

A BIZOTTSÁG 1348/2013/EU VÉGREHAJTÁSI RENDELETE

(2013. december 16.)

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. cikke első bekezdésének a) és h) pontjára, összefüggésben 4. cikkével,

mivel:

- (1) A 2568/91/EGK bizottsági rendelet ⁽²⁾ meghatározza az olívaolajok és az olívapogácsa-olajok kémiai és érzékszervi jellemzőit, valamint az e jellemzők értékelésére szolgáló módszereket. Ezeket a módszereket, illetve az olajok jellemzőire vonatkozó határértékeket – a vegyészeti szakértők véleményét figyelembe véve és a Nemzetközi Olívanács (a továbbiakban: IOC) keretében végzett munka eredményeivel összhangban – frissíteni kell.
- (2) A Nemzetközi Olívanács által megállapított legújabb nemzetközi szabványok uniós szintű végrehajtásának biztosítása érdekében frissíteni kell bizonyos, a 2568/91/EGK rendeletben meghatározott elemzési módszereket, valamint az olajok jellemzőire vonatkozó bizonyos határértékeket.
- (3) Következésképpen ki kell igazítani a sztigmatadiének, a viaszok, a mirisztinsav és a zsírsav-alkilészterek határértékeit és ennek megfelelően módosítani kell bizonyos döntési fákat annak ellenőrzésére, hogy egy olívaolaj-minta megfelel-e a bejelentett kategóriának. A fogyasztóvédelem érdekében döntési fákat kell bevezetni a korlátozottabb paraméterekkel összevetett kampeszerin- és delta-7-sztigmatsterin-tartalom meghatározására a kereskedelem megkönnyítése és az olívaolajok eredetiségének biztosítása céljából. A szterinek összetételének és mennyiségének megállapítására, valamint az eritrodiol és az uvaol meghatározására alkalmazott elemzési módszert megbízhatóbb módszerrel kell felváltani, mely a triterpén dialkoholokat is lefedi. Emellett indokolt felülvizsgálni az olívaolajok érzékszervi értékelését, valamint bevezetni egy olyan módszert, amely lehetővé teszi a külső eredetű növényi olajok kimutatását az olívaolajokban.
- (4) Az olajok megfelelőségi ellenőrzésének eljárásaival kapcsolatos fejlemények fényében az olívaolajok és az olívapogácsa-olajok elemzési módszereit ezeknek megfelelően ki kell igazítani.
- (5) Ezért a 2568/91/EGK rendeletet ennek megfelelően módosítani kell.

- (6) Annak érdekében, hogy kellő idő álljon rendelkezésre az új szabályokhoz történő alkalmazkodásra és az alkalmazásukhoz szükséges eszközök bevezetésére, valamint a kereskedelemi ügyletek zavarait megelőzendő célszerű az e rendelet szerinti módosításokat 2014. március 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 olívapogácsa-olajok a készletek kimerüléséig forgalomba hozhatók legyenek.
- (7) 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 helyébe a következő szöveg lép:

„2. cikk

- (1) Az olajok I. melléklet szerinti jellemzőinek megállapítása a következő elemzési módszerekkel történik:
 - a) a szabad zsírsavak mennyiségének az olajsav százalékban történő meghatározása a II. melléklet szerinti módszerrel;
 - b) a peroxid-index meghatározása a III. melléklet szerinti módszerrel;
 - c) a viasztartalom meghatározása a IV. melléklet szerinti módszerrel;
 - d) a szterinek és a triterpén dialkoholok összetételének és mennyiségének kapilláris oszlopos gázkromatográfiával történő meghatározása a V. melléklet szerinti módszerrel;
 - e) a 2-gliceril monopalmitát százaléklának meghatározása a VII. melléklet szerinti módszerrel;
 - f) a spektrofotometriás elemzés a IX. melléklet szerinti módszerrel;
 - g) a zsírsavösszetétel meghatározása a X. A. és a X. B. melléklet szerinti módszerrel;
 - h) az illékony halogénezett oldószerek meghatározása a XI. melléklet szerinti módszerrel;

⁽¹⁾ HL L 299., 2007.11.16., 1. o.

⁽²⁾ A Bizottság 1991. július 11-i 2568/91/EGK rendelete (1991. július 11.) az olívaolaj és az olívamadaradék-olaj jellemzőiről és az ezekre vonatkozó elemzési módszerekről (HL L 248., 1991.9.5., 1. o.).

- i) a szűz olívaolaj érzékszervi jellemzőinek értékelése a XII. melléklet szerinti módszerrel;
- j) a sztigmaszadiének mennyiségének meghatározása a XVII. melléklet szerinti módszerrel;
- k) az ECN42 triglicerid-tartalom meghatározása a III. melléklet szerinti módszerrel;
- l) az alifás alkoholtartalom meghatározása a XIX. melléklet szerinti módszerrel;
- m) a viasz-, valamint a zsírsav-metilészter- és zsírsav-etilészter-tartalom meghatározása a XX. melléklet szerinti módszerrel.

A külső eredetű növényi olajok jelenlétének az olívaolajokban történő kimutatására a XXa. melléklet szerinti elemzési módszer alkalmazandó.

(2) A szűz olívaolajok érzékszervi jellemzőinek nemzeti hatóságok vagy képviselőik által történő ellenőrzését a tagállamok által jóváhagyott kóstolói csoportok végzik.

Valamely olajnak az első albekezdésben említett érzékszervi jellemzői akkor tekintendők a bejelentett kategóriának megfelelőnek, ha a tagállamok által jóváhagyott kóstolói csoport megerősíti az osztályozást.

Amennyiben az érzékszervi jellemzők tekintetében a csoport nem erősíti meg a bejelentett kategóriát, az érdekelt fél kérésére a nemzeti hatóságok vagy képviselőik más jóváhagyott csoportokkal haladéktalanul elvégeztetnek két ellenőrző értékelést, melyek közül az egyiket az érintett termelő tagállam által jóváhagyott csoport végzi. Az érintett jellemzők akkor tekintendők a bejelentett kategóriának megfelelőnek, ha az ellenőrző értékelések közül legalább kettő megerősíti az adott osztályozást. Amennyiben ez nem áll fenn, az ellenőrző értékelések költségei az érdekelt felet terhelik.

(3) Az olaj jellemzőinek a nemzeti hatóságok vagy képviselőik által az (1) bekezdésben előírtaknak megfelelően történő ellenőrzése során a mintavételezés a vizsgálati minták előkészítésére vonatkozó EN ISO 661, valamint a mintavételezésre vonatkozó EN ISO 5555 nemzetközi szabvány szerint történik. Azonban az EN ISO 5555 szabvány 6.8 pontja ellenére, a közvetlen csomagolású olajok esetében a mintavételezés e rendelet Ia. melléklete szerint történik. Az ömlesztett olajok esetében, amelyekre nem alkalmazható az EN ISO 5555 szabvány szerinti mintavétel, a mintavételezés a tagállam illetékes hatósága által adott utasítások szerint történik.

Az EN ISO 5555 szabvány és az EN ISO 661 szabvány 6. fejezetének sérelme nélkül a levett mintákat a lehető

leggyorsabban sötét helyen, hőhatástól távol kell elhelyezni, és legkésőbb a mintavételezést követő ötödik munkanapig be kell küldeni elemzésre; eltérő esetben úgy kell tárolni a mintákat, hogy azok a laboratóriumba küldésük előtt a szállítás vagy a tárolás során ne sérüljenek vagy károsodjanak.

(4) A (3) bekezdésben említett ellenőrzések céljára a II., III., IX., XII. és XX. mellékletben említett elemzéseket és – ha a nemzeti törvények előírják – az ellenvizsgálatokat csomagolt termékek esetében a minőségmegőrzési idő lejártá előtt kell elvégezni. Az ömlesztett olajok mintavételezése esetében az elemzéseket legkésőbb a mintavételt követő hatodik hónapban el kell végezni.

Az e rendeletben előírt egyéb elemzések vonatkozásában semmiféle határidőt nem kell alkalmazni.

Hacsak a mintavétel nem kevesebb mint két hónappal a minőségmegőrzési idő lejártá előtt történik, akkor amennyiben az elemzések eredményei nem felelnek meg a bejelentett kategóriájú olívaolaj és olívapogácsa-olaj jellemzőinek, az érintett felet legkésőbb egy hónappal az első albekezdésben meghatározott időtartam lejártá előtt értesíteni kell.

(5) Az olívaolajok jellemzőinek az (1) bekezdés első albekezdésében előírt módszerek szerinti meghatározása céljából az elemzés eredményeit közvetlenül össze kell vetni az e rendeletben meghatározott határértékekkel.”

- (2) Az I. melléklet helyébe az e rendelet I. mellékletének szövege lép.
- (3) Az Ia. melléklet helyébe e rendelet II. mellékletének szövege lép.
- (4) Az Ib. melléklet helyébe e rendelet III. mellékletének szövege lép.
- (5) Az V. melléklet helyébe e rendelet IV. mellékletének szövege lép.
- (6) A VI. mellékletet el kell hagyni.
- (7) A XII. melléklet helyébe e rendelet V. mellékletének szövege lép.
- (8) E rendelet egy XXa. melléklettel egészül ki, amelynek szövege a rendelet XX. melléklete után szerepel.

2. cikk

A 2014. március 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.

3. cikk

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

Ezt a rendeletet 2014. március 1-jétől kell alkalmazni.

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

Kelt Brüsszelben, 2013. december 16-án.

a Bizottság részéről

az elnök

José Manuel BARROSO

[illegible]

Kategória	Zsír-sav-etilész- terek (FAEE) mg/kg (*)	Savasság (%) (*)	Peroxidszám mEq O ₂ /kg (*)	Viasztartalom mg/kg (**)	2-gliceril-monopal- mitát (%)	Sztigmasztadi- ének mg/kg (1)	Különb- ség: ECN42 (HPLC) és ECN42 különb- sége (2) (elméleti számítás)	K ₂₃₂ (*)	K ₂₆₈ vagy K ₂₇₀ (*)	Delta-K (*)	Organoleptikus értékelés Hibamedian (Hm) (*)	Organolep- tikus értékelés Gyümölcsös- ségi median (Gym) (*)
5. Finomított és szűz olívaola- jokból álló olívaolaj	—	≤ 1,0	≤ 15	C ₄₀ + C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ ≤ 350	≤ 0,9 ha a palmi- tinsav összaránya % ≤ 14 % ≤ 1,0 ha a palmi- tinsav összaránya % > 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
6. Nyers olívapo- gácsa-olaj	—	—	—	C ₄₀ + C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ > 350 (6)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7. Finomított olívapogácsa- olaj	—	≤ 0,3	≤ 5	C ₄₀ + C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ > 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8. Olívapogácsa- olaj	—	≤ 1,0	≤ 15	C ₄₀ + C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ > 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

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

(2) Az olívaolajnak meg kell felelnie a XXa. mellékletben meghatározott módszerre vonatkozó előírásnak.

(3) Ez a határérték a 2014. március 1-je után előállított olívaolajokra vonatkozik.

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

(5) Vagy ahol a hibamedian 3,5 fölötti, vagy a hibamedian legfeljebb 3,5 és a gyümölcsösségi median 0.

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

Kategória	Zsír-savösszetétel (1)						Transzola- jizo-merek összege (%)	Transzli- nol- + transzli- nol- izomerek összege (%)	Szterinösszetétel						Szterinek összege (mg/kg)	Eritrodio- l és uvaol (%) (**)
	Mirisztin- sav (%)	Linolén- sav (%)	Arachin- sav (%)	Eikozén- sav (%)	Behén-sav (%)	Lignoce- rin-sav (%)			Kolesz- terin (%)	Brasszi- kasz-terin (%)	Kampesz- terin (2) (%)	Sztigmasz- terin (%)	Láth. β- szitosz- terin (%) (3)	Delta-7- sztigma- szenol (2) (%)		
1. Extra szűz olívaolaj	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
2. Szűz olívaolaj	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
3. Lampante olívaolaj	≤ 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. Finomított olívaolaj	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5

Kategória	Zsírsavösszetétel ⁽¹⁾						Transzla- jizo-merek összege (%)	Transzli- nol- + transzli- lén- izomerek összege (%)	Szterinösszetétel						Szterinek összege (mg/kg)	Eritrodiol és uvaol (%) ^(**)
	Mirisztin- sav (%)	Linolén- sav (%)	Arachin- sav (%)	Eikozén- sav (%)	Behén-sav (%)	Lignoce- rin-sav (%)			Kolesz- terin (%)	Brasszi- kasz-terin (%)	Kampesz- terin ⁽²⁾ (%)	Sztigmasz- terin (%)	Láth. β- szitosz- terin (%) ⁽³⁾	Delta-7- sztigma- szenol ⁽²⁾ (%)		
5. Finomított és szűz olívaolajokból álló olívaolaj	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
6. Nyers olívapogácsa-olaj	≤ 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 ⁽⁵⁾
7. Finomított olívapogácsa-olaj	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,30	≤ 0,20	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 800	> 4,5
8. Olívapogácsa-olaj	≤ 0,03	≤ 1,00	≤ 0,60	≤ 0,40	≤ 0,30	≤ 0,20	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 600	> 4,5

⁽¹⁾ Egyéb zsírsavtartalom (%): palmitin: 7,50-20,00; palmitolein: 0,30-3,50; heptadekán: ≤ 0,30; heptadecén: ≤ 0,30; sztearin: 0,50-5,00; olaj: 55,00-83,00; linol: 3,50-21,00.

⁽²⁾ Lásd e Melléklet Függelékét.

⁽³⁾ Láth. β-szitoszterol Delta-5,23-sztigmasztadienol+kleroszterin+béta-szitoszterin+szitosztanol+delta-5-avenaszterin+delta-5,24-sztigmasztadienol.

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

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

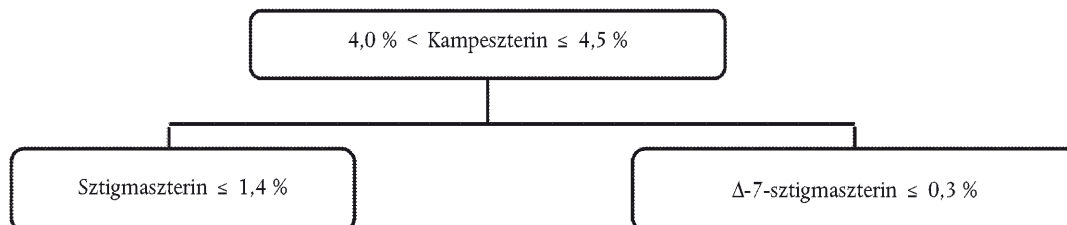
Megjegyzések:

- (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 határértéken, 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 olívapogácsa-olaj esetében sem kell egyidejűleg betartani ezeket a határokat.

Függelék

Döntési fa

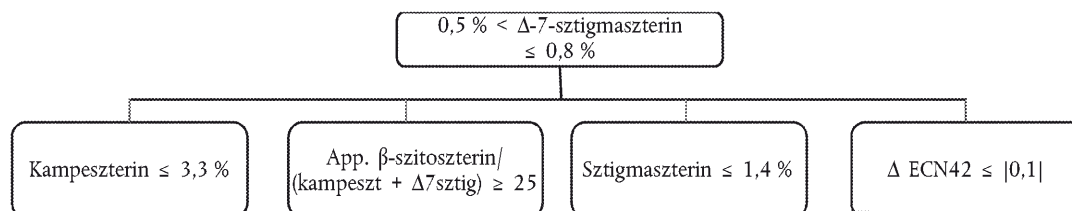
Kampeszterin döntési fa szűz és extra szűz olívaolajokhoz:



A többi paraméternek meg kell felelnie a rendeletben meghatározott határértékeknek.

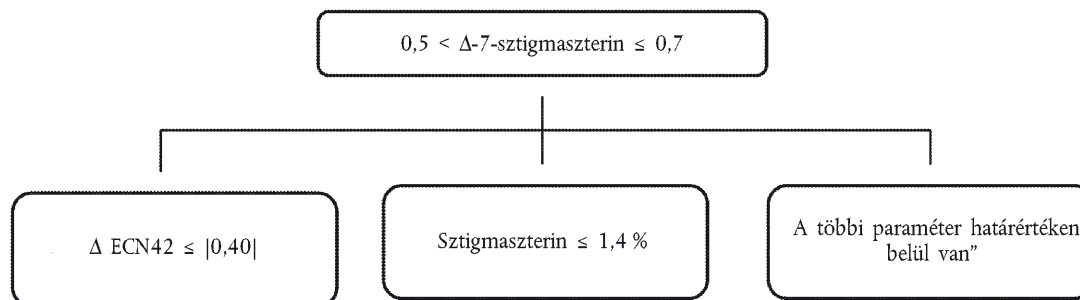
Delta-7-sztigmaszterin döntési fa:

— Extra szűz és szűz olívaolajokhoz



A többi paraméternek meg kell felelnie a rendeletben meghatározott határértékeknek.

— Olívapogácsa-olaj (nyers és finomított)



II. MELLÉKLET

„Ia MELLÉKLET

OLÍVAOLAJBÓL VAGY OLÍVAPOGÁCSA-OLAJBÓL TÖRTÉNŐ MINTAVÉTEL KÖZVETLEN CSOMAGOLÁSBAN SZÁLLÍTOTT

Ez a mintavételi módszer a közvetlen csomagolású olívaolaj- vagy olívapogácsa-olaj gyártási tételekre vonatkozik. A mintavételi módszer annak függvényében változik, hogy a közvetlen csomagolású kiszerelés meghaladja-e az 5 litert, vagy sem.

A „gyártási tétel” olyan árucikk-készlet, amit olyan körülmények között állítottak elő, dolgoztak fel és csomagoltak, hogy a minden egyes árucikk által tartalmazott olaj az összes analitikai jellemző tekintetében homogénnek mondható. Az egyes gyártási tételek azonosítását az Európai Parlament és a Tanács 2011/91/EU irányelvének megfelelően kell elvégezni ⁽¹⁾.

Az „egyedi minta” a közvetlen csomag által tartalmazott olajmennyiség, és amit a gyártási tételből emeltek ki véletlenszerűen.

1. AZ ELSŐDLEGES MINTA TARTALMA

1.1. 5 litert meg nem haladó közvetlen csomagolás

Az „elsődleges minta” az 5 litert meg nem haladó közvetlen csomagolás esetében az egy gyártási tételből vett egyedi minták számát jelenti az 1. táblázatnak megfelelően.

1. táblázat

Az elsődleges minta minimális méretét a következők szerint kell megállapítani

Amennyiben a közvetlen csomagolás űrtartalma	Az elsődleges minta az alábbi számú közvetlen csomagból származó olajat tartalmaz
(a) 1 liter vagy annál nagyobb	(a) 1 közvetlen csomag
(b) kisebb mint 1 liter	(b) a legalább 1 liter összterfogatot kitevő minimális számú csomag

Az 1. táblázatban található, az elsődleges mintát tartalmazó csomagok száma a tagállamok egyedi igényeinek megfelelően növelhető (például, ha az organoleptikus vizsgálatot nem ugyanaz a laboratórium végzi, mint a kémiai vizsgálatot, ellenőrző elemzést stb.)

1.2. 5 litert meghaladó közvetlen csomagolás

Az „elsődleges minta” az 5 litert meghaladó közvetlen csomag esetében az összes egyedi minta reprezentatív része, amit a 2. táblázatnak megfelelő redukciós eljárás szerint kell megkapni. Az elsődleges mintát különböző mintavételi elemekből kell összeállítani.

Az elsődleges minta „mintavételi eleme” azokat a csomagokat jelenti, amelyek együttesen az elsődleges mintát teszik ki.

2. táblázat

Vételezendő egyedi minták minimális száma

Csomagok száma a tételben	A vételezendő egyedi minták minimális száma
Legfeljebb 10	1
11 és 150 között	2
151 és 500 között	3
501 és 1 500 között	4
1 501 és 2 500 között	5
> 2 500/1 000 csomag	1 plusz egyedi minta

⁽¹⁾ Az Európai Parlament és a Tanács 2011/91/EU irányelve (2011. december 13.) azon árutételt azonosító jelzésekről és jelölésekről, amelyekhez az adott ételkészlet tartozik (HL L 334., 2011.12.16., 1. o.).

Annak érdekében, hogy csökkenthető legyen a közvetlen csomagokból történő mintavétel, az egyedi minták tartalmát homogenizálni kell az elsődleges minta előállításához. A különböző egyedi minták adagjait a keverés általi homogenizáláshoz egy közös tartályba kell önteni úgy, hogy a lehető leginkább védve legyenek a levegőtől.

Az elsődleges minta tartalmát egy sorozat legkevesebb 1,0 l űrtartalmú csomagba kell önteni, ezek mindegyike az elsődleges minta egy-egy mintavételi elemét képezi.

Az elsődleges minták száma a tagállamok egyedi igényeinek megfelelően növelhető (például, ha az organoleptikus vizsgálatot nem ugyanaz a laboratórium végzi, mint a kémiai vizsgálatot, ellenőrző elemzést stb.)

Minden egyes csomagot úgy kell feltölteni, hogy a tetején a lehető legkisebb legyen a levegőréteg, majd megfelelően le kell zárni és biztosítani, hogy a termék manipulációbiztos legyen.

Ezeket a mintavételi elemeket a megfelelő azonosítás érdekében fel kell címkézni.

2. ELEMZÉSEK ÉS EREDMÉNYEK

- 2.1. Minden egyes elsődleges mintát az EN ISO 5555 szabvány 2.5. pontja szerint laboratóriumi mintákra kell felosztani, és az lb. mellékletben szereplő döntési fa szerinti vagy bármilyen más véletlenszerű sorrendben kell elemezni.
- 2.2. Amennyiben a vizsgálatok minden eredménye megfelel az olaj bejelentett kategóriája jellemzőinek, az egész tételt megfelelőnek kell nyilvánítani.

Amennyiben az elemzések eredményeinek valamelyike nem felel meg az olaj bejelentett kategóriája jellemzőinek, az egész tételt nem megfelelőnek kell nyilvánítani.

3. A GYÁRTÁSI TÉTEL KATEGÓRIÁJÁNAK ELLENŐRZÉSE

- 3.1. A gyártási tétel kategóriájának ellenőrzésére, az illetékes hatóság a következő táblázat szerint megnövelheti a gyártási tétel különböző pontjain vételezendő elsődleges minták számát:

3. táblázat

A gyártási tétel mérete által meghatározott elsődleges minták száma

Gyártási tétel mérete (literben)	Elsődleges minták száma
7 500	2
7 500 – 25 000	3
25 000 – 75 000	4
75 000 – 125 000	5
≥ 125 000	6 + 1 minden további 50 000 liter után

Az elsődleges mintát adó egyedi mintákat a tételben egymás mellett elhelyezkedő közvetlen csomagokból kell vételezni; minden egyes elsődleges minta elhelyezését fel kell jegyezni, és a mintákat egyértelmű azonosítóval kell ellátni.

Minden egyes elsődleges mintát az 1.1. és az 1.2. pontokban ismertetett eljárásoknak megfelelően kell vételezni.

Ezt követően minden elsődleges mintával a 2(1) cikkben ismertetett elemzéseket kell elvégezni.

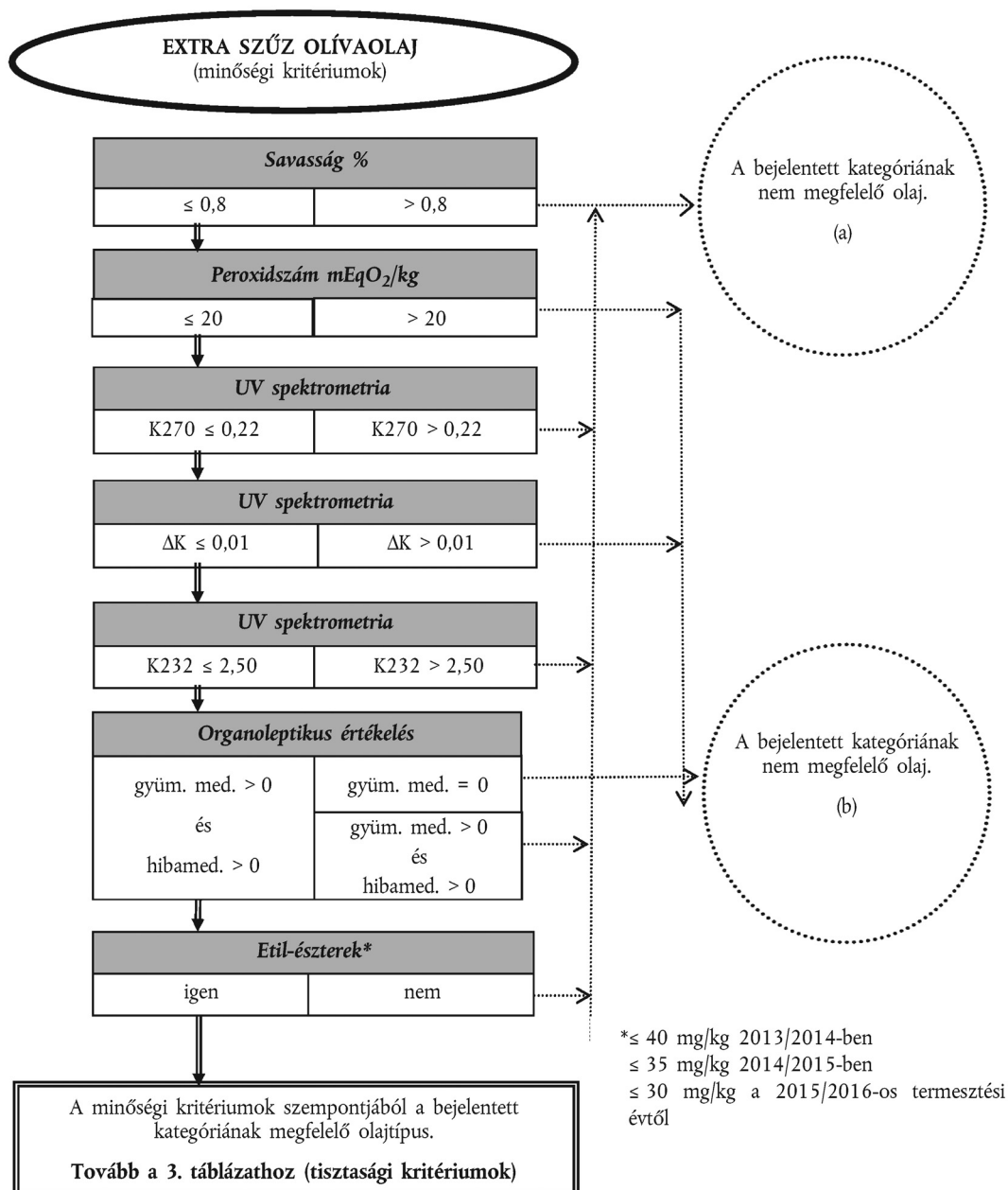
- 3.2. Ha a 2(1) cikkben ismertetett elemzések eredményeinek egyike legalább egy elsődleges minta esetében nem felel meg az olaj bejelentett kategóriája jellemzőinek, a teljes mintázott tételt nem megfelelőnek kell nyilvánítani.

III. MELLÉKLET

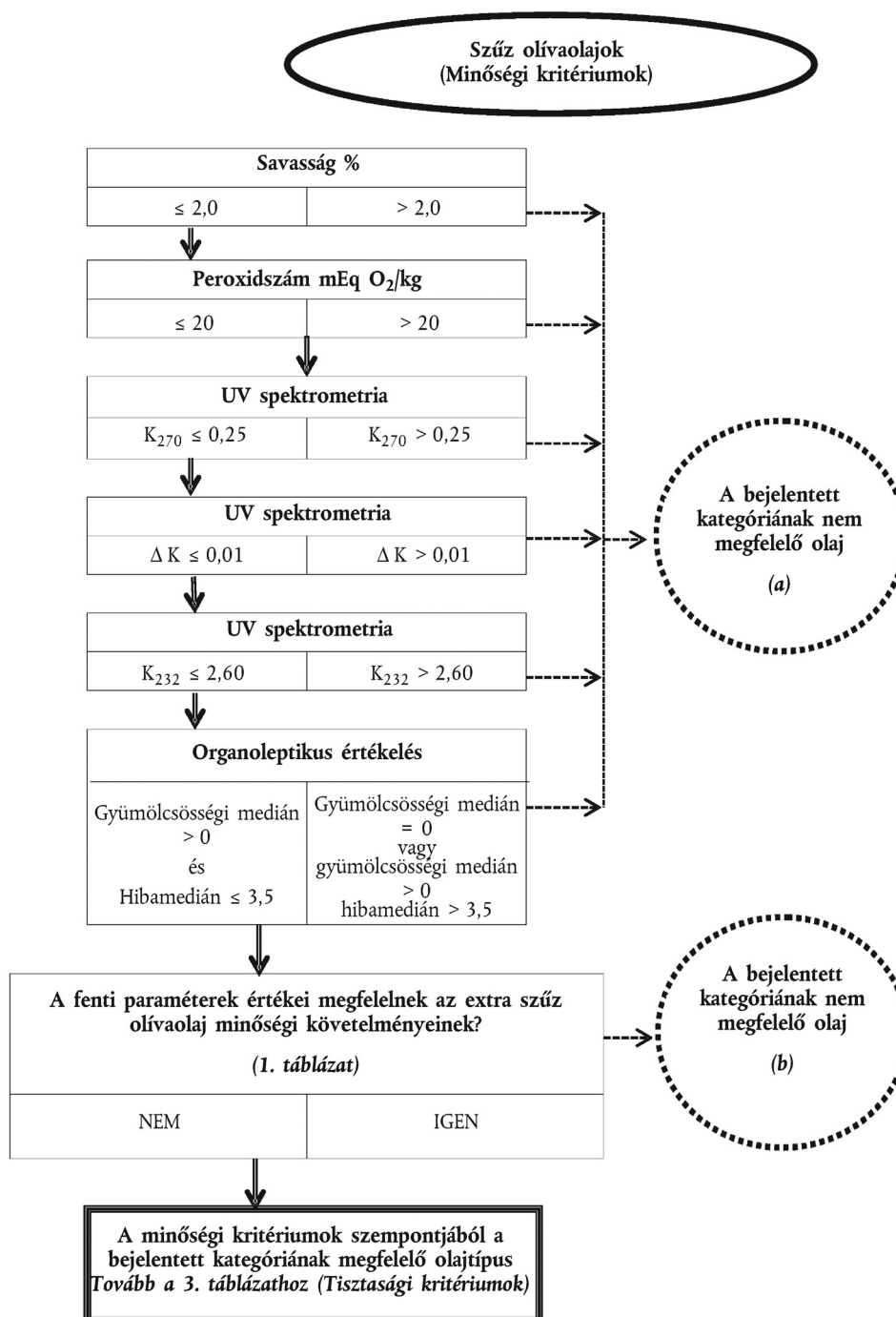
„Ib. MELLÉKLET

DÖNTÉSI FA ANNAK ELLENŐRZÉSÉRE, HOGY EGY OLÍVAOLAJ-MINTA MEGFELEL-E A BEJELENTETT KATEGÓRIÁNAK

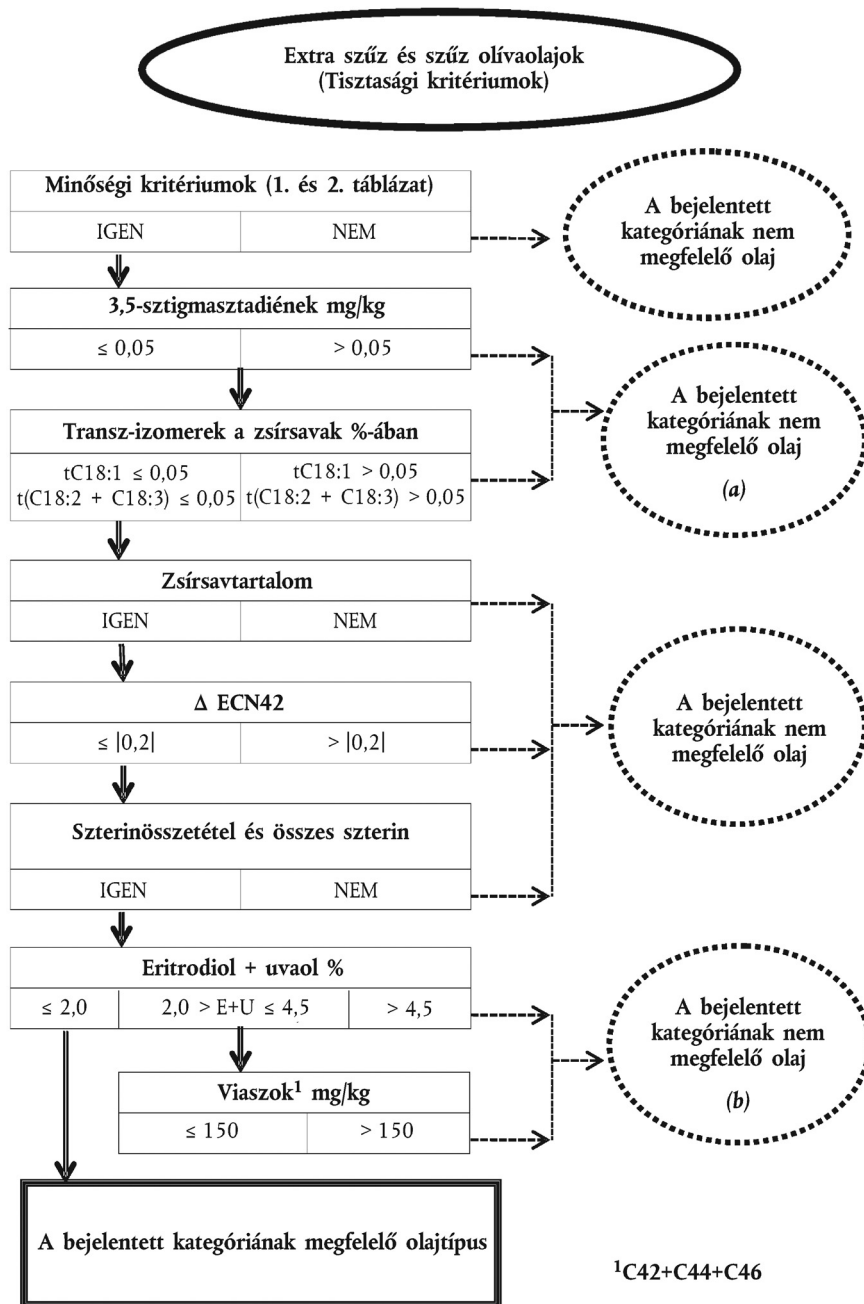
1. táblázat



2. táblázat



3. táblázat



1. függelék

Ekvivalenciatablázat e rendelet mellékletei és a döntési fában meghatározott elemzések között

— Savasság	II. melléklet	A szabad zsírsavak meghatározása, hideg módszer
— Peroxidszám	III. melléklet	A peroxidszám meghatározása
— UV spektrometria	IX. melléklet	Spektrofotometriás vizsgálat
— Organoleptikus értékelés	XII. melléklet	A szűz olívaolaj organoleptikus értékelése
— Etil-észterek	XX. melléklet	A viasz-, valamint a zsírsav-metilészter- és a zsírsavak-etilészter-tartalom kapilláris gázkromatográfiával történő meghatározásának módszere
— 3,5-sztigmasztadiének	XVII. melléklet	A növényi olajok sztigmasztadiénjeinek meghatározási módszere
— Zsírsavak transz-izomerjei	X.A. melléklet és	A zsírsavak metil-észtereinek gázkromatográfiás elemzése
	X.B. melléklet	A zsírsavak metil-észtereinek preparátumai
— Zsírsavtartalom	X.A. melléklet és	A zsírsavak metil-észtereinek gázkromatográfiás elemzése
	X.B. melléklet	A zsírsavak metil-észtereinek preparátumai
— ΔECN42	XVIII. melléklet	Az ECN42 trigliceridek összetételének meghatározása (a HPLC-adatok és az elméleti összetétel közötti különbség)
— Szterinösszetétel és -össz-mennyiség — Eritrodiol és uvaol	V. melléklet	A szterinek és triterpén-alkoholok összetételének és mennyiségének meghatározása kapillárisoszlop-gázkromatográfiával
— Viaszok	IV. melléklet	A viasztartalom meghatározása kapillárisoszlop-gázkromatográfiával
— Alifás alkoholok	XIX. melléklet	Az alifás alkoholok mennyiségének meghatározása kapillárisoszlop-gázkromatográfiával
— A 2-es pozíción található telített zsírsavak	VII. melléklet	A 2-gliceril-monopalmitát százalékanak meghatározása”

IV. MELLÉKLET

„V. MELLÉKLET

**A SZTERINEK ÉS TRITERPÉN-ALKOHOLOK ÖSSZETÉTELÉNEK ÉS MENNYISÉGÉNEK MEGHATÁROZÁSA
KAPILLÁRISOSZLOP-GÁZKROMATOGRÁFIÁVAL**

1. CÉL

Ez a módszer az olívaolajok és olívapogácsa-olajok egyes és összes szterin- és a triterpén-alkohol-tartalmának meghatározására szolgáló eljárást írja le.

2. ALAPELV

Az olajat, amelyhez belső standardként α -kolesztanolt adnak, etanolos kálium-hidroxid oldattal elszappanosítják, majd az el nem szappanosítható anyagot dietil-éterrel kivonják.

A szterin- és triterpén-alkohol-frakciót vékonyréteg kromatográfiás módszerrel, bázisos szilikagél lemezen elválasztják az el nem szappanosítható anyagtól. A szilikagélből visszanyert szterineket trimetilszilil-éterre alakítják és kapillárisoszlop-gázkromatográfia alkalmazásával elemzik.

3. BERENDEZÉS

Hagyományos laboratóriumi felszerelés különös tekintettel a következőkre:

- 3.1. 250 ml térfogatú lombik visszafolyós hűtővel és csiszolatos üveg csatlakozásokkal.
 - 3.2. 500 ml térfogatú választótölcsér.
 - 3.3. 250 ml térfogatú lombikok.
 - 3.4. Komplet elemzőberendezés vékonyréteg kromatográfiához, 20 × 20 nagyságú üveg tárgylemezekkel.
 - 3.5. 254 vagy 366 nm hullámhosszúságú ultraibolya lámpa.
 - 3.6. 100 µl és 500 µl térfogatú mikrofecskendő.
 - 3.7. Hengeres szűrőtölcsér G 3 porózus válaszfallal (15–40 µm porozitás), megközelítőleg 2 cm átmérőjű és megközelítőleg 5 cm magas, vákuum alatti szűrésre alkalmas, csiszolt üveg apacsatlakozóval.
 - 3.8. 50 ml térfogatú vákuum Erlenmeyer lombik csiszolatos üveg anyacsatlakozóval a szűrőtölcsérrel (3.7. pont) való használathoz.
 - 3.9. 10 ml térfogatú kúpos fenekű kémcső, csiszolatos üveg dugóval.
 - 3.10. Gázkromatográf split injektoros kapilláris oszloppal történő használatra, a következőkből felszerelve:
 - 3.10.1. termosztatikus kamra az oszlopok számára (oszlopkemence) a kívánt hőmérséklet $\pm 1^\circ\text{C}$ pontosságon belüli tartásához;
 - 3.10.2. Szabályozható hőmérsékletű injektáló egység perszilán borítású üveges gőzölögtető berendezéssel és split rendszerrel;
 - 3.10.3. lángionizációs detektor (FID);
 - 3.10.4. regisztráló-integrátor berendezés a lángionizációs detektorral (3.10.3. pont) történő használatra, mely alkalmas manuális integrációra.
 - 3.11. Ömlesztett szilícium-dioxidból készült, 20–30 m hosszúságú, 0,25–0,32 mm belső átmérőjű, egyenletes 0,10–0,30 µm vastagságú, 5 % difenil- és 95 % dimetil-polisziloxán összetételű bevonattal ellátott (SE-52 vagy SE-54 állófázis vagy annak megfelelő) kapilláris oszlop.
 - 3.12. 10 µl térfogatú mikrofecskendő gázkromatográfiához, split injektáláshoz alkalmas cementált tűvel.
 - 3.13. Kalcium-klorid szárítóberendezés
4. REAGENSEK
- 4.1. Kálium-hidroxid (minimum 85 %-os koncentrációjú).

- 4.2. Kálium-hidroxid, megközelítőleg 2 N etanolos oldat.
130 g kálium-hidroxid (4.1. pont) hűtés közben feloldva 200 ml desztillált vízben, majd etanollal feltöltve egy liter mennyiségűre (4.10. pont). Az oldatot jól lezárt, sötét színű üvegben kell tárolni, legfeljebb két napig.
- 4.3. Analízishez megfelelő tisztaságú dietil-éter.
- 4.4. Kálium-hidroxid, megközelítőleg 0,2 N etanolos oldat.
13 g kálium-hidroxid (4.1. pont) feloldva 20 ml desztillált vízben, majd etanollal feltöltve egy liter mennyiségűre (4.10. pont).
- 4.5. Analízishez megfelelő tisztaságú vízmentes nátrium-szulfát.
- 4.6. Szilikagél bevonatú, 0,25 mm vastagságú üveg tárgylemezek (20 × 20 cm), fluoreszcencia indikátor nélkül (kereskedelmi fogalomban használatra készen kapható).
- 4.7. Toluol, kromatográfiás minőség.
- 4.8. Aceton, kromatográfiás minőség.
- 4.9. n-hexán, kromatográfiás minőség.
- 4.10. Dietil-éter, kromatográfiás minőség.
- 4.11. Analízishez megfelelő tisztaságú etanol.
- 4.12. Analízishez megfelelő tisztaságú etil-acetát.
- 4.13. Referenciaoldat a vékonyréteg-kromatográfiához: koleszterin vagy fitoszterinek és eritrodol 5 %-os oldata etil-acetátban (4.11. pont).
- 4.14. 2,7-diklórflorescein 0,2 %-os oldata etanolban. Enyhén meglúgosítva néhány csepp 2 N alkoholos kálium-hidroxid oldat hozzáadásával (4.2. pont).
- 4.15. Vízmentes piridin, kromatográfiás minőség (lásd 5. megjegyzés).
- 4.16. Analízishez megfelelő tisztaságú hexametildiszilazán.
- 4.17. Analízishez megfelelő tisztaságú trimetilklorzilán.
- 4.18. Szterin-trimetilszilil-éterek referenciaadatai.
A felhasználáskor kell előállítani az azokat tartalmazó olajokból származó szterinekből és eritrodolból.
- 4.19. α-kolesztanol, 99 % feletti tisztaságú (a tisztaságot GC elemzéssel kell ellenőrizni).
- 4.20. α-kolesztanol, 0,2 % (m/V) oldata etil-acetátban (belső standard).(4.11. pont).
- 4.21. Fenoltaleinoldat, 10 g/l etanolban (4.10. pont).
- 4.22. Vivőgáz: hidrogén vagy hélium, gázkromatográfiai felhasználáshoz megfelelő tisztaságú.
- 4.23. Segédgázok: hidrogén, hélium, nitrogén és levegő, gázkromatográfiai felhasználáshoz megfelelő tisztaságú.
- 4.24. n-hexán (4.9. pont)/etil-éter (4.10. pont) 65:35 (V/V) arányú keveréke.
- 4.25. Szililező reagens piridin/hexametildiszilazán/trimetilklorzilán 9:3:1 (V/V/V) arányú keverékéből.
5. ELJÁRÁS
- 5.1. El nem szappanosítható anyag készítése.
- 5.1.1. Egy 500 µl mikrofecskendő (3.6. pont) segítségével tegyen a 250 ml-es lombikba (3.1. pont) olyan mennyiségű 0,2 %-os α-kolesztanol kloroformos oldatot (4.20. pont), amelyben a kolesztanol mennyisége az analízishez vett minta szterintartalmának megközelítőleg 10 %-a. Például 5 g mintához adjon 500 µl 0,2 %-os α-kolesztanol oldatot (4.20. pont), ha olívaolajat analizál, és 1 500 µl-t, ha olívapogácsa-olajat analizál. Enyhe nitrogénáramban való párologtatással, meleg vízfürdőben, szárítsa ki, majd a lombik lehűtése után mérjen pontosan $5 \pm 0,01$ g-ot a száraz, szűrt mintából ugyanabba a lombikba.
1. megjegyzés: Az észlelhető mennyiségű koleszterint tartalmazó állati vagy növényi olajok és zsírok esetében olyan csúcsok jelennek meg, amelyek retenciós ideje közel van a kolesztanoléhoz. Ennek előfordulása esetén a szterinfrakciót kétszer kell elemezni, egyszer belső standard nélkül, egyszer pedig belső standarddal.

5.1.2. Adjon hozzá 50 ml 2 N etanolos kálium-hidroxid oldatot (4.2. pont) és néhány forrkövet, csatlakoztassa a visszafolyós hűtőt, és vízfürdőben fokozatosan hevítse forrásig, amíg a szappanképződés meg nem indul (az oldat tisztává válik). Folytassa a melegítést további 20 percen keresztül, majd adjon hozzá 50 ml desztillált vizet a kondenzátor tetején keresztül, ezután szerelje le a kondenzátort, és hűtse le a lombikot megközelítőleg 30 °C-ra.

5.1.3. A lombik tartalmát töltsse át egy 500 ml térfogatú választótölcsérbe (3.2. pont) több rész desztillált vízzel (50 ml) történő öblítés mellett. Adjon hozzá megközelítőleg 80 ml dietil-étert (4.10. pont) és körülbelül 60 másodpercen keresztül rázza erőteljesen; a nyomás kiengedéséhez időszakosan fordítsa át a választótölcsért és nyissa meg az elzárócsapot. Hagyja állni, míg a két fázis teljesen szét nem válik (2. megjegyzés).

Válassa le a szappanos oldatot amennyire csak lehetséges, és gyűjtse össze egy másik választótölcsérbe Végezzen két további kivonást a vizes-alkoholos fázison hasonló módon, esetenként 60–70 ml etil-éter felhasználásával (4.10. pont).

2. megjegyzés: Az emulziók megszüntethetők hozzáadott kis mennyiségű etilalkohol segítségével (4.11. pont).

5.1.4. A három éterkivonatot keverje össze egy közös választótölcsérben 50 ml vízzel. Folytassa az atmoszféra vízzel (50 ml-enként), amíg a mosóvíz már nem válik rózsaszínűvé egy csepp fenoltaleinoldat hozzáadására (4.21. pont).

A mosóvíz eltávolítását követően, szűrje át vízmentes nátrium-szulfáton (4.5. pont) egy 250 ml térfogatú lombikba, amelynek súlyát előzőleg lemérte, a tölcst és a szűrőt mossa ki több adagban, kis mennyiségű dietil-éterrel (4.10. pont).

5.1.5. Desztillációval párologtassa el az oldószert egy rotációs bepárlóban, 30 °C-on, vákuumban. Adjon hozzá 5 ml acetont és az illékony oldószert teljesen távolítsa el enyhe légáramban. Kemencében 103±2 °C-on hőmérsékleten szárítsa a maradékot 15 percen keresztül. Exsikkátorban hagyja kihűlni, és mérje meg a súlyát 0,1 mg pontossággal.

5.2. A szterin- és triterpén-alkohol-frakciók (eritriol + uvaol) elkülönítése

5.2.1. A bázisos vékonyréteg kromatográfiás lemezek előkészítése. Merítse be a szilikagél lapokat (4.6. pont) teljesen 0,2 N etanolos kálium-hidroxid oldatba (4.5. pont) 10 másodpercre, majd hagyja őket vegyifülke alatt száradni két óráig, végül helyezze őket 100 °C hőmérsékletű kemencébe egy órára.

Vegye ki a lapokat a kemencéből, és felhasználásig tegye őket kalcium-kloridot tartalmazó exsikkátorba (3.13. pont) (az így kezelt lapokat 15 napon belül fel kell használni).

3. megjegyzés: Amennyiben bázikus szilikagél lapokat használ a szterinfrakció leválasztásához, akkor nincsen szükség az el nem szappanosítható anyagok timfölddel történő kezelésére. Ebből az következik, hogy minden savas jellegű komponens (zsírsavak és egyéb savak) visszamarad a startvonalon, és a szterinek sávja egyértelműen elválik a nyílt szénláncú alkohol- és a triterpénalkohol-sávoktól.

5.2.2. Hexán/etil-éter elegyét (4.24. pont) (4. megjegyzés) vezesse be egy futtatókádba megközelítőleg 1 cm mélységben. Zárja le a kádat, és hagyja hűvös helyen megközelítőleg fél órán keresztül, hogy beálljon az egyensúly a gőz és a folyadék között. Futtatószerbe mártott szűrőpapírsíkok erősíthetők a kád belső felületére. Ezzel megközelítőleg egyharmadával csökkenthető a futtatási idő, és egyenletesebb lesz az összetevők eluálódása.

4. megjegyzés: A futtatóelegyet minden vizsgálathoz ki kell cserélni, hogy tökéletesen reprodukálható futtatási körülményeket biztosítson; az előbbi helyett használhatja n-hexán/etil-éter 50:50 térfogatarányú (v/v) oldatát is.

5.2.3. Készítsen az el nem szappanosítható anyagból (5.1.5. pont) megközelítőleg 5 %-os etil-acetátos oldatot (4.12. pont), és a 100 µl térfogatú mikrofecskendő segítségével ebből az oldatból 0,3 ml-t vigyen fel egyenes és vékony csíkokban egy kromatográfiás lap (5.2.1. pont) alsó részére (2 cm-re a szélétől). A szterin- és triterpén-alkoholsáv futtatás utáni azonosítására a csíkokhoz igazodva vigyen fel 2–3 µl referenciaoldatot (4.13. pont).

5.2.4. A lemezt helyezze az 5.2.2. pont szerint előkészített futtatókádba. A környezeti hőmérsékletet 15–20 °C között kell tartani (5. megjegyzés). A kádat azonnal fedéllel zárja, le és a mintát hagyja eluálódni, ameddig az oldószerfront el nem éri a lemez felső szélétől számított 1 cm távolságot. Ekkor vegye ki a lemezt a futtatókádból, és meleglevegő-áram segítségével vagy rövid időre elszívófülkébe helyezve párologtassa el az oldószert.

5. megjegyzés: Magasabb hőmérséklet hatására romlik az elválasztás hatásfoka.

5.2.5. Kismértékben és egyenletesen permetezze be a lemezt 2,7-diklórfloreszcein oldattal (4.14. pont), és hagyja megszáradni. Mikor ultraibolya fényben nézi a lapot, a szterin- és triterpén-alkoholsávokat a referenciaoldat foltjaival történő összehasonlítás alapján lehet felismerni (4.13. pont). A fluoreszkáló terület mentén jelölje be a sávok határait fekete ceruzával (lásd VRK-lemezek 3. ábra).

5.2.6. A kijelölt területen található szilikagélt kaparja le egy fémspatulával. Az eltávolított és apróra zúzott anyagot tegye egy szűrőtölcsérbe (3.7. pont). Adjon hozzá 10 ml forró etil-acetátot (4.12. pont), és alaposan keverje össze fémspatula segítségével, majd vákuumban szűrje le, a szűrletet gyűjtse össze a szűrőtölcsérhez csatlakoztatott Erlenmeyer lombikban (3.8. pont).

A lombikban maradó anyagot mossa ki háromszor dietil-éterrel (4.3. pont) (minden alkalommal megközelítőleg 10 ml-rel), a szüredéket gyűjtse ugyanabba a tölcserhez csatlakoztatott lombikba. Párolja be a szüredéket megközelítőleg 4–5 ml térfogatúra, és a maradék oldatot töltsen egy 10 ml térfogatú kémcsőbe (3.9. pont), amelynek súlyát előzőleg lemérte; a kémcsövet gyenge nitrogénáramban, kismértékű melegítéssel párolja be, majd oldja be ismét pár csepp acetonban (4.8. pont) és bepárlással ismét szárítsa ki.

A kémcsőben maradt anyag a szterin- és triterpén-alkoholfrakció.

5.3. Trimetilszilil-éterek készítése.

5.3.1. Töltsen a szterin- és triterpén-alkohol-frakciót tartalmazó kémcsőbe a szililező reagenst (4.25. pont) (6. megjegyzés), a szterinek és triterpén-alkoholok minden milligrammjához 50 µl-nyi mennyiségben úgy, hogy az közben ne vegyen fel nedvességet (7. megjegyzés).

6. megjegyzés: A használatra kész oldatok kereskedelmi forgalomban kaphatók. Egyéb szililező reagensok, mint például bisz-trimetilszilil-trifluoroacetamid + 1 % trimetil-klórszilazán, amelyet azonos térfogatú vízmentes piridinnel kell hígítani, szintén kaphatók.

A piridin helyettesíthető azonos mennyiségű acetonitrillel.

5.3.2. Dugózza le a kémcsövet, és óvatosan (felfordítás nélkül) rázza addig, amíg az összetevők teljesen feloldódnak. Ezután hagyja legalább 15 percig szobahőmérsékleten állni, majd ezt követően centrifugálja néhány percig. A tiszta oldat gázkromatográfiás vizsgálatra kész.

7. megjegyzés: Kismértékű opálosság kialakulása, ami normális jelenség, nem okoz problémát. A fehér csomók kialakulása vagy a rózsaszín elszíneződés megjelenése a nedvesség jelenlétét, illetve a reagens elhasználódását jelzi. Ebben az esetben a tesztet meg kell ismételni (kizárólag, ha hexametildiszilazán/trimetilklorzilán elegyet használ).

5.4. Gázkromatográfiás elemzés.

5.4.1. Előzetes műveletek és az oszlop tömítése.

5.4.1.1. A kapilláris oszlopot (3.11. pont) illessze be a gázkromatográfba úgy, hogy az oszlop bemenetét csatlakoztassa a split injektorhoz, az oszlop kimenetét pedig a detektorhoz.

Végezze el a gázkromatográfiás berendezés általános ellenőrzését (gázszervélyek szivárgása, a detektor határfoka, a hasítórendszer és a felvevő rendszer határfoka stb.).

5.4.1.2. Amennyiben első alkalommal használja az oszlopot, célszerű azt kondicionálni. Fúvasson át egy kevés vivőgázt a kapilláris oszlopon, majd kapcsolja be a gázkromatográfiás berendezést, és kezdje el fokozatosan melegíteni addig, amíg a hőmérséklet legalább 20 °C-kal meghaladja az üzemi hőmérsékletet (8. megjegyzés). Ezt a hőmérsékletet tartsa legalább két órán keresztül, majd helyezze az egész berendezést üzemi körülmények közé (gáz-áramok és a split-folyamat szabályozása, bontóláng begyűjtése, csatlakoztatás az elektronikus íróhoz, az oszlop beszabályozása, a detektor és az injektor hőmérséklete stb.), és rögzítse a jelet az analízis során tervezett legmagasabb szintnél legalább kétszer nagyobb érzékenységgel. Az alapvonalnak lineárisnak kell lennie, illetve mindennemű csúctól és ingadozástól mentesnek.

A negatív egyenes vonalú drift az oszlop csatlakozásainak tökéletlen tömítettségét jelzi, míg a pozitív drift az oszlop nem megfelelő kondicionálását jelzi.

8. megjegyzés: A kondicionálás hőmérsékletének legalább 20 °C-kal alacsonyabbnak kell lennie, mint az alkalmazott állófázis esetén várható maximális hőmérséklet.

5.4.2. Az üzemi körülmények megválasztása.

5.4.2.1. Az irányadó üzemi körülmények a következők:

- oszlophőmérséklet: 260 ± 5 °C;
- az injektor hőmérséklete: 280–300 °C;
- a detektor hőmérséklete: 280–300 °C;
- a vivőgáz lineáris sebessége: hélium 20–35 cm/s, hidrogén 30–50 cm/s;

- bontási tényező: 1:50–1:100;
- a berendezés érzékenysége: a minimális elnyelés 4–16-szorosa;
- a rögzítés érzékenysége: 1–2 mV teljes méréstartomány;
- a befecskendezett anyag mennyisége: 0,5–1 µl TMSE oldat.

A fenti feltételek az oszlop és a gázkromatográf jellemzőinek megfelelően módosíthatók, hogy a kapott kromatogramok megfeleljenek a következő feltételeknek:

- a β-szitoszterin-csúcs retenciós idejének 20 ± 5 percnak kell lennie;
- a kampeszterin-csúcsnak olívaolaj esetén (átlagos tartalom 3 %) a teljes skála $20 \pm 5\%$ -ának, szójaolaj esetén (átlagos tartalom 20 %) a teljes skála $80 \pm 10\%$ -ának kell lennie;
- minden jelenlévő szterint szét kell választani. A szétválasztáson túl minden csúcsot teljesen fel kell bontani, azaz a csúcs vonalának a következő csúcs kezdete előtt vissza kell térnie az alapvonalhoz. Azonban a nem teljes felbontás elfogadható abban az esetben, ha a TRR 1,02-nél (szitosztanol) lévő csúcs a függőleges segítségével kiszámítható.

5.4.3. Az elemzési eljárás.

- 5.4.3.1. A 10 µl térfogatú mikrofecskendő segítségével szívjon fel 1 µl hexánt majd 0,5 µl levegőt, ezt követően pedig 0,5–1 µl mintaoldatot. A mikrofecskendő dugattyúját felfelé mozgatva ürítse ki a tűt. A tűt vezesse be a befecskendező berendezés válaszfalán, majd 1–2 másodperc elmúltával fecskendezze be gyorsan az oldatot, és kb. 5 másodperc múlva lassan húzza ki a tűt.

Automatikus injektor is alkalmazható.

- 5.4.3.2. Folytassa a rögzítést, ameddig a jelenlévő triterpén-alkoholok TMSE keveréke teljesen eluálódott. Az alapvonalnak továbbra is meg kell felelnie az előírásoknak (5.4.1.2.).

5.4.4. A csúcsok azonosítása

Az egyes csúcsok azonosítását a retenciós idő alapján és az azonos körülmények között analizált szterin és triterpén-alkoholok TMSE keverékkel összehasonlítva végezze (lásd Függelék).

A szterinek a következő sorrendben eluálódnak: koleszterin, brasszicaszterin, ergoszterin, 24-metilén-koleszterin, kampeszterin, kampesztanol, sztigmaszterin, Δ 7-kampeszterin, Δ 5,23-sztigmasztadienol, kleroszterin, β-szisztoszterin, szisztosztanol, Δ 5-avenaszterin, Δ 5,24-sztigmasztadienol, Δ 7-sztigmasztenol, Δ 7-avenaszterin, eritrodiol és uvaol.

Az SE-52 és SE-54 oszlopok β-szitoszterinjének retenciós ideje az 1. táblázatban látható.

Az 1. ábrán és a 2. ábrán néhány olaj jellegzetes kromatogramja látható.

5.4.5. Mennyiségi értékelés.

- 5.4.5.1. Az α-kolesztanol és a szterin és triterpén-alkoholok csúcsainak területét az integrátor segítségével számítsa ki. Ne vegye figyelembe az 1. táblázat felsorolásában nem szereplő vegyületektől származó csúcsokat (az ergoszterint nem kell figyelembe venni). Az α-kolesztanol reakció együtthatójának értékét vegye 1-nek.

- 5.4.5.2. Az egyes szterinek mg/kg zsírszerű anyagban megadott koncentrációját a következő módon lehet kiszámítani:

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

ahol:

A_x = az x szterin csúcsának területe a rendszer által használt mértékegységben;

A_s = az α-kolesztanol csúcsának területe a rendszer által használt mértékegységben;

m_s = a hozzáadott α-kolesztanol tömege milligrammban;

m = a meghatározni kívánt minta tömege grammban.

6. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

- 6.1. Jegyezze fel az egyes szterinek mg/kg zsírszerű anyagban megadott mennyiségét, illetve összegüket az „összes szterin” mennyiségeként.

Az egyes szterinek és az eritrodiol és uvaol összetételét egy tizedes pontossáig kell megadni.

Az összes szterin összetételét tizedes nélkül kell megadni.

- 6.2. Az egyes szterinek koncentrációját a vonatkozó csúcs területének és az összes szterin-, eritrodiol- és uvaol-csúcs területének hányadosából határozza meg:

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

ahol:

A_x = x csúcsának területe;

ΣA = az összes szterincsúcs alatti terület.

- 6.3. Látható β -szitoszterin: $\Delta 5$ -23-sztigmasztadienol + kleroszterin + β -szitoszterin + szitosztanol + $\Delta 5$ -avenaszterin + $\Delta 5$ -24-sztigmasztadienol.
- 6.4. Számítsa ki az eritrodiol- és uvaol-százalékot:

$$\text{Eritrodiol} + \text{Uvaol} = \frac{E_r + U_v}{E_r + U_v + \Sigma A} \times 100$$

Ahol:

ΣA = a szterin összterülete a rendszer által használt mértékegységben;

E_r = az eritrodiol területe a rendszer által használt mértékegységben;

U_v = az uvaol területe a rendszer által használt mértékegységben;

Függelék

A gáz lineáris sebességének meghatározása

Fecskendezzen 1–3 µl metánt vagy propánt a normál üzemelési körülményekre beállított gázkromatográfba, és mérje meg a metán vagy propán oszlopon történő áramlásának idejét a befecskendezés pillanatától a csúcs megjelenésének pillanatáig (t_M).

A cm/s-ben megadott lineáris sebesség az L/t_M kifejezésből adódik, ahol az L oszlop hossza centiméterben, a t_M pedig a stopperórával mért idő másodpercben.

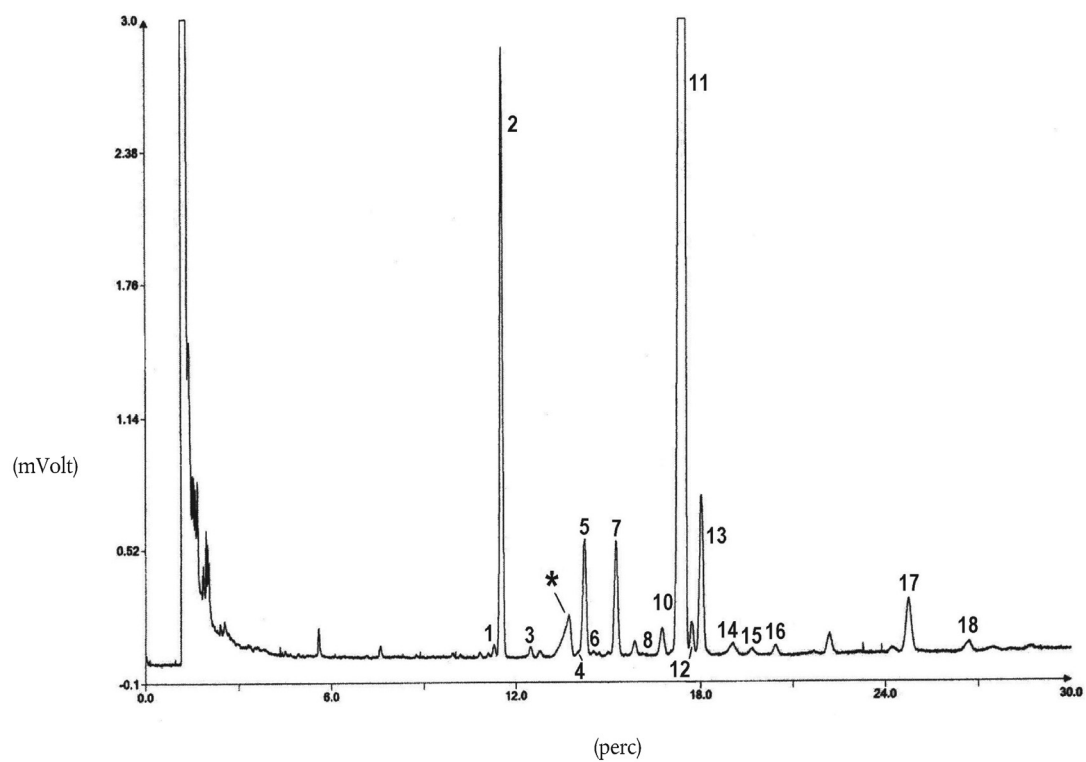
1. táblázat

A szterinek relatív retenciósi ideje

Csúcs	Megnevezés		Relatív retenciósi idő	
			SE 54 oszlop	SE 52 oszlop
1	Koleszterin	Δ-5-kolesztén-3β-ol	0,67	0,63
2	Kolesztanol	5α-kolesztán-3β-ol	0,68	0,64
3	Brasszिकासzterin	[24S]-24-metil-Δ-5,22-kolesztadién-3β-ol	0,73	0,71
*	Ergoszterin	[24S]-24-metil-Δ-5,7,22-kolesztatrién-3β-ol	0,78	0,76
4	24-metilén-koleszterin	24-metilén-Δ-5,24-kolesztadién-3β-ol	0,82	0,80
5	Kampeszterin	(24R)-24-metil-Δ-5-kolesztén-3β-ol	0,83	0,81
6	Kampesztanol	(24R)-24-metil-kolesztán-3β-ol	0,85	0,82
7	Sztigmaszterin	(24S)-24-etil-Δ-5,22-kolesztadién-3β-ol	0,88	0,87
8	Δ-7-kampeszterin	(24R)-24-metil-Δ-7-kolesztén-3β-ol	0,93	0,92
9	Δ-5,23-sztigmasztadienol	(24R,S)-24-etil-Δ-5,23-kolesztadién-3β-ol	0,95	0,95
10	Kleroszterin	(24S)-24-etil-Δ-5,25-kolesztadién-3β-ol	0,96	0,96
11	β-szitoszterin	(24R)-24-etil-Δ-5-kolesztén-3β-ol	1,00	1,00
12	Szitosztanol	24-etil-kolesztán-3β-ol	1,02	1,02
13	Δ-5-avenaszterin	(24Z)-24-etilidén-Δ-5-kolesztén-3β-ol	1,03	1,03
14	Δ-5,24-sztigmasztadienol	(24R,S)-24-etil-Δ-5,24-kolesztadién-3β-ol	1,08	1,08
15	Δ-7-sztigmaszterin	(24R,S)-24-etil-Δ-7-kolesztén-3β-ol	1,12	1,12
16	Δ-7-avenaszterin	(24Z)-24-etilidén-Δ-7-kolesztén-3β-ol	1,16	1,16
17	Eritrodiol	5α-oleán-12-én-3β,28-diol	1,41	1,41
18	Uvaol	Δ12-urszén-3β,28-diol	1,52	1,52

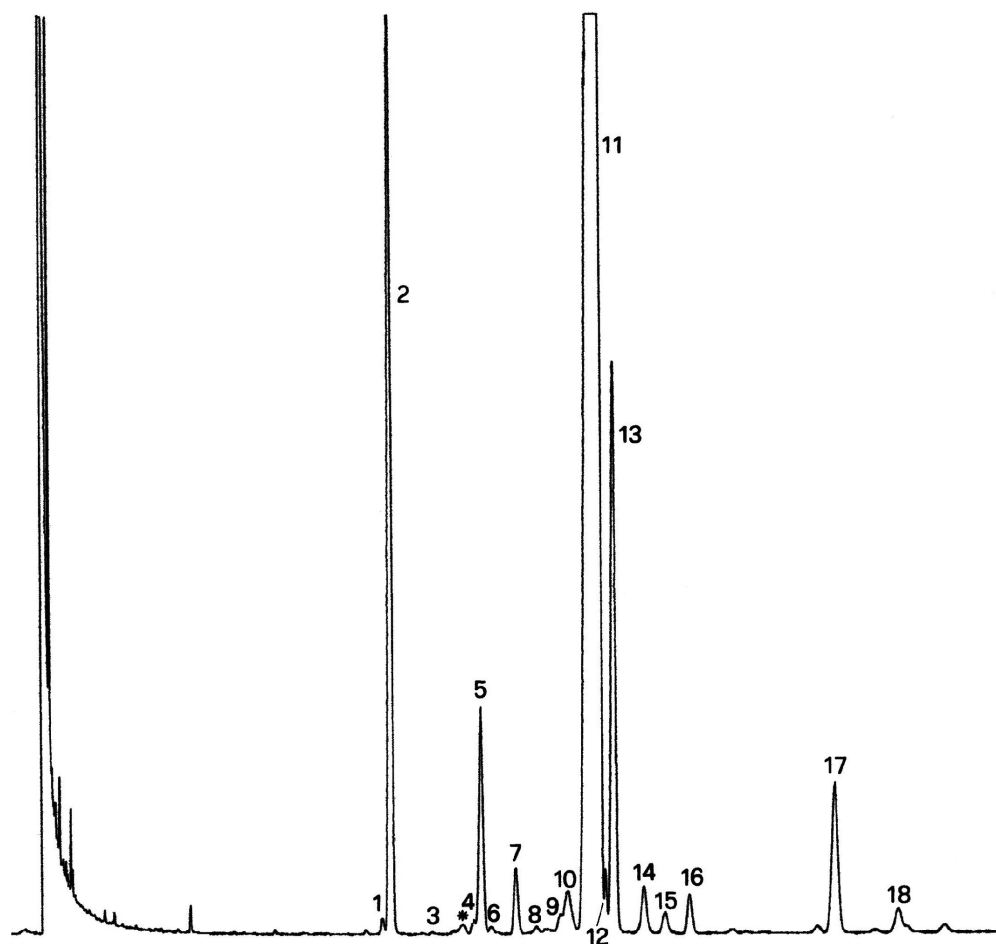
1. ábra

Lampante olívaolaj szterin- és triterpén-alkohol-frakciójának gázkromatogramja (belső standardokkal)



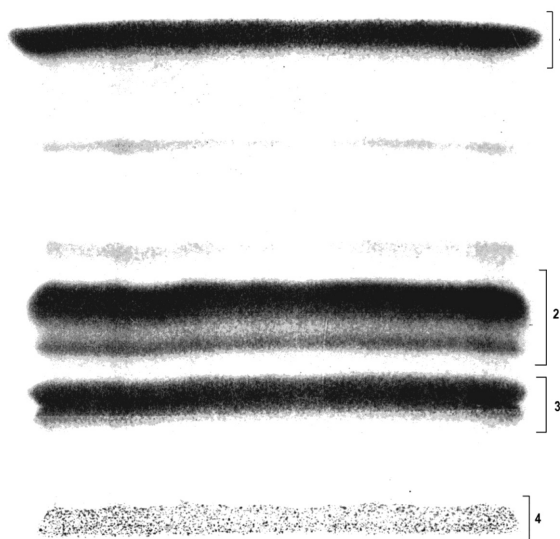
2. ábra

Egy finomított olívaolaj szterin- és triterpén-alkohol-frakciójának gázkromatogramja (belső standardokkal)



3. ábra

Olívapogácsa-olaj VRK-lemeze azzal a területtel, amit le kell kaparni a szterinek és triterpén-alkoholok meghatározásához



- 1 – Szkvalén
- 2 – Triterpén- és alifás alkoholok
- 3 – Szterinek és triterpén-alkoholok
- 4 – Start és szabad zsírsavak

V. MELLÉKLET

„XII. MELLÉKLET

A NEMZETKÖZI OLÍVAOLAJ-TANÁCSNAK A SZŰZ OLÍVAOLAJOK ÉRZÉKSZERVİ ÉRTÉKELÉSÉRE SZOLGÁLÓ MÓDSZERE**1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET**

Ennek a nemzetközi módszernek a célja, hogy az 1234/2007/EK rendelet XVI. mellékletének 1. pontja szerint megállapítsa a szűz olívaolaj érzékszervi jellemzőinek értékelési eljárását, és létrehozza az e jellemzők alapján történő osztályozásukra szolgáló módszert. A módszer a fakultatív címkézésre vonatkozó útmutatást is tartalmaz.

Az ismertetett módszer csak a szűz olívaolajokra alkalmazandó, valamint azok osztályozására vagy címkézésére az érzékelt hibák intenzitása és a gyümölcsösség szerint, egy válogatott, képzett és vizsgáztatott kóstolókból álló, értékelő bizottságként működő csoport által meghatározott módon.

A módszer a fakultatív címkézésre vonatkozó útmutatást is tartalmaz.

Az IOC (Nemzetközi Olívaolaj-Tanács) ezen mellékletben említett szabványai a legutolsó rendelkezésre álló verziójukban kerültek alkalmazásra.

2. AZ ÉRZÉKSZERVİ ELEMZÉS ÁLTALÁNOS ALAPSZÓKÉSZLETE

Lásd az IOC/T.20/Doc. No 4 „Sensory Analysis: General Basic Vocabulary” (Érzékszervi elemzés: Általános alapszókészlet) szabványt.

3. SZAKKIFEJEZÉSEK**3.1. Negatív tulajdonságok**

Dohos/seprős Az olyan olajbogyókból sajtolt olaj jellegzetes zamata, amelyek az egymásra halmozás, illetve a tárolási körülmények miatt a légmentes erjedés előrehaladott állapotában vannak, vagy olyan olajé, amely az olajtároló medencékben és kádakban a légmentes erjedés folyamatában lévő fejtési „üledékekkel” érintkezett.

Penészes-nedves-földes A több napon keresztül nedves helyen történt tárolás következtében, a penész és élesztőgombák által megtámadott olajbogyóból nyert olaj jellegzetes zamata, vagy olyan olívabogyókból nyert olaj jellegzetes zamata, amelyeket földesen, sárosan takarítottak be, és lemosásuk elmaradt.

Boros-ecetes/savanyú-fanyar Némely olajnak a borra vagy ecetre emlékeztető jellegzetes zamata van. Ez a zamat alapvetően az olajbogyóknak, illetve a nem megfelelően lemosott sajtolószítán maradt olajbogyó-pépnek a levegőn való erjedési folyamatából származik, amelynek eredményeként ecetsav, etil-acetát és etanol képződik.

Avas Olyan olajok zamata, amelyek intenzív oxidációs folyamaton mentek keresztül.

Fagyott olíva (nedves fás) Az olajfán fagyásnak kitett olajbogyókból kivont olajok jellegzetes zamata.

3.2. Egyéb negatív tulajdonságok

Sült vagy Olyan olajok jellegzetes zamata, amelyek előállításuk során – és különösen az olajbogyópép termikus keverése alatt – túlzott mértékben és/vagy

égett túl hosszú ideig lettek felmelegítve, ha ez nem megfelelő hőmérsékleti körülmények között történt.

Szénás-fás A kiszáradt olajbogyóból kinyert bizonyos olajok jellegzetes zamata.

Nyers Egyes régi olajok által keltett jellegzetes hatás, melyek kóstoláskor pépes, tésztaszerű érzést okoznak.

Kenőzsíros A gázolajra, gépszírra vagy ásványi olajra emlékeztető zamat.

Vizes Erjedt növényi nedvekkel hosszabb ideig érintkezésben maradt olajok által szerzett zamat.

Sós A sós páclében tartósított olajbogyóból nyert olajok jellegzetes zamata.

Fémek Fémekre emlékeztető aroma. Az olyan olaj jellegzetessége, amely a zúzás, a keverés, a sajtolás vagy a tárolás során hosszabb ideig fémfelületekkel érintkezett.

Eszpartó Új eszpartófű-szítán kipréselt olívbogyókból származó olajok jellegzetes zamata. A zamat változhat attól függően, hogy a sajtolószítát zöld vagy száraz eszpartófűből készítették-e.

Férges Az olajbogyó-fűrőlégy (*Bactrocera oleae*) lárváitól erősen megtámadott olívbogyóból származó olaj zamata.

Uborkás A hermetikusan lezárt állapotban, például bádogtartályban túl hosszú ideig tartott olaj jellegzetes zamata, amely a 2,6-nonadienal képződésének tulajdonítható.

3.3. Pozitív tulajdonságok

Gyümölcsös Az olajra jellemző mindazon – olajbogyófajta szerint változó – szagérzetek, amelyek az egészséges és friss, zöld vagy érett gyümölcs közvetlen vagy retronazális úton való szaglásából származnak.

Keserű A zöld vagy az érési folyamat kezdetén lévő olajbogyóból nyert olívaolaj jellegzetes alapíze, amelyet a nyelven V alakban elhelyezkedő kehelyformájú ízlelőbimbók érzékelnek.

Csípős Az egész szájüregben, de különösen a torokban érzékelhető kaparó érzés, amely elsősorban a még zöldolívbogyóból, a gazdasági év elején termelt olaj sajátosságára.

3.4. A címkézéskor alkalmazható fakultatív kifejezések

Kérelemre az értékelő csoport elnöke tanúsíthatja, hogy az értékelt olajok Az érzékelés intenzitásának függvényében megfelelnek a következő kifejezések és jelzők szerinti meghatározásoknak és fokozatoknak.

Pozitív tulajdonságok (gyümölcsös, keserű és csípős): Az érzékelés intenzitásának függvényében:

- **Erős**, ha az érintett tulajdonság mediánja 6-nál nagyobb;
- **Közepes**, ha az érintett tulajdonság mediánja 3 és 6 között van;
- **Enyhe**, ha az érintett tulajdonság mediánja 3-nál kisebb;

Gyümölcsös: Az olajra jellemző mindazon – olajbogyófajta szerint változó – szagérzetek, amelyek az egészséges és friss, zöld gyümölcs közvetlen vagy retronazális úton való szaglásából származnak, és ahol sem a zöld, sem az érett gyümölcsösség nem domináns.

Zöld gyümölcsös: Az olajra jellemző mindazon – olajbogyófajta szerint változó – szagérzetek, amelyek a zöld egészséges és friss gyümölcs közvetlen vagy retronazális úton való szaglásából származnak.

Érett gyümölcsös: Az olajra jellemző mindazon – olajbogyófajta szerint változó – szagérzetek, amelyek az egészséges és friss gyümölcs közvetlen vagy retronazális úton való szaglásából származnak.

Kiegyensúlyozott: Olyan olajra alkalmazható, amely nem kiegyensúlyozatlan. Kiegyensúlyozatlanságon azt a szaglási-ízlelési és érintési érzetet kell érteni, amikor a keserű és/vagy csípős tulajdonság mediánja két ponttal a gyümölcsös tulajdonság mediánja fölött van.

Édes olaj: Olyan olaj esetében alkalmazható, amelynél a keserű és a csípős tulajdonság mediánja 2 vagy annál kisebb.

4. AZ OLAJKÓSTOLÓ POHÁR

Lásd az IOC/T.20/Doc. No 5, „Glass for Oil Tasting” (Olajkóstoló pohár) szabványt.

5. VIZSGÁLÓTEREM

Lásd az IOC/T.20/Doc. No 6, „Guide for the Installation of a Test Room” (Segédlet a vizsgálóterem kialakításához) szabványt.

6. BERENDEZÉS

A kóstolók számára a feladatuk megfelelő ellátásához szükséges a következő felszerelést minden kóstolófülkében biztosítani és annak könnyen elérhetőnek kell lennie:

- a mintákat tartalmazó (azonos méretű) poharak, kódszámmal ellátva, óraüveggel lefedve és 28 ± 2 °C-on tartva;
- értékelőlap (lásd 1. ábra) nyomtatva, vagy elektronikusan, feltéve, hogy megfelel az értékelőlap feltételeinek, szükség esetén a használatra vonatkozó utasításokkal;
- toll vagy kitörölhetetlen tinta;
- tálcán almaszeletek és/vagy víz, szénsavas víz és/vagy kétszersült;
- egy pohár környezeti hőmérsékletű víz;
- a 8.4. és 9.1.1. pontban felsorolt általános szabályokra emlékeztető tábla;
- köpöcsészék.

7. A CSOPORT ELNÖKE ÉS A KÓSTOLÓK

7.1. A csoport elnöke

A csoport elnökének alapos szakképzettséggel kell rendelkeznie, és a különféle típusú olívaolajok ismerőjének és tapasztalt szakértőjének kell lennie. Ez a személy a csoport kulcsembere, ő felelős a csoport munkájának megszervezéséért és lebonyolításáért.

A csoport vezetőjének feladata az érzékszervi vizsgálatokhoz használt eszközökkel, az érzékszervi képességekkel kapcsolatos továbbképzések megszervezése, az aprólékos előkészületek elvégzése, a tesztek megszervezése és lebonyolítása, valamint rendelkezik azokkal a képességekkel és türelemmel, amelyek szükségesek a tesztek tudományos alapossággal történő megtervezéséhez és kivitelezéséhez.

Egy személyben felelős a kóstolók kiválasztásáért, a képzésükért, a képességük megfelelő szintentartása érdekében, és ellenőrzi teljesítményüket. Szintén az elnök felelős a kóstolók értékeléséért, amelynek mindig objektívnek kell lennie, és amelyhez speciális eljárásokat kell kifejleszteni. Az eljárások teszteken, valamint szigorú elfogadási és elutasítási kritériumokon kell alapulniuk. Lásd az IOC/T.20/Doc. No 14, „Guide for the selection, training and monitoring of skilled virgin olive oil tasters” (Útmutató a megfelelő képességekkel rendelkező szűz olívaolaj kóstolók kiválasztásához, képzéséhez és ellenőrzéséhez) szabványt.

A csoport elnöke felel a csoport teljesítményéért, ennél fogva annak értékeléséért, melynek során mindig megbízhatónak és pártatlannak kell bizonyulnia. Minden esetben szemléltetnie kell, hogy a módszerek és a kóstolók az ellenőrzése alatt állnak. Javasolt a csoport időszakos felülvizsgálata (IOC/T.20/Doc. No 14, § 5).

Övé a végső felelősség a csoport feljegyzéseinek tárolásáért. Ezeknek a feljegyzéseknek bármikor nyomon követhetőnek kell lenniük. A feljegyzéseknek meg kell felelniük a nemzetközi érzékszervi vizsgálati szabványok által lefektetett biztosítékoknak és minőségi előírásoknak, és mindenkor biztosítaniuk kell a minták anonimitását.

Az elnök felelős a leltározásért, valamint annak biztosításáért, hogy a módszer előírászerű betartásához szükséges berendezések és eszközök tisztítása és karbantartása megfelelő legyen, és az erről, valamint a megfelelő teszt-körülmények meglétéről szóló írott tanúsítványt megőrizze.

Az elnök felel a minták fogadásáért, valamint azok tárolásáért a laboratóriumba való beérkezésüktől kezdődően és a tesztelés után is. Ennek során végig biztosítania kell a minták anonimitását és megfelelő tárolását; ennek biztosítására írásos formában ki kell dolgoznia a folyamatot úgy, hogy az nyomonkövethető legyen és a megfelelő garanciákat biztosítsa.

Ezen felül, az elnök felel a minták előkészítéséért, kódolásáért és átadásáért a kóstolóknak, az előre rögzített protokollnak megfelelő kísérleti elrendezésben, valamint a kóstolók által szolgáltatott adatok összegyűjtéséért és statisztikai feldolgozásáért.

Az elnök felelőssége minden olyan eljárás kidolgozása vagy felvázolása, ami szükséges lehet ennek a szabványnak a teljesítéséért és a kóstolói csoport megfelelő működéséhez.

Annak érdekében, hogy ellenőrizze a csoport megfelelő működését, az elnöknek meg kell találnia a módját, hogy a csoportja adatait összehasonlíthassa más, szűz olívaolajokat elemző kóstolói csoportok adataival.

A csoport elnökének feladata a kóstolócsoporthoz tagjainak ösztönzése, az érdeklődésük, kíváncsiságuk felkeltése a közöttük kialakított versenyszellem révén. Ennek érdekében javasolt biztosítania a kétirányú információáramlást a csoport tagjaival, a tagokat folyamatosan informálni az általuk elvégzett feladatokról és a kapott eredményekről. Biztosítja azt, hogy a véleményét ne ismerjék meg, illetve megakadályozza, hogy az erősebb személyiségek nézeteiket rákényszerítsék a többi kóstolóra.

Az elnök feladata még a kóstolók időben való értesítése, az esetleges kérdéseik megválaszolása a tesztek elvégzésével kapcsolatban, de tartózkodnia kell a javaslatlételtől, illetve a mintákkal kapcsolatos véleménynyilvánítástól.

7.2. Kóstolók

Az olívaolajok érzékszervi vizsgálatában részt vevő személyeknek önkéntesen kell jelentkezniük, az önkéntes munka minden következményével együtt és anyagi jutatások nélkül. Ezért javasolt a jelölteknek egy írásos kérelmet benyújtaniuk. A jelölteket a csoport elnöke választja ki, képi és ellenőrzi a hasonló minták megkülönböztetésére irányuló képességeik szerint, szem előtt tartva, hogy a pontosságuk a képzések során egyre finomodni fog.

A kóstolóknak tényleges érzékszervi megfigyelőkként kell viselkedniük, félre kell tenniük a személyes véleményüket és csak az észlelt érzékszervi észleléseikről kell beszámolniuk. Ennek érdekében a kóstolóknak mindig csendben, nyugodt körülmények között kell dolgozniuk, sürgetés nélkül, úgy, hogy a lehető legnagyobb érzékszervi figyelmet szenteljék a vizsgált mintának.

Minden egyes teszthez 8 és 12 közötti számú kóstoló szükséges. Ugyanakkor célszerű ennél több kóstolót találni az esetleges hiányzók helyettesítésére.

8. TESZTKÖRÜLMÉNYEK

8.1. A minta tállása

Az olajmintát a vizsgálathoz egy szabványos pohárban kell tállni a következő szabvány szerint: IOC/T.20/Doc. No 5, „Glass for Oil Tasting” (Olajkóstoló pohár).

A pohárnak 14-16 ml vagy 12,8-14,6 g olajat kell tartalmaznia, ha a minták tömegének mérése szükséges, és azt minden esetben le kell fedni óraüveggel.

Minden egyes poharat egy kódszámmal kell ellátni, ami véletlenszerűen kiválasztott betűk vagy számok sorozatából áll. A kódokat szagtalan módszerrel kell jelölni.

8.2. A teszt és a minta hőmérséklete

A vizsgálatra szánt olajmintákat poharakban, $28\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ -on kell tartani a teszt teljes időtartamára. Azért erre a hőmérsékletre esett a választás, mert ezen a hőmérsékleten könnyebb meghatározni az érzékszervi különbségeket, mint a környezeti hőmérsékleten, és mert az alacsonyabb hőmérsékleteken az aromaanyagok alig párolognak, illetve olyan illékony komponensek keletkeznek, amelyek a melegített olajokra jellemzőek. Lásd az IOC/T.20/Doc. No 5 „Glass for Oil Tasting” (Olajkóstoló pohár) szabványt azokra a módszerekre nézve, melyekkel a poharakban lévő minták melegíthetők.

A vizsgálóhelyiség hőmérsékletének 20 °C és 25 °C fok között kell lennie (lásd IOC/T.20/Doc. No 6).

8.3. Vizsgálati idő

Az olajok kóstolására a reggel a legalkalmasabb időszak. Bizonyított, hogy vannak a nap folyamán optimális íz- és illatérzékelési periódusok. Az étkezések előtt megfigyelhető egy időszak, amikor az illat- és ízlelési érzékenység megnövekszik, míg az étkezéseket követően csökken az érzékelő képesség.

Ezt a feltételt azonban nem szabad szélsőségesen kihasználni, mikor az éhség megzavarja a kóstolókat, és ezáltal csökkenti a megkülönböztetési képességüket, különösen a preferencia-, illetve elfogadási feltételeiket; ezért javasolt a kóstolás időpontját reggel 10:00 óra és dél (12:00) közöttre tenni.

8.4. Kóstolók: általános viselkedési szabályok

Ezek az ajánlások a kóstolók munkájuk során tanúsított viselkedésére vonatkoznak.

A kóstolóknak, amikor a csoport elnöke behívja őket egy érzékszervi vizsgálaton történő részvételre, a kitűzött időpont előtt meg kell jelenniük és be kell tartaniuk a következőket:

- A teszt meghatározott kezdési ideje előtt legalább 30 perccel nem dohányozhatnak, illetve nem fogyaszthatnak kávét.
- Nem használhatnak semmilyen illatosító szert, kozmetikai szert vagy szappant, amelynek az illata eltart a teszt kezdetéig. A szükséges gyakoriságú kézmosáshoz illatmentes szappant kell használniuk, amelyet leöblítenek, majd kezeiket megszáritják, az illat eltávolítása érdekében.
- A teszt végzése előtt legalább egy órával nem ehetnek.
- Fizikai rosszullét esetén, különösen ha ez érinti a szaglási vagy ízlelési képességet, vagy ha bármilyen olyan pszichológiai hatás alatt állnak, ami megakadályozza őket abban, hogy a munkájukra figyeljenek, a kóstolóknak tartózkodniuk kell a teszten való részvételtől, és erről a megfelelő módon értesíteniük kell a csoport vezetőjét.
- Amennyiben a fentieknek megfelelnek, a kóstolók a lehető legszabályosabb és legcsendesebb módon elfoglalják a számukra kijelölt fülkét.
- Figyelmesen elolvassák az értékelő lapon lévő utasításokat, és addig nem kezdik meg a minta vizsgálatát (nyugodtan és sürgetés nélkül), amíg teljesen biztosak nem lesznek az elvégzendő feladatban. Amennyiben valamilyen kétség merülne fel, személyesen megbeszélhetik a tapasztalt problémákat a csoport elnökével.
- A kóstolóknak a feladatuk elvégzése alatt csendben kell maradniuk.
- A mobiltelefonjukat végig kikapcsolva kell tartaniuk annak érdekében, hogy az ne vonja el sem a saját, sem a kollégáik figyelmét.

9. A SZŰZ OLÍVAOLAJ ÉRZÉKSZERVİ ÉRTÉKELÉSÉNEK ÉS OSZTÁLYOZÁSÁNAK ELJÁRÁSA

9.1. Kóstolási technika

- 9.1.1. A kóstoló felveszi a poharat, ekkor még rajta tartja a poháron az óraüveget, és kissé megdönti; ezután ebben a helyzetben körbeforgatja a poharat, hogy a lehető legnagyobb mértékben benedvesítse a pohár belső felületét. Amikor eddig a fázisig eljutott, leveszi az óraüveget és egyenletes, lassú, mély lélegzetvételkel megszagolja a mintát, ameddig ki nem alakította a vizsgált olajról alkotott véleményét. A szaglás nem tarthat tovább 30 másodpercnél. Amennyiben ez alatt az idő alatt nem született meg a döntés, akkor az újbóli próbálkozás előtt rövid pihenőt kell tartania.

A kóstoló a szaglási teszt befejezését követően az aromát (teljes retronazális, szaglási-ízlelési- és tapintási érzet) vizsgálja. Ennek elvégzéséhez kortyol egy kicsit (megközelítőleg 3 ml) az olajból. Nagyon fontos, hogy az olajat elossza a teljes szájüregben, a száj és a nyelv elejétől kezdődően végig az oldalak mentén a hátsó részig és a szájpadról, mivel ismert tény, hogy a négy alapíz, az édes, a sós, a savanyú és a keserű érzékelése a nyelv és a szájpada különböző területein változó intenzitású.

Elengedhetetlen az, hogy a kóstoló a nyelv hátsó részén megfelelő mennyiségű olajat lassan terítsen szét a torok irányába, mialatt arra figyel, hogy milyen sorrendben jelennek meg a keserű és a csípős ingerek. Amennyiben ez nem történik meg, egyes olajok esetén mindkét inger elkerülheti a figyelmet, vagy a keserű ingert elnyomhatja a csípős inger.

A szájon keresztül történő gyors, egymást követő belégzések nem csak a minta egész szájban történő szétterítését teszik lehetővé a kóstoló számára, hanem azt is, hogy az orr hátulján keresztül érzékelje az illékony aromás összetevőket.

A csípősség közvetlen érzékelését is figyelembe kell venni. Ennek érdekében javasolt az olajat le is nyelni.

- 9.1.2. Szűz olívaolajok érzékszervi vizsgálatánál javasolt egy sorozat alkalmával legfeljebb NÉGY MINTA vizsgálata, egy nap pedig három sorozat vizsgálata annak érdekében, hogy elkerülhető legyen a többi minta közvetlenül ezt követő kóstolása által okozott kontraszthatás.

Mivel az egymást követő kóstolások az érzékelő képesség kimerülését vagy elvesztését okozzák – amit az előző minták okoznak – olyan terméket kell használni, amellyel eltávolítható az előző kóstolás során a szájban maradó olaj.

Javasolt ehhez egy kis szelet almát összerágni, amely összerágás után egy köpöcsészébe köphető. Ezt követően a kóstoló öblítse ki a száját egy kevés szobahőmérsékletű vízzel. Legalább 15 percnél kell eltelnie egy kóstolás befejezése és egy újabb megkezdése előtt.

9.2. Hogyan használja a kóstoló az értékelőlapot?

A kóstolók által használandó értékelőlap ezen Melléklet 1. ábráján látható.

A csoportban részt vevő minden kóstolónak meg kell szagolnia, majd meg kell kóstolnia a megvizsgálandó ⁽¹⁾ olajat.

Ezt követően a rendelkezésére álló értékelőlap 10 cm-es skáláján be kell jelölnie, hogy mekkora intenzitással érzékeli az egyes negatív és pozitív tulajdonságokat. Abban az esetben, ha a kóstolók a 4. pontban fel nem tüntetett negatív tulajdonságot észlelnek, azokat – a meghatározással ellátott kifejezések közül a legpontosabban körülíró kifejezést, illetve kifejezéseket alkalmazva – feljegyzik az „egyéb” rovatba.

9.3. Hogyan dolgozza fel az értékelő csoport elnöke az adatokat?

Az értékelő csoport elnöke összegyűjti az egyes kóstolók által kitöltött értékelőlapokat; ellenőrzi a különféle tulajdonságokhoz rendelt intenzitási fokozatokat. Ha úgy véli, hogy rendellenességet észlel, felkéri a kóstolót az értékelőlap felülvizsgálatára, és – szükség esetén – a vizsgálat megismétlésére.

Az értékelő csoport elnöke beviszi az egyes kóstolók által megállapított adatokat a medián statisztikai kiszámításának az IOC/T.20/Doc. No 15. szabványban található módszerét alkalmazó számítógépes programba. Lásd a 9.4. pontot és ezen melléklet függelékét. Az egy mintára vonatkozó adatok feldolgozása egy mátrix segítségével történik, amely a 9 érzéki tulajdonságnak megfelelő 9 oszlopból és a csoport n számú kóstolójának megfelelő n számú sorból áll.

Ha egy, az értékelő csoportnak legalább 50 %-a által érzékelt tulajdonság az „egyéb” rovatba tartozik, ki kell számítani e hiba mediánját, és az olajat ennek megfelelően kell osztályozni.

A nagy jószágfokú variációs együttható (a legerősebb intenzitású és gyümölcsösségi tulajdonságú) értéke, ami meghatározza a besorolást, nem lehet nagyobb, mint 20%.

Ha ennek az ellenkezője áll fenn, a csoport vezetőjének egy másik kóstolási időpontban meg kell ismételtenie az adott minta értékelését.

Ha ez a helyzet gyakran előfordul, akkor a csoport elnökének javasolt külön képzésben részesítenie a kóstolókat (IOC/T.20/Doc. No 14, § 5) és alkalmaznia kell az ismételhetőségi indexet és az eltérési indexet a csoport teljesítményének ellenőrzésére (IOC/T.20/Doc. No 14, § 6).

9.4. Az olaj osztályozása

Az olajat a hibamedián és a gyümölcsösségi medián függvényében az alábbi osztályokba sorolják. A hibamedián a legerősebb intenzitással érzékelt hiba mediánja. A hibamediant és a gyümölcsösségi mediánt egy tizedes pontossággal kell megadni.

⁽¹⁾ Visszaautasíthatják az olaj megkóstolását, ha rendkívül intenzíven érzékelnek egy vagy több negatív tulajdonságot; ebben az esetben ezt a rendkívüli körülményt fel kell jegyezniük az értékelőlapra.

Az olaj osztályozása a hibamedian és a gyümölcsösségi median értékeinek az alább bemutatott referenciaintervallumokkal való összehasonlítása alapján történik. Ezen intervallumok határait a módszer hibájának figyelembevételével állapították meg, ezért abszolút értékeknek tekinthetők. A számítógépes programok táblázatba foglalt statisztikai adatok, illetve grafikus ábrázolás útján lehetővé teszik az osztályozás vizuális megjelenítését.

- (a) Extra szűz olívaolaj: a hibamedian nullával egyenlő és a gyümölcsösségi median 0-nál nagyobb.
- (b) Szűz olívaolaj: a hibamedian nullánál nagyobb, de 3,5-nél kisebb vagy azzal egyenlő, és a gyümölcsösségi median 0-nál nagyobb;
- (c) Lampante olívaolaj: a hibamedian 3,5-nél nagyobb, vagy a hibamedian 3,5-nél kisebb, és a gyümölcsösségi median nullával egyenlő.

1. megjegyzés:

Ha a keserű és/vagy csípős tulajdonság medianja meghaladja az 5,0-öt, a csoport elnöke ezt bejegyzzi az olaj vizsgálati jegyzőkönyvébe.

1. ábra

A SZŰZ OLÍVAOLAJ ÉRTÉKELŐLAPJA

A hibák érzékelésének intenzitása		
Dohos/seprős (*)		
Penészes/nedves/földes (*)		
Boros/ecetes savanyú/fanyar (*)		
Fagyott olíva (nedves fás)		
Avas		
Egyéb negatív tulajdonságok:		
Leírás:	Fémes ☐ Szénás ☐ Férges ☐ Nyers ☐ Sós ☐ Sült vagy égett ☐ Vizes Eszpartó ☐ Uborkás ☐ Kenőzsíros	
(*) Szükség szerint törlendő		
A pozitív tulajdonságok érzékelési intenzitása		
Gyümölcsös		
	Zöld ☐	Érett ☐
Keserű		
Csípős		
A kóstoló neve:		A kóstoló azonosítója:
A minta kódja:	Aláírás:	

Függelék

A medián és a konfidenciaintervallumok kiszámítására használt módszer**Medián**

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

A medián az az X_m valós szám, amelyre egyszerre igaz, hogy az eloszlás értékei (X) 0,5 vagy annál kisebb valószínűséggel (p) kisebbek ennél a számnál (X_m), és hogy az eloszlás értékei 0,5 vagy annál nagyobb valószínűséggel (p) kisebbek vagy egyenlők ezzel a számmal X_m . Egy gyakorlatiasabb meghatározás szerint a medián a növekvő sorozatba rendezett számok 50. centilisének felel meg. Egyszerűbben kifejezve, a medián a páratlan számú sorrendbe rendezett sorozat középső értéke, vagy a páros számú sorrendbe rendezett sorozat két középső értékének átlaga.

Nagy jószágfokú szórás

A medián körüli szóródás megbízható becslése érdekében a Stuart és Kendall (4) szerinti nagy jószágfokú szórás becslésére vonatkozó módszert kell alkalmazni. A következő képlet az aszimptotikus szórást fejezi ki, azaz a megfigyelt adatok medián körüli szóródásának olyan, nagy jószágfokú becslését, ahol N a megfigyelések száma, az IQR az interkvartilis terjedelem, és amely a valószínű eloszlás eseteinek pontosan 50 %-át foglalja magában:

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

Az interkvartilis terjedelem kiszámításához meg kell határozni a 75. és a 25. centilis közötti eltérés nagyságát

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

A centilis az az X_{pc} érték, amelyre egyszerre igaz, hogy eloszlási értékei egy meghatározott századrésznek megfelelő vagy annál kisebb valószínűséggel (p) kisebbek X_{pc} -nél, és hogy eloszlási értékei egy meghatározott századrésznek megfelelő vagy annál nagyobb valószínűséggel (p) kisebbek vagy egyenlők mint X_{pc} . A századrész az eloszlás kiválasztott hányadát fejezi ki. A medián esetében ez 50/100-dal egyenlő.

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

A gyakorlatban a centilis az az eloszlási érték, amely egy, az eloszlási vagy sűrűségi görbe által behatárolt meghatározott területnek felel meg. Például a 25. centilis azt az elosztási értéket jelenti, amely megfelel egy 0,25 vagy 25/100 nagyságú területnek.

E szerint a módszer szerint a centilisek számítása a mátrix adataiban megjelenő valós értékek alapján történik (centilisz-számítási-módszer).

Nagy jószágfokú variációs együttható %-ban kifejezve

A VE% egy olyan tiszta, azaz mértékegység nélküli szám, amely a vizsgált számok sorozatának szóródási százalékát jelöli. Ez az együttható ezért igen alkalmas a csoporttagok megbízhatóságának ellenőrzésére.

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

A medián 95 %-os konfidenciaintervalluma

A 95 %-os konfidenciaintervallum (az elsőfajú hiba értéke 0,05, azaz 5 %) azt az értéktartományt jelenti, amelynek értékeit – feltételezve, hogy a vizsgálatot végtelen sokszor meg lehet ismételni – a medián felveheti. A gyakorlatban az említett intervallum a vizsgálatok szóródási tartományát adja meg az elfogadott működési körülmények között, feltételezve, hogy a vizsgálatokat többször el lehet végezni. Az intervallum, éppúgy, mint a VE%, segít a vizsgálatok megbízhatóságának értékelésében.

$$KI_{\text{felső}} = Me + (c \times s^*)$$

$$KI_{\text{alsó}} = Me - (c \times s^*)$$

ahol a C értéke 95%-os konfidenciaintervallum esetén 1,96-tal egyenlő.

A számítási lap egy példája megtalálható az IOC/T 20/Doc. No 15. szabvány 1. mellékletében.

Hivatkozások

- (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.”
-

VI. MELLÉKLET

„XXa. MELLÉKLET

IDEGEN OLAJOK OLÍVAOLAJOKBÓL VALÓ KIMUTATÁSÁNAK MÓDSZERE

1. ALKALMAZÁSI TERÜLET

Ezzel a módszerrel az idegen növényi eredetű olajok mutathatók ki olívaolajból. A magas linolsav-tartalmú növényi olajok (szója, repce, napraforgó stb.) és egyes magas olajsav-tartalmú növényi olajok – úgymint a mogyoró, a magas olajsav-tartalmú napraforgó és az olívapogácsa-olaj – kimutatható az olívaolajokból. A kimutatható szint az idegen eredetű növényi olaj és az olívaolaj függvénye. Mogyoróolaj esetében a kimutathatóság szintje 5 és 15% közötti. A módszer az idegen olaj azonosítására nem alkalmas, csak jelzi, hogy az olívaolaj valódi-e vagy sem.

2. ALAPELV

Az olajat szilárd fázisú extrakcióval (SPE) szilikagél patronok alkalmazásával tisztítják. A triacetil-glicerint (TAG) összetételének meghatározása fordított fázisú nagy teljesítményű folyadékkromatográfiával (RP-HPLC) törésmutató detektor és mozgófázisként propionitril alkalmazásával történik. A zsírsav-metilésztereket (FAME) tisztított olajból állítják elő, hideg metanolos KOH oldatban végzett metilezéssel (X. B. melléklet), majd az észtereket kapilláris gázkromatográfiával, erősen poláros oszlopok alkalmazásával (X. A. melléklet) elemzik. A triacil-glicerinek elméleti mennyiségét számítógép segítségével számítják ki a zsírsav-összetétel alapján, azt feltételezve, hogy a triacil-glicerinben a zsírsavak 1,3-random, 2-random eloszlásban vannak jelen, a 2-pozícióban lévő telített zsírsavakra vonatkozó megszorításokkal. A számítási módszer a XVIII. mellékletben szereplő eljárás módosított változata. Az elméleti és kísérleti (HPLC) triacil-glicerint összetételekből különböző matematikai algoritmusok számíthatók ki, és az így kapott eredményeket a valódi olívaolajok vizsgálata alapján készült adatbázisokkal hasonlítják össze.

3. ANYAGOK ÉS REAGENSEK

3.1. Az olaj tisztítása

3.1.1. 25 ml térfogatú Erlenmeyer lombik

3.1.2. 5 ml térfogatú csavarmenetes üveg kémcső PTFE-tömítőgyűrűs kupakkal

3.1.3. Szilikagél patronok, 1 g (6 ml), szilárd fázisú extrakcióhoz (pl. Waters, Massachusetts, USA).

3.1.4. *n*-hexán, analitikai minőségű.

3.1.5. Hexán/dietil-éter oldószerkeverék (87:13, v/v).

3.1.6. *N*-heptán, analitikai minőségű.

3.1.7. Aceton, analitikai minőségű.

3.2. Triacil-glicerinek HPLC elemzése

3.2.1. Mikrofecskendő (50 µl) és fecskendőtüsk a HPLC injektáláshoz.

3.2.2. Propionitril, nagytisztaságú vagy HPLC minőségű (például ROMIL, Cambridge, United Kingdom), mozgófázisként.

3.2.3. HPLC oszlop (25 cm x 4 mm belső átmérő), RP-18 fázissal töltve (4 µm-es részecskeméret).

3.3. Zsírsav-metilészterek preparálása

(lásd X. B. melléklet)

3.3.1. Legfeljebb 0,5%-os víztartalmú metanol.

3.3.2. Heptán, analitikai minőségű.

3.3.3. 2 N metanolos kálium-hidroxid-oldat. Oldjon fel 1,1 g kálium-hidroxidot 10 ml metanolban.

3.3.4. 5 ml térfogatú csavarmenetes üveg kémcső PTFE-tömítőgyűrűs kupakok.

3.4. A zsírsav-metilészterek gázkromatográfiás elemzése

(A *transz*-zsírsavak kapilláris gázkromatográfiával történő kimutatási módszerét lásd a X. A. mellékletben).

3.4.1. Mikrofecskendők (5 µl) és fecskendőtüsk a GC injektáláshoz.

3.4.2. Hidrogén vagy hélium vivőgáz.

- 3.4.3 Hidrogén és oxigén a lángionizációs detektorhoz.
- 3.4.4 Nitrogén vagy hélium segédgázként.
- 3.4.5. Ömlesztett szilícium-dioxidból készült kapilláris-oszlop (50-60 m x 0,25 – 0,30 mm belső átmérő), 0,20-0,25 µm rétegvastagságú cianopropil-polisziloxán vagy cianopropil-fenilsziloxán fázis (SP-2380 vagy hasonló) bevonattal.

4. BERENDEZÉS

- 4.1. Vákuumos szilárdfázisú extrakciós berendezés.
- 4.2. Rotációs bepárló.
- 4.3. HPLC-berendezés a következők szerint:
 - 4.3.1. Gázalanító a mozgófázisához.
 - 4.3.2. Rheodyne injektor szelep 10 µliteres mintabemérő hurokkal.
 - 4.3.3. Nagy nyomású szivattyúegység.
 - 4.3.4. A környezetnél alacsonyabb hőmérséklet (15–20 °C) fenntartására alkalmas termosztát kemence a HPLC-oszlophoz (pl. Peltier-típusú).
 - 4.3.5. Törésmutató detektor
 - 4.3.6. Számítógépes adatrögzítőrendszer integráló programmal.
- 4.4. Kapilláris gázkromatográfiás rendszer a X. A. mellékletben leírtak szerint, a következőkkel felszerelve:
 - 4.4.1. Split injektor.
 - 4.4.2. Lángionizációs detektor (FID).
 - 4.4.3. Programozható hőmérsékletű kemence.
 - 4.4.4. Számítógépes adatrögzítőrendszer integráló programmal.
- 4.5. Számítógép Microsoft EXCEL programmal.

5. AZ ELEMZÉSI ELJÁRÁS

5.1. Az olaj tisztítása

Az SPE szilikagél patronát a vákuumos eluáló rendszerbe helyezve vákuum alatt 6 ml hexánnal át kell mosni. A vákuumot meg kell szüntetni annak érdekében, hogy az oszlop ne száradjon ki, és egy Erlenmeyer lombikot kell a patron alá helyezni. Az olaj (hozzávetőlegesen 0,12 g) 0,5 ml hexánnal készült oldatát az oszlopba kell tölteni, át kell futtatni az oszlopon, majd 10 ml hexán-dietil-éter oldószerkeverékkel (87:13 v/v) (3.1.5.) vákuum alatt eluálni kell. Az eluálószeret homogenizálni kell, és az összes térfogat hozzávetőlegesen felét át kell tölteni egy másik Erlenmeyer lombikba. Rotációs bepárlóban csökkentett nyomás alatt, szobahőmérsékleten mindkét oldatot külön-külön szárazra kell párolni. A triacil-glicerinnel való elemzéshez az egyik párlási maradékot 1 ml acetonban fel kell oldani (lásd az 5.2. pont első bekezdését) és át kell tölteni egy 5 ml-es csavarmentes üveg kémcsőbe. A másik párlási maradékot 1 ml *n*-heptánban kell feloldani, és egy másik 5 ml-es csavarmentes üveg kémcsőbe kell önteni a zsírsav-metilészterek preparálásához.

Megjegyzés: Az olaj tisztítását az IUPAC 2.507 módszer szerint szilikagél oszlopon kell elvégezni.

5.2. Triacil-glicerinek HPLC elemzése

Állítsa össze a HPLC rendszert, tartsa az oszlopot 20 °C-on és mozgófázisként alkalmazza propionitrilt 0,6 ml/perc áramlási sebességgel. Ha az alapvonal stabil, futtasson egy oldószer injektálást, ha az alapvonal a 12. és 25. perc között zavarosnak látszik, a minta feloldásához használjon másfajta acetont vagy propionitril/aceton-keveréket (25:75)

Megjegyzés: Egyes acetonfajták a fent említett régióban megzavarják az alapvonalat.

Injektáljon 10 µl-nyi mintát az acetonban (5%) oldott tisztított olajból. A futtatás hozzávetőlegesen 60 percet vesz igénybe. A kemence hőmérsékletét és/vagy az áramlási sebességet úgy kell beállítani, hogy a kapott kromatogram az 1. ábrán láthatóhoz hasonlítson, ahol a trilinolein (1. csúcs) 15,5 percnél eluálódik, és az LLL/OLLn (1. és 2. csúcs), valamint az OLL/OOLn (4. és 5. csúcs) párok közötti felbontás jó.

A 2. csúcs magasságának (OLLn+PoLL) a teljes skála minimum 3 %-át el kell érnie.

5.3. Zsír-sav-metilészterek preparálása

Adjon 0,1 ml 2 N metanolos kálium-hidroxid oldatot 1 ml *n*-heptánban oldott tisztított olajhoz. Zárja le a kémcsövet a kupakkal és azt szorosan csavarja rá. Erősen rázza a kémcsövet 15 másodpercig, majd hagyja szétválni a rétegeket, míg a felső réteg ki nem tisztul (5 perc). Az *n*-heptános oldat ekkor injektálható a gáz-kromatográfbá. Az oldat szobahőmérsékleten legfeljebb 12 órán át tárolható.

5.4. Zsír-sav-metilészterek GC elemzése

A telítetlen *transz*-zsírsavak meghatározásához használatos módszernél leírtak alkalmazandók (X. A. melléklet).

A GC rendszert 165 °C-os kemencehőmérsékletre kell beállítani. A javasolt kemencehőmérséklet 10 percen át állandó 165 °C, majd percenként 1,5 °C emelkedéssel növelje 200 °C-ra. A *transz*-zsírsavak képződésének minimalizálása érdekében 220 °C és 250 °C közötti injektorhőmérséklet alkalmazása javasolt (lásd X. A. melléklet). A detektor hőmérséklete 250 °C. Vivőgázként hidrogént vagy héliumot kell használni, körülbelül 130 kPa oszlop fejnnyomáson. Az injektálandó térfogat split üzemmódban 1 µl.

A GC profilnak a 2. ábrán láthatóhoz hasonlónak kell lennie. Külön oda kell figyelnie a C18:3 és C20:1 közötti felbontásra (a C18:3 csúcsnak előbb kell megjelennie, mint a C20:1 csúcs). E feltételek biztosítása érdekében a kiindulási hőmérsékletet és/vagy az oszlop fejnnyomását optimalizálni kell. Az injektor paramétereit (hőmérséklet, split-arány és injektálandó térfogat) úgy állítsa be, hogy a palmitin- és palmitoleinsav közötti különbség minimális legyen.

A *transz*-izomerek mennyiségének meghatározásához a C20:0 csúcs magasságának el kell érnie a teljes skála mintegy 20%-át. Ha a C18:0 csúcs torzán jelenik meg, csökkentse a minta mennyiségét.

6. A KROMATOGRÁFIÁS CSÚCSOK ÖSSZEGZÉSE

6.1. HPLC kromatogram

Az 1. ábra a tisztított olajból származó triacil-glicerinek jellemző HPLC kromatogramját mutatja. A csúcsok összegzéséhez három alapvonalat kell meghúzni: az elsőt az 1. csúcs kezdete és a 3. csúcs vége között, a másodikat a 4. csúcs kezdete és a 8. csúcs előtti völgy között, míg a harmadikat a 8. csúcsot megelőző völgy és a 18. csúcs vége között.

A teljes terület az 1. és a 18. közötti (azonosított és nem azonosított) összes csúcs területének összege. Az egyes csúcsok százalékos arányát a következő képlettel lehet kifejezni:

$$TAG_x (\%) = 100 (A_x + A_T)$$

A százalékos arányt két tizedes pontossággal kell megadni.

6.2. GK kromatogram

A 2. ábra a tisztított olívaolajból nyert zsírsav-alkilészterek GC kromatogramját mutatja be. A következő zsírsavak százalékos értékét kell kiszámítani:

Palmitinsav;	P (C16:0)	=	metilészter + etilészter
Sztearinsav;	S (C18:0)	=	metilészter
Palmitoleinsav;	Po (C16:1)	=	a két <i>cis</i> -izomer metilésztereinek összege
Olajsav;	O (C18:1)	=	a két <i>cis</i> -izomer metilésztereinek összege + etilészter + <i>transz</i> -izomerek
Linolsav	L (C18:2)	=	metilészter + etilészter + <i>transz</i> -izomerek
Linolénsav;	Ln (C18:3)	=	metilészter + <i>transz</i> -izomerek
Arachinsav;	A (C20:0)	=	metilészter
Eikozénsav (gondonsav);	G (C20:1)	=	metilészter

Az etil- és *transz*-izomer-észterek hiányozhatnak a GC kromatogramról.

A teljes terület (TT) a kromatogramon a C14:0 és C24:0 közötti csúcsok között megjelenő csúcs összes területe, kivéve a szkváléknak megfelelő csúcsot. Az összes csúcs százalékat az alábbiak szerint kell kiszámítani:

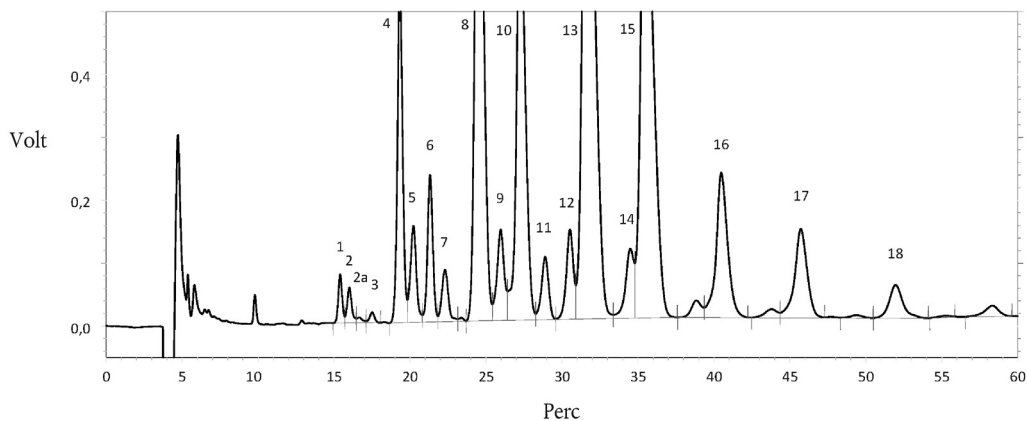
$$FA_x (\%) = 100 (A_x + A_T)$$

Az eredményeket két tizedes pontossággal kell megadni.

A számítógépes programmal való számításhoz nem szükséges 100-ra normalizálni, mert az automatikusan megtörténik.

1. ábra

„Chamlali” szűz olívaolajban lévő TAG vegyületek HPLC kromatogramja A kromatográfiás csúcsok főbb összetevői



- (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.

1. táblázat

Szűz olívaolajban lévő TAG vegyületek meghatározásának megbízhatósági adatai (HPLC oszlop, 20 °C-on és propionitril mozgófázist alkalmazva)

ECN	HPLC csúcsok	TAG vegyületek	1. minta		2. minta		3. minta		4. minta		5. minta	
			Átlag (%)	RSD _r (%)	Átlag (%)	RSD _r (%)	Átlag (%)	RSD _r (%)	Átlag (%)	RSD _r (%)	Átlag (%)	RSD _r (%)
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

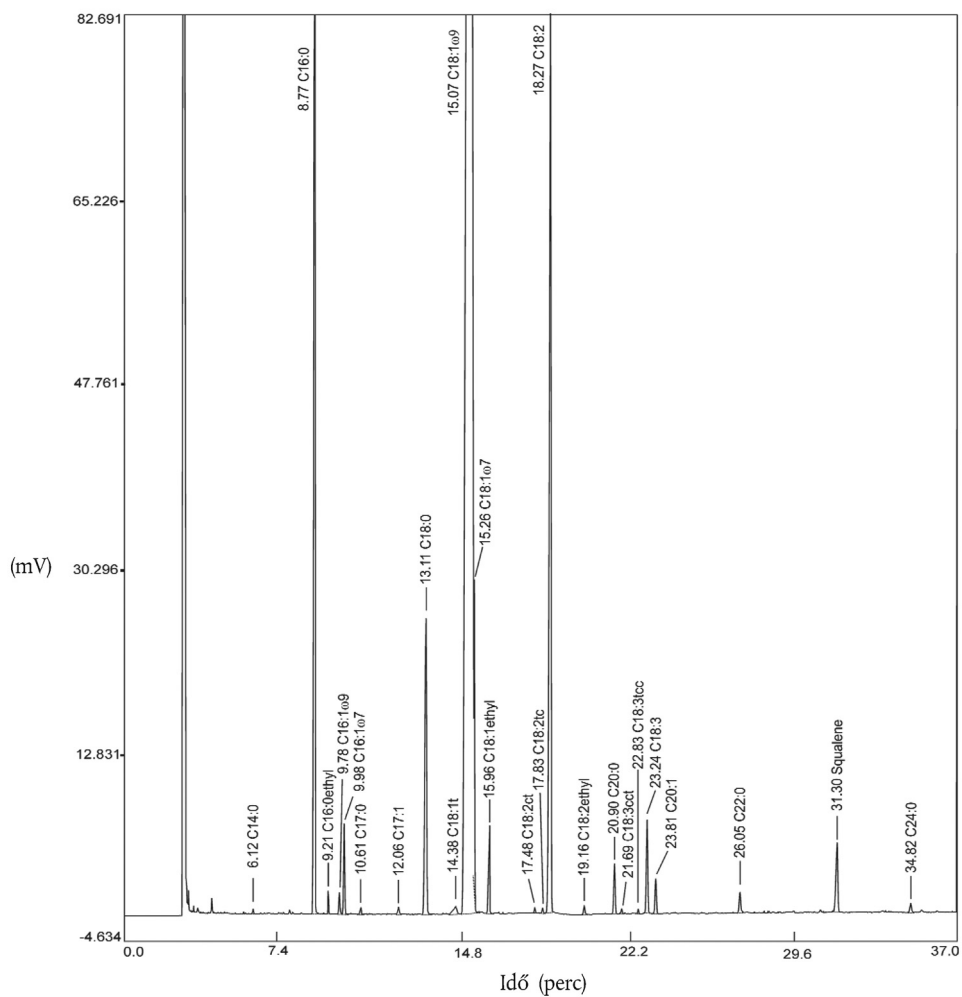
ECN	HPLC csúcsok	TAG vegyületek	1. minta		2. minta		3. minta		4. minta		5. minta	
			Átlag (%)	RSD _r (%)	Átlag (%)	RSD _r (%)	Átlag (%)	RSD _r (%)	Átlag (%)	RSD _r (%)	Átlag (%)	RSD _r (%)
48	12+13	OOO+ PLP+ PoPP	49,60	0,07	48,15	0,06	42,93	0,06	33,25	0,10	24,16	0,06
	14	SOL	0,82	1,72	0,92	1,56	1,05	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 ismételés

RSD_r = Az ismételhetőség relatív szórása

2. ábra

Olívapogácsa-olajból hideg metanolos KOH-oldatos átészterezéssel nyert zsírsav-metilészterek GC kromatogramja



7. IDEGEN OLAJOK KIMUTATÁSA OLÍVAOLAJOKBÓL

Az olívaolajban lévő idegen olajok kimutatására szolgáló, az eredeti olívaolajok alapján létrehozott adatbázissal való matematikai algoritmus-összehasonlításos számítási módszer leírását az IOC/T.20/Doc. No 25. szabvány I. melléklete tartalmazza.”
