási stádiumig tartó (ez utóbbit is magában foglaló) folyamat bármely fázisában lévő olívaolajat és olívapogácsa-olajat tárolnak, minden olajkategória tekintetében nyilvántartást vezetnek a belépő és a kilépő tételekről.

A tagállamok biztosítják, hogy a gazdasági szereplők az első bekezdésben megállapított kötelezettségnek teljes mértékben megfeleljenek.”

4. A 8. cikk helyébe a következő szöveg lép:

„8. cikk

(1) A tagállamok értesítik a Bizottságot az e rendelet végrehajtására hozott intézkedéseikről. Tájékoztatják a Bizottságot a későbbiekben bekövetkezett minden változásról.

(2) A tagállamok minden évben legkésőbb május 31-ig jelentést nyújtanak be a Bizottsághoz az e rendeletnek az előző naptári év során történő alkalmazásáról. A jelentés mindenképpen tartalmazza az olívaolajokon végzett megfelelőségi ellenőrzéseknek a XXI. mellékletben szereplő táblázat szerinti eredményeit.

(3) Az e rendeletben említett értesítéseket a 792/2009/EK bizottsági rendeletnek (*) megfelelően kell megküldeni.

(*) HL L 228., 2009.9.1., 3. o.”

5. A IX. melléklet helyébe e rendelet I. mellékletének szövege lép.

6. A XVIII. melléklet helyébe e rendelet II. mellékletének szövege lép.

7. Az irányelv egy XXI. melléklettel egészül ki, amelynek szövege ezen irányelv III. mellékletében szerepel.

2. cikk

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

Ezt a rendeletet 2014. január 1-jétől kell alkalmazni. A 8. cikk (2) bekezdését azonban 2015. január 1-jétől kell alkalmazni.

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

Kelt Brüsszelben, 2013. március 26-án.

a Bizottság részéről
az elnök
José Manuel BARROSO

I. MELLÉKLET

„IX. MELLÉKLET

SPEKTROFOTOMETRIÁS VIZSGÁLAT ULTRAIBOLYA FÉNYBEN

ELŐSZÓ

Az ultraibolya fényben végzett spektrofotometriás vizsgálat segítségével a zsír minőségével, tartósítási állapotával és technológiai folyamatok által benne okozott változásokkal kapcsolatos információk állapíthatók meg.

A módszerben meghatározott hullámhosszokon az abszorpció a konjugált dién- és triénrendszerek jelenlétének köszönhető. Ezeket az abszorpciókat $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ fajlagos kioltásban (azaz a zsír meghatározott oldószerrel készült, 1 %-os oldatában, 1 cm-es vastagságban mért kioltásban) fejezik ki, amelyet egyezményesen K-val (más néven »kioltási tényező«) jelölnek.

1. HATÓKÖR

A módszer (a függelékben leírt) olívaolajok ultraibolya fényben történő spektrofotometriás vizsgálatának eljárását ismerteti.

2. A MÓDSZER ALAPELVE

A vizsgálat tárgyát képező zsírt az előírt oldószerben feloldják, majd az adott hullámhosszokon meghatározzák az oldat kioltását a tiszta oldószer kioltásához viszonyítva. A fajlagos kioltásokat a spektrofotométer által mutatott értékből számítják ki. A fajlagos abszorbancia kiszámítása 232 nm-en és 268 nm-en izooktánban vagy 232 nm-en és 270 nm-en ciklohexánban, 1 g/100 ml koncentrációnál, 10 mm-es küvettában történik.

3. BERENDEZÉS

3.1. Olyan spektrofotométer, amely a kioltás mérését 220–360 nm közötti ultraibolya fényben végzi, és amely lehetővé teszi a nanométeregységek egyenkénti leolvasását. Használat előtt javasolt a spektrofotométer hullámhossz- és abszorbanciaskáláit az alábbiak szerint ellenőrizni.

3.1.1. *Hullámhosszkála:* Ellenőrzése holmium-oxid-tartalmú optikaiüveg-szűrőből álló referenciaanyag segítségével történhet, melynek jól elkülönülő abszorpciós sávjai vannak. A referenciaanyag alkalmas a látható és ultraibolya tartományokban mérő, legfeljebb 5 nm névleges spektrális sáv szélességgel rendelkező spektrofotométerek hullámhosszkáláinak ellenőrzésére és kalibrálására. A holmium-üvegszűrőt abszorbanciamódban, 640–240 nm hullámhossztartományban, levegős vakmintával szemben mérik. Minden egyes spektrális sáv szélességre (0,10 – 0,25 – 0,50 – 1,00 – 1,50 – 2,00 és 3,00) üres küvettatartóval alapkorrekciót végeznek. A spektrális sáv szélesség hullámhosszait a referenciaanyagnak az ISO 3656 szabványban szereplő tanúsítványa adja meg.

3.1.2. *Abszorbanciaskála:* Ellenőrzése kálium-dikromát négyféle, perklórsavas, négy UV-kvarcküvettába zárt oldatának segítségével történhet. A négy oldat a linearitás és fotometrikus pontosság UV-fényben történő mérésére szolgál. A (40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml és 100 mg/ml koncentrációjú) kálium-dikromáttal töltött küvettákat perklórsavból álló vakmintával szemben mérik. A nettó abszorbanciaértékeket a referenciaanyagnak az ISO 3656 szabványban szereplő tanúsítványa adja meg.

3.2. Négyszögletes kvarcküvetták, kupakkal, 1 cm-es optikai hosszal. Vízzel vagy más megfelelő oldószerrel töltve a küvetták nem mutathatnak egymáshoz képest 0,01 kioltási egységnyi nagyobb különbséget.

3.3. 25 ml-es mérőlombikok.

3.4. 0,0001 g pontossággal mérő analitikai mérleg.

4. REAGENSEK

Ellenkező utasítás hiányában elismert analitikai minőségű reagensek használandók.

Oldószer: Izooktán (2,2,4-trimetil-pentán) a 232 nm-en és 268 nm-en történő méréshez vagy ciklohexán a 232 nm-en és 270 nm-en történő méréshez, 232 nm-en legfeljebb 0,12, 250 nm-en pedig legfeljebb 0,05 abszorbanciával, 10 mm-es küvettában mérve.

5. ELJÁRÁS

5.1. A vizsgálati mintának teljesen homogénnek kell lennie, és nem lehetnek benne lebegő szennyeződések. A szobahőmérsékleten folyékony olajokat megközelítőleg 30 °C hőmérsékleten át kell szűrni papíron, a kemény zsirokat homogenizálni kell, és át kell szűrni az olvadáspontjukat legfeljebb 10 °C-kal meghaladó hőmérsékleten.

- 5.2. A fentiek szerint előkészített minta megközelítőleg 0,25 g-ját pontosan (1 mg pontossággal) be kell mérni egy 25 ml-es mérőlombikba, az előírt oldószerezrel a jelig fel kell tölteni, majd homogenizálni kell. A kapott oldatnak teljesen átlátszónak kell lennie. Amennyiben opálosság vagy zavarosság lép fel, papíron gyorsan át kell szűrni.
- 5.3. Egy kvarcküvetát a kapott oldattal fel kell tölteni, majd a használt oldószert referenciaként használva, 232 és 276 nm közötti megfelelő hullámhosszon meg kell mérni a kioltásokat.

A kapott kioltási értékeknek a 0,1–0,8 tartományba kell esniük. Amennyiben ezen kívül esnek, a mérést meg kell ismételni töményebb, illetve hígabb oldatokkal.

Megjegyzés: Előfordulhat, hogy nem szükséges az abszorbanciát a teljes hullámhossztartományban mérni.

6. AZ EREDMÉNYEK MEGADÁSA

- 6.1. Fel kell jegyezni a különböző hullámhosszokon a következő módon kiszámított fajlagos kioltásokat (kioltási tényezőket):

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

ahol:

K_{λ} = fajlagos kioltás λ hullámhosszon;

E_{λ} = a mért kioltás λ hullámhosszon;

c = az oldat koncentrációja g/100 ml-ben;

s = a kvarcküveták hossza cm-ben.

Az eredményeket két tizedesjegy pontossággal kell megadni.

6.2. A fajlagos kioltás változása (ΔK)

Az uniós jog által előírt hivatalos módszerrel összhangban az olívaolaj spektrofotometriás elemzése során meg kell határozni a fajlagos kioltás abszolút értékének változását (ΔK) is, az alábbi képlettel:

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

ahol K_m az m hullámhosszon mért fajlagos kioltás. A felhasznált oldószertől függ, milyen hullámhosszon következik be a maximális abszorpció: ciklohexánnál 270 nm-en, izooktánnál 268 nm-en.

AZ OLÍVAOLAJ JELLEMZŐI

| Típus | Zsír-sav-metilészterek (FAME) és zsír-sav-etilészterek (FAEE) | Savasság (%) (*) | Peroxid-szám mEq O ₂ /kg (*) | Viasztartalom mg/kg (**) | 2-gliceril-monopalmitát (%) | Sztigmasztadién mg/kg (1) | ECN-42 (HPLC) és ECN - 42 (elméleti számítás) különbsége | K ₂₃₂ (*) | K ₂₇₀ (*) K 270 vagy K 268 (2) | Delta-K (*) (3) | Organoleptikus értékelés Hibamedán (Hm) (*) | Organoleptikus értékelés Gyümölcsösségi medián (Gym) (*) |
|---|---|------------------|---|--------------------------|---|---------------------------|--|----------------------|--|-----------------|---|--|
| 1. Extra szűz olívaolaj | Σ FAME + FAEE ≤ 75 mg/kg vagy 75 mg/kg < Σ FAME + FAEE ≤ 150 mg/kg és (FAEE/FAME) ≤ 1,5 | ≤ 0,8 | ≤ 20 | ≤ 250 | ≤ 0,9, ha a palmitinsav összaránya % ≤ 14 % | ≤ 0,10 | ≤ 0,2 | ≤ 2,50 | ≤ 0,22 | ≤ 0,01 | Hm = 0 | Gym > 0 |
| | | | | | ≤ 1,0, ha a palmitinsav összaránya % > 14 % | | | | | | | |
| 2. Szűz olívaolaj | — | ≤ 2,0 | ≤ 20 | ≤ 250 | ≤ 0,9, ha a palmitinsav összaránya % ≤ 14 % | ≤ 0,10 | ≤ 0,2 | ≤ 2,60 | ≤ 0,25 | ≤ 0,01 | Hm ≤ 3,5 | Gym > 0 |
| | | | | | ≤ 1,0, ha a palmitinsav összaránya % > 14 % | | | | | | | |
| 3. Lampante olívaolaj | — | > 2,0 | — | ≤ 300 (3) | ≤ 0,9, ha a palmitinsav összaránya % ≤ 14 % | ≤ 0,50 | ≤ 0,3 | — | — | — | Hm > 3,5 (2) | — |
| | | | | | ≤ 1,1, ha a palmitinsav összaránya % > 14 % | | | | | | | |
| 4. Finomított olívaolaj | — | ≤ 0,3 | ≤ 5 | ≤ 350 | ≤ 0,9, ha a palmitinsav összaránya % ≤ 14 % | — | ≤ 0,3 | — | ≤ 1,10 | ≤ 0,16 | — | — |
| | | | | | ≤ 1,1, ha a palmitinsav összaránya % > 14 % | | | | | | | |
| 5. Finomított és szűz olívaolajokból álló olívaolaj | — | ≤ 1,0 | ≤ 15 | ≤ 350 | ≤ 0,9, ha a palmitinsav összaránya % ≤ 14 % | — | ≤ 0,3 | — | ≤ 0,90 | ≤ 0,15 | — | — |
| | | | | | ≤ 1,0, ha a palmitinsav összaránya % > 14 % | | | | | | | |
| 6. Nyers olívaolaj - olaj | — | — | — | > 350 (4) | ≤ 1,4 | — | ≤ 0,6 | — | — | — | — | — |
| 7. Finomított olívaolaj - olaj | — | ≤ 0,3 | ≤ 5 | > 350 | ≤ 1,4 | — | ≤ 0,5 | — | ≤ 2,00 | ≤ 0,20 | — | — |
| 8. Olívaolaj - olaj | — | ≤ 1,0 | ≤ 15 | > 350 | ≤ 1,2 | — | ≤ 0,5 | — | ≤ 1,70 | ≤ 0,18 | — | — |

(1) A kapillaris kolonnával elválasztható (vagy el nem választható) izomerek összesen.

(2) Vagy ahol a hibamedán legfeljebb 3, 5 és a gyümölcsösségi medián 0.

(3) A 300–350 mg/kg közötti viasztartalmú olajok lampante olívaolajoknak tekintendők, ha a teljes alifásalkohol-tartalom legfeljebb 350 mg/kg, vagy ha az eritrodial- és uvaoltartalom legfeljebb 3,5 %.

(4) A 300–350 mg/kg közötti viasztartalmú olajok nyers olívaolajoknak tekintendők, ha a teljes alifásalkohol-tartalom meghaladja a 350 mg/kg-ot, és ha az eritrodial- és uvaoltartalom nagyobb mint 3,5 %.

(5) Ciklohexán oldószer esetében K270, izooktán oldószer esetében K268."

II. MELLÉKLET

„XVIII. MELLÉKLET

AZ ECN-42-ES TRIACIL-GLICERINEK TÉNYLEGES ÉS ELMÉLETI MENNYISÉGE KÖZÖTTI KÜLÖNBSÉG MEGHATÁROZÁSA

1. HATÁSKÖR

A módszer a nagy teljesítményű folyadékkromatográfiás (HPLC) elemzés révén az olajban mért, 42-es ekvivalens szénszámú triacil-glicerinek kísérleti értékeinek (ECN-42_{HPLC}) és a zsírsavösszetételből kiszámított, 42 ekvivalens szénszámú triacil-glicerinek elméleti értékeinek (ECN-42_{elméleti}) abszolút különbségét határozza meg.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

A módszer olívaolajokra alkalmazandó. A módszer a (linolsavban gazdag) magolajok kis mennyiségeinek jelenlétét hivatott kimutatni bármilyen kategóriájú olívaolajban.

3. A MÓDSZER ALAPELVE

Az ECN-42-es triacil-glicerinek nagy teljesítményű folyadékkromatográfiás elemzés révén meghatározott mennyisége és az ECN-42-es triacil-glicerinek (a zsírsavösszetétel gáz-folyadék-kromatográfiás módszer [GLC] szerint meghatározott) elméleti mennyisége a valódi olívaolajok esetében bizonyos határértéken belül megegyezik. Amennyiben a különbség meghaladja az egyes olajtípusokra elfogadott értékeket, megállapítható, hogy az olaj magolajokat tartalmaz.

4. MÓDSZER

Az ECN-42-es triacil-glicerinek elméleti mennyiségének megállapítására és a HPLC-adattal összevetve kapott különbség kiszámítására szolgáló módszer végrehajtása alapvetően más módszerek révén nyert analitikai adatok koordinációjával történik. A módszeren belül három fázis különíthető el: a zsírsavösszetétel meghatározása kapilláris gázkromatográfiával, az ECN-42-es triacil-glicerinek összetételének elméleti kiszámítása és az ECN-42-es triacil-glicerinek HPLC-vel történő meghatározása.

4.1. Eszközök

4.1.1. 250 és 500 ml-es gömblombikok.

4.1.2. 100 ml-es főzőpoharak.

4.1.3. Üveg kromatográfiás kolonna, 21 mm belső átmérővel, 450 mm hosszúsággal, csappal és felül normalizált kúpos furattal.

4.1.4. 250 ml-es elválasztó tölcser, alul normalizált kúpos dugóval a kolonna tetejéhez való csatlakoztatás biztosítására.

4.1.5. 600 mm hosszú üvegpálca.

4.1.6. 80 mm átmérőjű üvegtölcser.

4.1.7. 50 ml-es mérőlombikok.

4.1.8. 20 ml-es mérőlombikok.

4.1.9. Rotációs bepárló.

4.1.10. Nagy teljesítményű folyadékkromatográf, amely lehetővé teszi a kolonna hőmérsékletének termosztatikus szabályozását.

4.1.11. 10 µl befecskendezők.

4.1.12. Detektor: differenciál-refraktométer. A teljes skálán mért érzékenység legalább a refraktív index 10^{-4} egysége.

4.1.13. Kolonna: 250 mm hosszú és 4,5 mm belső átmérőjű rozsdamentes acél cső, megtöltve 5 µm átmérőjű, 22–23 %-ban oktadecil-szilán alakban lévő szenet tartalmazó szilikarészecskékkel.

4.1.14. Adatfeldolgozó szoftver.

4.1.15. Kb. 2 ml térfogatú ampullák, teflonbevonatú szeptummal és csavaros kupakkal.

4.2. Reagensek

A reagenseknek analitikai tisztaságúnak kell lenniük. Az eluáló oldószerek, melyeket gáztalanítani kell, többször újra felhasználhatók anélkül, hogy ez hatással lenne a szétválasztásra.

- 4.2.1. Kromatográfiai minőségű petróleum-éter (40–60 °C) vagy hexán.
- 4.2.2. Frissen desztillált, peroxidmentes etil-éter.
- 4.2.3. Eluáló oldószer az olaj oszlopkromatográfiával történő tisztítására: petróleum-éter és etil-éter 87:13 térfogatarányú elegye.
- 4.2.4. Szilikagél, 70–230 mesh, »Merck 7734« típus, 5 tömegszázalékon standardizált víztartalommal.
- 4.2.5. Üvegyapot.
- 4.2.6. Aceton HPLC-hez.
- 4.2.7. Acetonitril vagy propionitril HPLC-hez.
- 4.2.8. Eluáló oldószer HPLC-hez: acetonitril + aceton (az arányokat a kívánt elválasztásnak megfelelően kell beállítani, 50:50 arányú keverékkel kezdve) vagy propionitril.
- 4.2.9. Oldáskönnyítő oldószer: aceton.
- 4.2.10. Referenciatrigliceridek: használhatók a kereskedelmi forgalomban kapható trigliceridek (tripalmitin, triolein stb.), ekkor a retenciósi időket az ekvivalens szénszám függvényében kell ábrázolni, vagy használhatók szójaolajról (szójaolaj, valamint olívaolaj és tiszta olívaolaj 30:70 arányú keverékével) készült referenciakromatogrammok (lásd az 1. és 2. megjegyzést, illetve az 1–4. ábrát).
- 4.2.11. Szilárd fázisú extrakciós oszlop szilikafázissal, 1 g, 6 ml.

4.3. A minták előkészítése

Mivel több interferáló anyag hamis pozitív eredményekhez vezethet, a mintát mindig tisztítani kell, a sütőolajokban található poláris vegyületek meghatározásához használt 2507-es IUPAC-módszernek megfelelően.

4.3.1. A kromatográfiai kolonna előkészítése

Töltse meg a kolonnát (4.1.3.) körülbelül 30 ml eluáló oldószerrel (4.2.3.), majd a kolonna belsejébe helyezzen üvegyapotot (4.2.5.), amelyet az üvegpálca segítségével (4.1.5.) nyomjon a kolonna aljára.

Egy 100 ml-es főzőpohárban szuszpendáljon 25 g szilikagélt (4.2.4.) 80 ml eluáló keverékben (4.2.3.), majd üvegtölcsér (4.1.6.) segítségével öntse a kolonnába.

Annak biztosításához, hogy a szilikagél teljes mennyisége átjusson a kolonnába, mossa ki a főzőpoharat az eluáló keverékkel, és a mosásra használt mennyiségeket is juttassa a kolonnába.

Nyissa ki a csapot, és annyi oldószert engedjen a kolonnából eluálni, hogy annak szintje kb. 1 cm-rel lépje túl a szilikagél szintjét.

4.3.2. Oszlopkromatográfia

Mérjen be 0,001 g pontossággal $2,5 \pm 0,1$ g, előzőleg szűrt, homogenizált és szükség esetén vízmentesített olajat egy 50 ml-es mérőlombikba (4.1.7.).

Oldja fel körülbelül 20 ml eluáló oldószerben (4.2.3.). Az oldódás elősegítéséhez szükség esetén enyhén hevítse. Hűtse szobahőmérsékleten, és az eluáló oldószerrel állítsa be a volument.

Mérőpipetta segítségével tegyen 20 ml oldatot a 4.3.1. pont szerint előkészített kolonnába, nyissa meg a csapot, és engedje az oldószert a szilikagélréteg szintjéig eluálni.

Ezután eluáljon 150 ml eluáló oldószerrel (4.2.3.), az oldószer sebességét kb. 2 ml/percre beállítva (így kb. 60–70 percig tart, amíg 150 ml átmegy a kolonnán).

Az eluátumot egy előzőleg sütőben kitarált, 250 ml-es gömbömbikban (4.1.1.) fogja fel, és tömegét pontosan mérje meg. Rotációs bepárló (4.1.9.) segítségével, csökkentett nyomáson távolítsa el az oldószert, és mérje meg a HPLC-elemzéshez és metil-észter készítéséhez használatos oldat elkészítéséhez szükséges maradékanyag tömegét.

A kolonnából az extra szűz, a szűz, a közönséges, a finomított és az olívaolaj kategóriák esetében legalább a minta 90 %-át, lampante és olívaolajok esetében legalább 80 %-át kell visszanyerni.

4.3.3. Szilárd fázisú extrakcióval történő (SPE) tisztítás

A szilikatöltetű SPE-kolonnát 6 ml hexán (4.2.3) vákuumban – a kiszáritás elkerülése mellett – történő áteresztésével kell aktiválni.

Mérjen ki 0,001 g pontossággal 0,12 g-ot 2 ml-es ampullába (4.1.15), és oldja fel 0,5 ml hexánnal (4.2.3.).

Töltse meg az SPE-kolonnát az oldattal, és vákuumban eluálja 10 ml (87:13 térfogatarányú) hexán-dietil-éterrel (4.2.3.).

Az összegyűjtött frakciót a rotációs bepárlóval (4.1.9.) csökkentett nyomás mellett, szobahőmérsékleten, szárazsáig kell bepárolni. A maradékanyagot 2 ml, triacilglicerol elemzéséhez szolgáló acetonban (4.2.6.) fel kell oldani.

4.4. HPLC-elemzés

4.4.1. Minták előkészítése kromatográfias elemzéshez

A vizsgálati mintából készítsen 5 %-os oldatot, úgy, hogy egy 10 ml-es mérőlombikba mérje ki a minta 0,5 ± 0,001 g-ját, és az oldáskönnyítő oldószerezrel (4.2.9.) 10 ml-ig töltsse fel.

4.4.2. Eljárás

Állítsa össze a kromatográfias rendszert. A teljes rendszer kitisztításához szivattyúzza 1,5 ml/perc sebességgel az eluáló oldószerezt (4.2.8.). Várjon, ameddig kialakul egy stabil alapvonal.

Fecskendezzen be 10 µl mennyiségű, a 4.3. pont szerint előkészített mintát.

4.4.3. Az eredmények kiszámítása és kifejezése

Használja a területnormálási módszert, azaz tételjeze fel, hogy az ECN-42–ECN-52-es triacil-glicerinekekhez tartozó csúcsok alatti területek összege 100 %.

Számítsa ki az egyes trigliceridek relatív százalékát a következő képlet segítségével:

$$\text{triglicerid \%} = \frac{\text{csúcs alatti terület} \times 100}{\text{csúcs alatti területek összege}}$$

Az eredményeket legalább két tizedesjegyig kell megadni.

Lásd az 1–4. megjegyzést.

4.5. Triacil-glicerinek összetételének (mólszázalék) kiszámítása zsírsav-összetéti adatokból (területszázalék)

4.5.1. A zsírsavösszetétel meghatározása

A zsírsavösszetételt az ISO 5508 segítségével, kapilláris kolonna felhasználásával kell meghatározni. A metilésztereket a COI/T.20/Doc. No 24 szerint kell elkészíteni.

4.5.2. A számításához szükséges zsírsavak

A gliceridek ekvivalens szénszámuk (ECN) alapján kell csoportosítani, figyelembe véve az ECN és a zsírsavak közötti alábbi ekvivalenciákat. Csak a 16 és 18 szénatomszámú zsírsavakat kellett figyelembe venni, az olívaolaj tekintetében ugyanis kizárólag ezek fontosak. A zsírsavakat 100 %-ra kell normálni.

| Zsírsav | Rövidítés | Molekulatömeg (MW) | ECN |
|----------------|-----------|--------------------|-----|
| Palmitinsav | P | 256,4 | 16 |
| Palmitoleinsav | Po | 254,4 | 14 |
| Sztearinsav | S | 284,5 | 18 |
| Olajsav | O | 282,5 | 16 |
| Linolsav | L | 280,4 | 14 |
| Linolénsav | Ln | 278,4 | 12 |

4.5.3. A területszázalék mólra való átszámítása valamennyi zsírsav esetében (1)

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

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

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

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

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

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

4.5.4. Zsírsvak 100 %-ra történő normalálása (2)

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

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

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

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

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

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

Az eredmény azt adja meg, hogy a triacil-glicerinekben az összes (1, 2, 3-) pozícióban egyes zsírsvak milyen mólszázalékos arányban vannak jelen.

Ezután a P és S telített zsírsvak (SFA) és a Po, O, L és Ln telítetlen zsírsvak (UFA) összegét kell kiszámítani, az alábbiak szerint (3):

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

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

4.5.5. A zsírsvavösszetétel kiszámítása a triacil-glicerinek 2- és 1,3- pozícióiban

A zsírsvakat az alábbiak szerint három csoportra osztják: az egyik csoport a 2- pozícióban, két másik, azonos csoport pedig az 1- és a 3- pozícióban lévő zsírsvakra vonatkozik, ahol a telített (P és S) és telítetlen zsírsvak (Po, O, L és Ln) különböző tényezőket alkalmaznak.

4.5.5.1. Telített zsírsvak a 2- pozícióban [P(2) és S(2)] (4)

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

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

4.5.5.2. Telítetlen zsírsvak a 2- pozícióban [Po(2), O(2), L(2) és Ln(2)] (5):

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

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

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

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

4.5.5.3. 1,3- pozícióban lévő zsírsvak [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) és Ln(1,3)] (6):

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

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

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

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

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

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

4.5.6. Triacil-glicerinek kiszámítása

4.5.6.1. Egy zsírsavval rendelkező triacil-glicerinek (AAA, itt LLL, PoPoPo) (7)

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

4.5.6.2. Két zsírsavval rendelkező triacil-glicerinek (AAB, itt PoPoL, PoLL) (8)

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

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

4.5.6.3. Három különböző zsírsavval rendelkező triacil-glicerinek (ABC, itt OLLn, PLLn, PoOLn, PPOln) (9)

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

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

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

4.5.6.4. ECN-42-es triacil-glicerinek

Az ECN-42-es triacil-glicerineket a (7), (8) és (9) egyenleteknek megfelelően kell kiszámítani, és a HPLC-nél a várt elúció sorrendjében (általában csak három csúcs) megadni.

LLL

PoLL és LPoL pozíciós izomer

OLLn, valamint OLnL és LnOL pozíciós izomerek

PoPoL és PoLPo pozíciós izomer

PoOLn, valamint OPoLn and OLnPo pozíciós izomerek

PLLn, valamint LLnP és LnPL pozíciós izomerek

PoPoPo

SLnLn és LnSLn pozíciós izomer

PPOln, valamint PLnP és PoPLn pozíciós izomerek

Az ECN-42-es triacil-glicerineket a kilenc triacilglicerol – pozíciós izomerjeikkel együtt vett – összege révén, legalább két tizedesjegyre kell megadni.

5. AZ EREDMÉNYEK ÉRTÉKELÉSE

Össze kell hasonlítani a kiszámított elméleti tartalmat és a HPLC-elemzéssel meghatározott tartalmat. Ha a HPLC-adatból kivont elméleti adat különbsége abszolút értékben nagyobb, mint a megfelelő olajkategóriára a szabványban meghatározott értékek, a minta magolajat tartalmaz.

Az eredményeket két tizedesjegyre kell megadni.

6. PÉLDA (A SZÁMOK A MÓDSZERLEÍRÁSBAN SZEREPLŐ PONTOKRA UTALNAK)

— 4.5.1. Zsírsavak mólszázalékának kiszámítása GLC-adatokból (normált területszázalék)

A GLC-módszerrel a zsírsavösszetételre az alábbi adatokat kaptuk:

| Zsírsav | P | S | Po | O | L | Ln |
|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| MW | 256,4 | 284,5 | 254,4 | 282,5 | 280,4 | 278,4 |
| Terület % | 10,0 | 3,0 | 1,0 | 75,0 | 10,0 | 1,0 |

— 4.5.3. A területszázalék mólra való átszámítása valamennyi zsírsav esetében (lásd az (1) képletet)

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

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

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

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

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

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

$$\text{Összesen} = 0,35821 \text{ mol triacilglicerol}$$

— 4.5.4. Zsírsavak 100 %-ra történő normálása (lásd a (2) képletet)

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

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

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

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

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

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

$$\text{Összes mol \%} = 100 \%$$

Triacilglicerolok 1,2,3- pozíciójában lévő telített és telítetlen zsírsavak összege (lásd a (3) képletet):

$$\text{mol \% SFA} = 10,888 \% + 2,944 \% = \mathbf{13,829 \%}$$

$$\text{mol \% UFA} = 100,000 \% - 13,831 \% = \mathbf{86,171 \%}$$

— 4.5.5 A zsírsavösszetétel kiszámítása a triacil-glicerinek 2- és 1,3- pozícióiban

— 4.5.5.1. Telített zsírsavak a 2- pozícióban [P(2) és S(2)] (lásd a (4) képletet)

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

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

— 4.5.5.2. Telítetlen zsírsavak a 2- pozícióban [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) és Ln(1,3)] (lásd az (5) képletet)

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

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

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

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

— 4.5.5.3 1,3-pozícióban lévő zsírsavak [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) és Ln(1,3)] (lásd a (6) képletet)

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

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

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

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

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

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

— 4.5.6. Triacil-glicerinek kiszámítása

Az sn-2- és sn-3- pozíciókban kiszámított zsírsavösszetételből:

| Zsírsav | 1,3- poz. | 2- poz. |
|---------|-----------|----------|
| P | 16,004 % | 0,653 % |
| S | 4,325 % | 0,177 % |
| Po | 1,015 % | 1,262 % |
| O | 68,526 % | 85,296 % |
| L | 9,204 % | 11,457 % |
| Ln | 0,927 % | 1,153 % |
| Össz | 100,0 % | 100,0 % |

az alábbi triacil-glicerinek kiszámítására kerül sor:

LLL

PoPoPo

PoLL 1 pozíciós izomerrel

SLnLn 1 pozíciós izomerrel

PoPoL 1 pozíciós izomerrel

PPoLn 2 pozíciós izomerrel

OLLn 2 pozíciós izomerrel

PLLn 2 pozíciós izomerrel

PoOLn 2 pozíciós izomerrel

— 4.5.6.1. Egy zsírsavval rendelkező triacil-glicerinek (LLL, PoPoPo) (lásd a (7) képletet)

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

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

— 4.5.6.2. Két zsírsavval rendelkező triacil-glicerinek (PoLL, SLnLn, PoPoL) (lásd a (8) képletet)

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

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

0,03210 mol PoLL

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

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

0,00094 mol SLnLn

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

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

0,00354 mol PoPoL

— 4.5.6.3. Három különböző zsírsavval rendelkező triacil-glicerinek (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn) (lásd a (9) képletet)

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

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

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

0,00761 mol PPLn

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

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

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

0,43655 mol OLLn

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

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

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

0,06907 mol PLLn

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

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

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

0,04812 mol PoOLn

ECN42=0,69512 mol triacil-glicerinek

1. megjegyzés: Az eluálási sorrend meghatározható az ekvivalens szénszámok kiszámításával, amelyet gyakran az $ECN = CN - 2n$ összefüggéssel adnak meg (ahol a CN a szénatomszám, az n pedig a kettős kötések száma), de a kettős kötések eredetének figyelembevételével sokkal pontosabban számítható. Amennyiben n_o , n_l , illetve n_{ln} az olajsavra, linolsavra, illetve linolénsavra jellemző kettős kötések számát jelenti, az ekvivalens szénszám a következő képlettel számítható ki:

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

ahol a d_o , d_l és d_{ln} együtthatókat a referenciatrigliceridek alapján lehet kiszámolni. Az e módszerben meghatározott feltételek mellett a kapott összefüggés megközelítőleg a következő:

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

2. megjegyzés: Több referenciatriglicerid segítségével ki lehet számítani a felbontást a triolein tekintetében is:

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

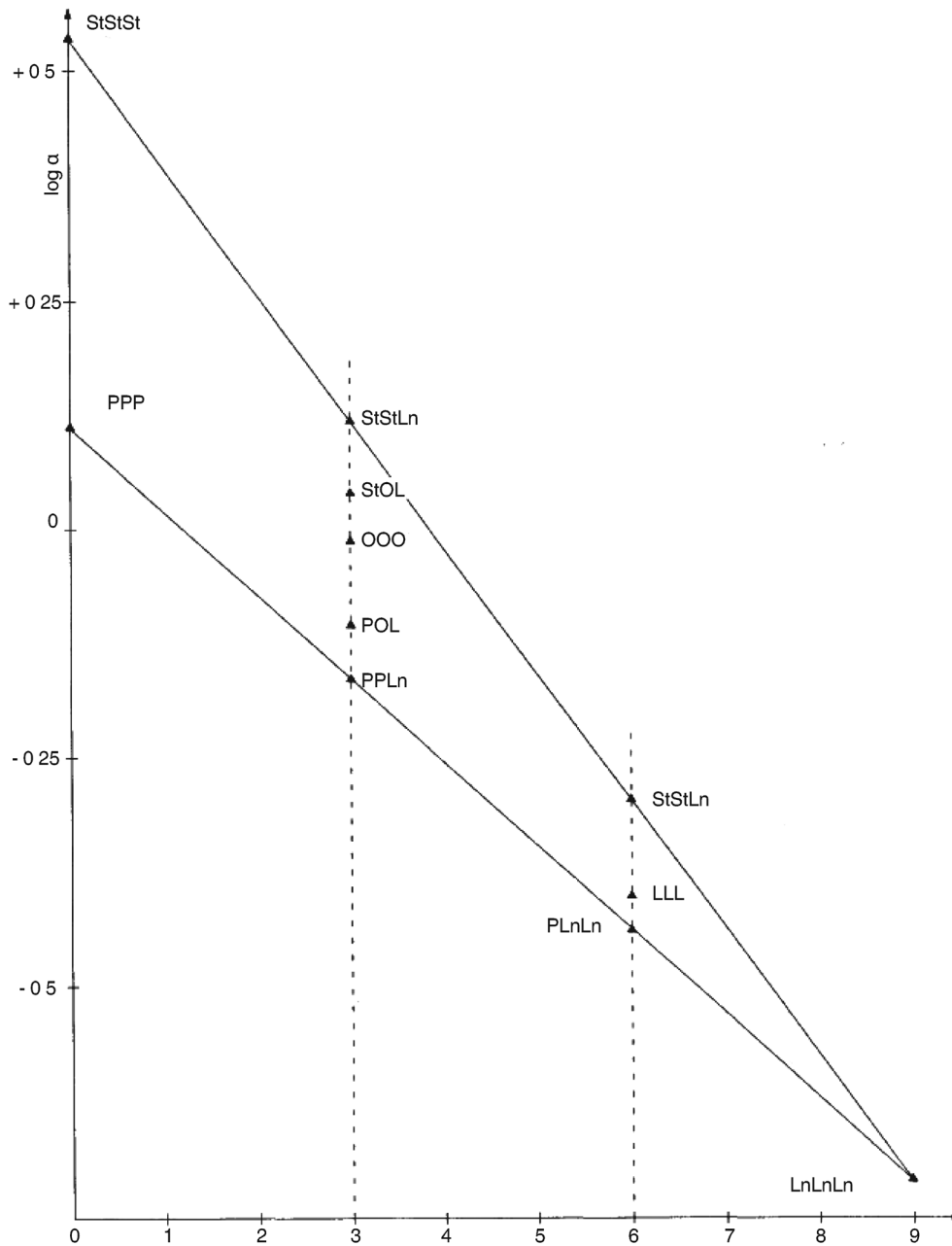
a redukált retenciós idő felhasználásával: $RT^1 = RT - RT_{oldószér}$.

A log α és az f (a kettős kötések száma) függvénye lehetővé teszi a retenciós értékek kiszámítását a referenciatrigliceridekben található zsírsavak minden trigliceridjére (lásd az 1. ábrát).

3. megjegyzés: Az oszlop határfoka tegye lehetővé a trilinolein csúcsának a szomszédos retenciós idejű trigliceridektől történő egyértelmű elkülönülését. Az elúciót az ECN-52-es csúcsig kell végezni.

4. megjegyzés: Ezen meghatározás szempontjából valamennyi fontos csúcs területének pontos mérése akkor biztosított, ha az ECN-50-hez tartozó második csúcs az adatrögzítő készülék teljes skálájának 50 %-ánál van.

1. ábra

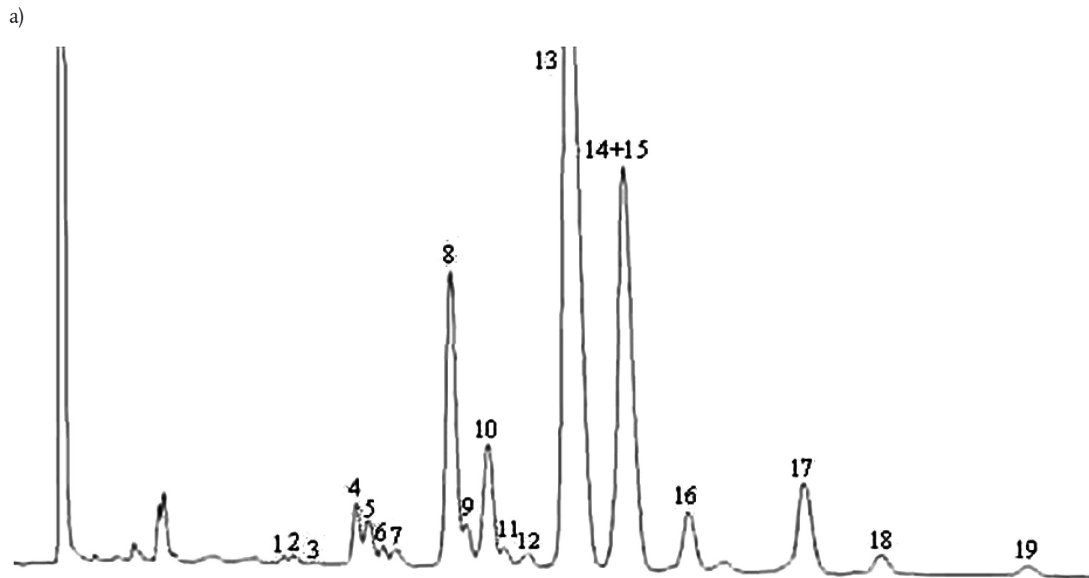
A log α és f (kettős kötések száma) grafikonja

Kettős kötések száma

La: laurinsav My: mirisztinsav; P: palmitinsav; S: sztearinsav; O: olajsav; L: linolsav; Ln: linolénsav

2. ábra

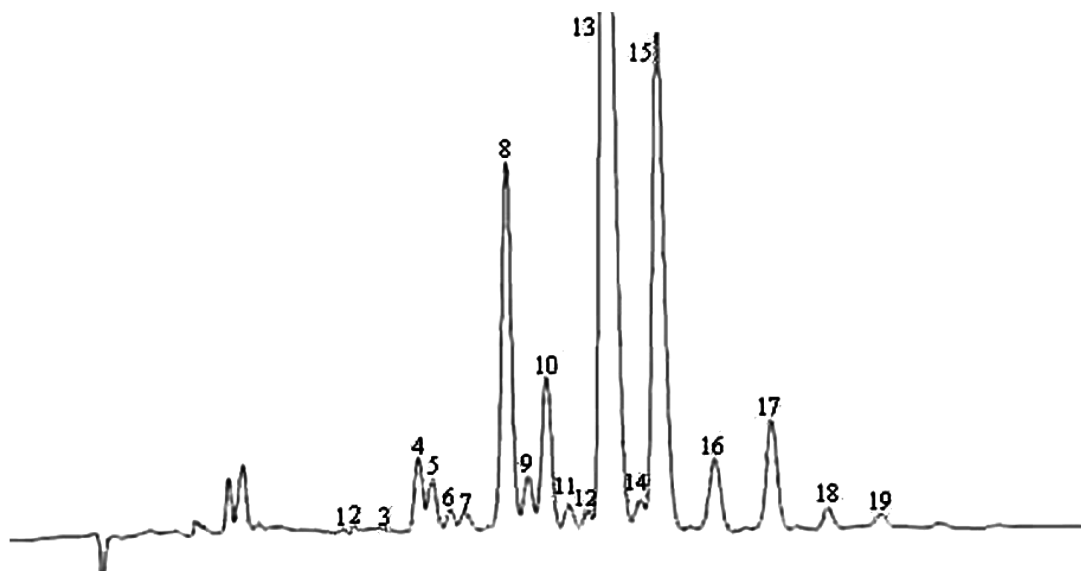
Alacsony linolsavtartalmú olívaolaj



Oldószer: aceton/acetonitril.

a) profil: A kromatográfias csúcsok fő összetevői: **ECN-42:** (1) LLL + PoLL; (2) OLLn + PoOLn; (3) PLLn; **ECN-44:** (4) OLL + PoOL; (5) OOLn + PLL; (6) POLn + PPOPo; (7) OOL + PoOO; **ECN-46:** (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **ECN-48:** (13) OOO + PoPP; (14 + 15) SOL + POO; (16) POP; **ECN-50:** (17) SOO; (18) POS + SLS.

b)



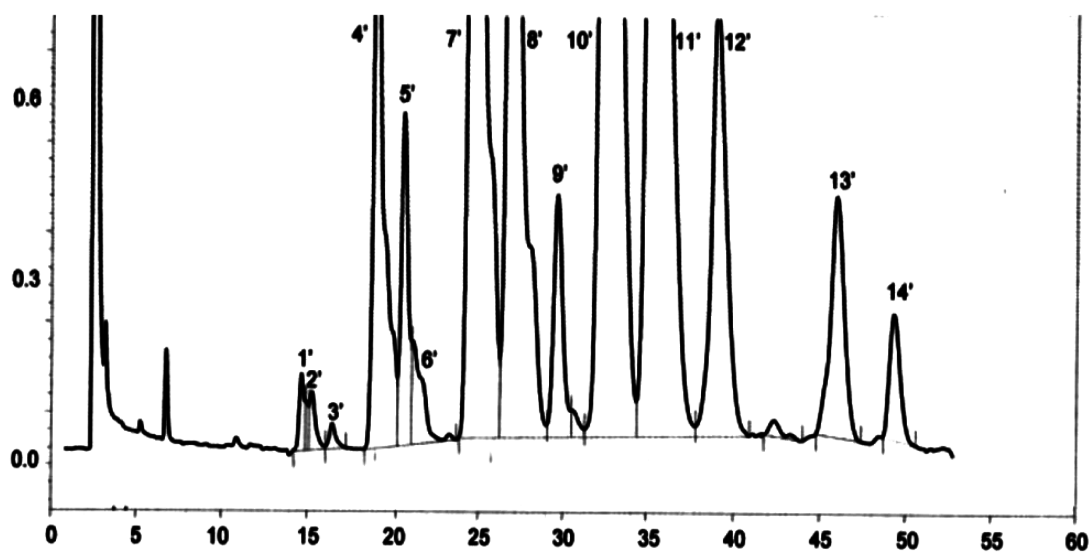
Oldószer: propionitril.

b) profil: A kromatográfias csúcsok fő összetevői: **ECN-42:** (1) LLL; (2) OLLn + PoLL; (3) PLLn; **ECN-44:** (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPOPo + PPOl; **ECN-46:** (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **ECN-48:** (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **ECN-50:** (17) SOO; (18) POS + SLS

3. ábra

Magas linolsavtartalmú olívaolaj

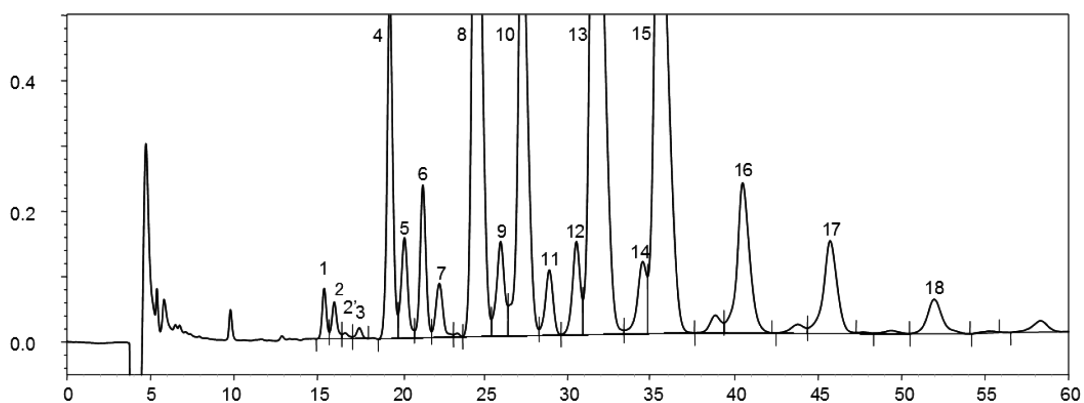
a)



Oldószer: aceton/acetonitril (50:50).

a) profil: A kromatográfiás csúcsok fő összetevői: **ECN-42:** (1') LLL + PoLL; (2') OLLn + PoOLn; (3') PLLn; **ECN-44:** (4') OLL + PoOL; (5') OOLn + PLL; (6') POLn + PPOPo; **ECN-46:** (7') OOL + PoOO; (8') PLO + SLL + PoOP; (9') PLP + PoPP; **ECN-48:** (10') OOO; (11') POO + SLL + PPO; (12') POP + PLS; **ECN-50:** (13') SOO; (14') POS + SLS

b)



Oldószer: propionitril.

b) profil: A kromatográfiás csúcsok fő összetevői: **ECN-42:** (1) LLL; (2 + 2') OLLn + PoLL; (3) PLLn; **ECN-44:** (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPOPo + PPO; **ECN-46:** (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; **ECN-48:** (12) PLP; (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **ECN-50:** (17) SOO; (18) POS + SLS; **ECN-52:** (19) AOO."

III. MELLÉKLET

„XXI. MELLÉKLET

A 8. cikk (2) bekezdésében említett, olívaolajokon végzett megfelelőségi ellenőrzések eredményei

| | | | | Címkézés | | | | | | Kémiai paraméterek | | | Érzékszervekkel meghatározható jellemzők (*) | | | Végkövetkeztetések | |
|-------|-----------|-------------------|-----------------------------|---------------|------------------|---------------------|------------------|--------------|----------|--|---------------------------|----------|--|-----------------------|----------|----------------------|----------|
| Minta | Kategória | Származási ország | Az ellenőrzés helyszíne (1) | Hivatalos név | Eredetmegjelölés | Tárolási feltételek | Hibás információ | Olvashatóság | M/NM (3) | Határértékeken kívül eső paraméterek I/N | Ha igen, melyek ezek? (2) | M/NM (3) | Hibameddián | Gyümölcsösségi medián | M/NM (3) | Szükséges intézkedés | Szankció |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | |

(1) Belső piac (sajtoló, palackozók, kiskereskedelmi fázis), export, import.
 (2) Az olívaolaj I. mellékletben felsorolt jellemzőinek mindegyikéhez tartozik egy kód.
 (3) Megfelelő/nem megfelelő.
 (4) Olívaolaj és pogácsaolaj esetében nem szükséges megadni.”