

A BIZOTTSÁG (EU) 2015/1833 VÉGREHAJTÁSI RENDELETE**(2015. október 12.)****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 termékpiacok közös szervezésének létrehozásáról és a 922/72/EGK, a 234/79/EGK, az 1037/2001/EK és az 1234/2007/EK tanácsi rendelet hatályon kívül helyezéséről szóló, 2013. december 17-i 1308/2013/EU európai parlamenti és tanácsi rendeletre ⁽¹⁾ és különösen annak 91. cikke első bekezdésének d) pontjára és második bekezdésére,

mivel:

- (1) A 2568/91/EGK bizottsági rendelet ⁽²⁾ meghatározza az olívaolajok és az olívapogácsa-olajok fizikai, kémiai és érzékszervi jellemzőit, valamint az e jellemzők értékelésére szolgáló módszereket. Az említett módszereket – kémiai szakértők véleménye alapján és a Nemzetközi Olívanács keretében folyó munkával összhangban – rendszeresen frissítik.
- (2) A Nemzetközi Olívanács által megállapított legújabb nemzetközi szabványok uniós szintű végrehajtásának biztosítása érdekében bizonyos, a 2568/91/EGK rendeletben meghatározott elemzési módszereket frissíteni kell.
- (3) A tapasztalatok fényében úgy tűnik, hogy az olívaolajokban található idegen növényi eredetű olajok kimutatására szolgáló módszer téves pozitív eredményeket produkálhat. Ezért az erre a módszerre vonatkozó utalásokat el kell hagyni.
- (4) A 2568/91/EGK rendeletet ennek megfelelően kell módosítani.
- (5) Az e rendeletben előírt intézkedések összhangban vannak a mezőgazdasági piacok közös szervezésével foglalkozó bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

1. cikk

A 2568/91/EGK rendelet a következőképpen módosul:

1. A 2. cikk (1) bekezdése a következőképpen módosul:

a) az első albekezdés a következőképpen módosul:

i. a g) pont helyébe a következő szöveg lép:

„g) a zsírsavösszetétel meghatározása a X. melléklet szerinti módszerrel;”

ii. az l) pont helyébe a következő szöveg lép:

„l) az alifás és a triterpénes alkoholtartalom meghatározása a XIX. melléklet szerinti módszerrel;”

b) a második albekezdést el kell hagyni.

2. A mellékletek összefoglalása a következőképpen módosul:

a) a X.A melléklet és a X.B melléklet hivatkozása – a mellékletek címét is beleértve – helyébe a következő hivatkozás lép:

„X melléklet: Zsírsav-metilészterek gázkromatográfiás meghatározása”;

⁽¹⁾ HL L 347., 2013.12.20., 671. o.⁽²⁾ A Bizottság 1991. július 11-i 2568/91/EGK rendelete az olívaolaj és az olívamadaradék-olaj jellemzőiről és az ezekre vonatkozó elemzési módszerekről (HL L 248., 1991.9.5., 1. o.).

- b) a XIX. melléklet hivatkozásában a cím helyébe a következő szöveg lép:
„Az alifás és a triterpénes alkoholtartalom meghatározása kapilláris gázkromatográfiával”;
- c) a XXa. melléklet hivatkozását el kell hagyni.
3. Az Ib. melléklet 1. függeléke e rendelet I. mellékletének megfelelően módosul.
4. Az V. melléklet e rendelet II. mellékletének megfelelően módosul.
5. A IX. melléklet helyébe e rendelet III. mellékletének szövege lép.
6. A X.A és a X.B melléklet helyébe e rendelet IV. mellékletének szövege lép.
7. A XII. melléklet e rendelet V. mellékletének megfelelően módosul.
8. A XIX. melléklet e rendelet VI. mellékletének megfelelően módosul.
9. A XXa. mellékletet el kell hagyni.

2. cikk

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

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

Kelt Brüsszelben, 2015. október 12-én.

a Bizottság részéről
az elnök
Jean-Claude JUNCKER

I. MELLÉKLET

A 2568/91/EGK rendelet Ib. mellékletének 1. függeléke a következőképpen módosul:

1. A zsírsavak transz-izomerjeire és a zsírsavtartalomra vonatkozó sor helyébe a következő szöveg lép:

„— Zsírsavak transz-izomerjei	X. melléklet	Zsírsav-metilésztetek gázkromatográfiás meghatározása
— Zsírsavtartalom	X. melléklet	Zsírsav-metilésztetek gázkromatográfiás meghatározása”

2. Az alifás alkoholokra vonatkozó sor helyébe a következő szöveg lép:

„— Alifás és triterpénés alkoholok	XIX. melléklet	Az alifás és a triterpénés alkoholtartalom meghatározása kapilláris gázkromatográfiával”
------------------------------------	----------------	--

II. MELLÉKLET

A 2568/91/EK rendelet V. mellékletének 6.2. pontja helyébe a következő szöveg lép:

„6.2. Az egyes szterinek koncentrációját a vonatkozó csúcs területének és az összes szterincsúcs területének hányadosából határozza meg:

$$\text{sterol}_x = \frac{A_x}{\sum A} \times 100$$

ahol:

A_x = x csúcsának területe;

$\sum A$ = az összes szterincsúcs alatti terület.”

III. MELLÉKLET

„IX. MELLÉKLET

SPEKTROFOTOMETRIÁS VIZSGÁLAT ULTRAIBOLYA FÉNYBEN

ELŐSZÓ

Az ultraibolya fényben végzett spektrofotometriás vizsgálat segítségével a zsír minőségével, tartósítási állapotával és a technológiai folyamatok által benne okozott változásokkal kapcsolatos információk állapíthatók meg. A módszernél megadott hullámhosszok elnyelése az oxidációs folyamatok és/vagy finomítási eljárások következtében jelen lévő konjugált dién- és triénrendszereknek köszönhető. Ezeket az abszorpciókat fajlagos kioltásban $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (azaz a zsír meghatározott oldószerrel készült, 1 %-os oldatában, 10 mm-es vastagságban mért kioltásban) fejezik ki, amelyet egyezményesen K-val (más néven »kioltási tényező«) jelölnek.

1. ALKALMAZÁSI KÖR

A melléklet az olívaolajok ultraibolya fényben történő spektrofotometriás vizsgálatának eljárását ismerteti.

2. A MÓDSZER ELVE

Egy mintát feloldanak a szükséges oldószerben, majd az adott hullámhossztartományban meghatározzák az oldat kioltását a tiszta oldathoz viszonyítva.

A fajlagos abszorbancia kiszámítása 232 nm-en és 268 nm-en izooktánban vagy 232 nm-en és 270 nm-en ciklohexánban, 1 százalékos koncentrációnál, 10 mm-es küvettában történik.

3. BERENDEZÉS

3.1. Egy, az ultraibolya hullámhosszon (220 és 360 nm között) történő mérésre alkalmas spektrofotométer, amely képes a nanométeregységek egyenkénti leolvasására. Az abszorbancia- és a hullámhosszkála, illetve a szórt fény pontosságát és reprodukálhatóságát rendszeresen ellenőrizni kell.

3.1.1. *Hullámhosszkála:* Ellenőrzése holmium-oxidot vagy holmium-oxid oldatot tartalmazó, jól elkülönülő abszorpciós sávokkal rendelkező (zárt vagy nem zárt) optikaiüveg-szűrőből álló referenciaanyag segítségével történhet. A referenciaanyagok alkalmasak a látható és ultraibolya tartományokban mérő, legfeljebb 5 nm névleges spektrális sáv szélességgel rendelkező spektrofotométerek hullámhosszkáláinak ellenőrzésére és kalibrálására. A méréseket 640–240 nm hullámhossztartományban, levegős vakmintával szemben végzik a referenciaanyagokhoz mellékelt utasításoknak megfelelően. Az alapkorrekciót üres sugármenettel végzik minden egyes résszélesség-változásnál. A minta hullámhosszai a referenciaanyag tanúsítványában találhatóak.

3.1.2. *Abszorbanciaskála:* Ellenőrzése kereskedelmi forgalomba kapható, savas kálium-dikromát oldatokat tartalmazó, meghatározott koncentrációjú és a λ_{max} mellett tanúsított abszorbancia értékű zárt referenciaanyagok segítségével történhet (kálium-dikromát négyféle, perklórsavas, négy UV-kvarcküvettába zárt oldata. A négy oldat a linearitás és fotometriás pontosság UV-fényben történő mérésére szolgál). A kálium-dikromát oldatokat az alapkorrekciót követően a használt savból álló vakmintával szemben mérik a referenciaanyagokhoz mellékelt utasításoknak megfelelően. A minta abszorbanciaértékei a referenciaanyag tanúsítványában találhatóak.

Egy másik lehetőség a fotocella és a fénysokszorozó átvitelének ellenőrzéséhez a következő: mérjen ki 0,2000 g tiszta kálium-kromátot a spektrofotometriához és oldja fel 0,05 N kálium-hidroxid-oldatban egy 1 000 ml térfogatú mérőlombikban, majd a lombikot töltsse fel a jelig. Az így kapott oldatból vegyen pontosan 25 ml-t, tegye át egy 500 ml térfogatú mérőlombikba, majd ugyanazzal a kálium-hidroxid-oldattal töltsse fel a lombikot a jelig.

Mérje meg az így kapott oldat kioltását 275 nm hullámhosszon, referenciaként a kálium-hidroxid-oldatot használva. Az 1 cm-es küvettával mért kioltásnak $0,200 \pm 0,005$ értékűnek kell lennie.

3.2. Az ultraibolya-hullámhosszon (220 és 360 nm között) történő mérésre alkalmas, 10 mm-es optikai átviteli úttal rendelkező, kupakkal ellátott, szögletes kvarcküvetták. Vízzel vagy más megfelelő oldószerrel feltöltve a küvetták nem mutathatnak egymáshoz képest 0,01 kioltási egységnél nagyobb különbséget.

3.3. Egyjelű mérőlombikok, 25 ml térfogat, A osztály.

3.4. 0,0001 g pontossággal mérő analitikai mérleg.

4. REAGENSEK

Ellenkező értelmű utasítás hiányában az elemzés során csak elismert analitikai minőségű reagenseket és desztillált vagy ásványmentesített vizet, illetve hasonló tisztaságú vizet használjon.

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, a desztillált vízhez viszonyítva 232 nm-en 0,12-nél, 270 nm-en pedig 0,05-nél kisebb abszorbananciával, 10 mm-es küvetében mérve.

5. ELJÁRÁS

5.1. A mintának teljesen homogénnek kell lennie, és nem lehetnek benne lebegő szennyeződések. Ellenkező esetben kb. 30 °C hőmérsékleten át kell szűrni papíron.

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 oldószerral 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.

MEGJEGYZÉS: Általánosságban 0,25–0,30 g tömeg elegendő a szűz és az extra szűz olívaolaj abszorbananciájának 268 nm-en és 270 nm-en történő méréséhez. A 232 nm-en történő mérésekhez általában 0,05 g tömegű minta szükséges, ezért általában két külön oldat készül. Az olívapogácsa-olajok, a finomított olívaolajok és a hamisított olívaolajok abszorbananciájának méréséhez általában kisebb mintaadag, pl. 0,1 g is elegendő magasabb abszorbananciájuknak köszönhetően.

5.3. Szükség esetén korrigálja az alapot (220–290 nm) mindkét kvarcküvetéből (minta és referencia) vett oldattal, majd tölts fel a mintát tartalmazó kvarcküvetét a testoldattal, és a használt oldószert referenciaként használva mérje meg a kioltásokat 232, 268 vagy 270 nm-en.

A mért kioltási értékeknek 0,1 és 0,8 közé kell esniük, vagy a spektrofotométer linearitási tartományán belül kell lenniük, amelyet ellenőrizni kell. Ha nem így van, a mérést meg kell ismételni töményebb, illetve hígabb oldatokkal.

5.4. Az abszorbanancia 268 vagy 270 nm-en történő mérését követően mérje meg az abszorbananciát λ_{\max} , $\lambda_{\max} + 4$ és $\lambda_{\max} - 4$ értékeken. Ezeket az abszorbananciaértékeket a fajlagos kioltásban bekövetkező változás (ΔK) meghatározására használják.

MEGJEGYZÉS: a λ_{\max} 268 nm izooktán oldószer esetében, illetve 270 nm ciklohexán esetében.

6. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

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

$$K\lambda = \frac{E\lambda}{c \times s}$$

ahol:

$K\lambda$ = fajlagos kioltás λ hullámhosszon;

$E\lambda$ = a λ hullámhosszon mért kioltás;

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

s = a kvarcküvetta átviteli úthossza cm-ben;

kerekítve 2 tizedesjegyre.

6.2. A fajlagos kioltás változása (ΔK)

A kioltás abszolút értékének változását (ΔK) az alábbi képlet adja meg:

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

ahol K_m a maximális abszorpcióhoz tartozó, 270 nm és 268 nm (a használt oldattól függően) hullámhosszon mért fajlagos kioltás.

kerekítve 2 tizedesjegyre.”

IV. MELLÉKLET

„X. MELLÉKLET

ZSÍRSAV-METILÉSZTEREK GÁZKROMATOGRÁFIÁS MEGHATÁROZÁSA

1. ALKALMAZÁSI KÖR

Ez a melléklet útmutatást nyújt a növényi zsírokban és olajokban lévő szabad és kötött zsírsavak gázkromatográfiás meghatározásához azok zsírsav-metil-észterre alakítását követően.

A triacil-glicerinek kötött zsírsavai, valamint az észteresítési módszertől függően – a szabad zsírsavak zsírsav-metil-észterre alakulnak, amelyeket kapilláris gázkromatográfia segítségével lehet meghatározni.

Az ebben a mellékletben bemutatott módszer lehetővé teszi a zsírsav-metilészterek meghatározását C_{12} -től C_{24} -ig, beleértve a telített, a cisz- és a telítetlen transz-, valamint a cisz- és a többszörösen telítetlen transz zsírsav-metilésztereket.

2. ALAPELV

A zsírsav-metilészterek mennyiségi elemzésére gázkromatográfiát használnak. A zsírsav-metilésztert az A. résznek megfelelően készítik elő. Ezt követően injektorba fecskendezik és elpárologtatják azt. A zsírsav-metilészter elválasztását meghatározott polaritású és hosszúságú analitikai oszlopokon végzik. A zsírsav-metilészterek észlelésére lángionizációs detektort (FID) használnak. Az elemzés feltételei a B. részben találhatóak.

Vivőgázként (mozgó fázis) hidrogén vagy hélium használható a zsírsav-metilészterek FID-vel végzett gázkromatográfiája során. A hidrogén felgyorsítja az elválasztást és élesebb csúcsokat ad. A stationer fázis egy szilícium-dioxidból készült közömbös, szilárd felületen lévő vékony folyadékfilm mikroszkopikus rétege.

Miközben áthaladnak a kapilláris oszlopokon, a vizsgált elpárologtatott vegyületek kölcsönhatásba lépnek az oszlop belső felületét borító stationer fázissal. A különböző vegyületek az eltérő kölcsönhatás következtében eltérő időben (ezt nevezik a vegyület retenciós idejének egy adott elemzési paraméterkészleten) eluálnak. A retenciós idők összehasonlítása teszi lehetővé a különböző vegyületek azonosítását.

A. RÉSZ

ZSÍRSAV-METILÉSZTEREK ELŐÁLLÍTÁSA OLÍVAOLAJBÓL ÉS OLÍVAPOGÁCSA-OLAJBÓL

1. ALKALMAZÁSI KÖR

Ez a rész a zsírsav-metilészterek előállítását határozza meg. Zsírsav-metilészterek olívaolajból és olívaogácsa-olajból történő előállítására szolgáló módszereket foglal magában.

2. ALKALMAZÁSI KÖR

A zsírsav-metilészterek olívaolajból és olívaogácsa-olajból történő előállítását kálium-hidroxid metanolos oldatával történő átészterezéssel végzik szobahőmérsékleten. A mintának az átészteresítést megelőző tisztításának szükségessége a minta szabad zsírsavtartalmától és a meghatározandó analitikus paraméterétől függ; az alábbi táblázat alapján választható:

Olajkategória	Módszer
≤ 2,0 % savasságú szűz olívaolaj	1. Zsírsav
Finomított olívaolaj	2. Transz-zsírsavak
Finomított olívaolajból és szűz olívaolajból álló olívaolaj	3. ΔECN42 (SPE szilikagéllal történő tisztítást követően)

Olajkategória	Módszer
Finomított olívapogácsa-olaj	
Olívapogácsa-olaj	
> 2,0 % savasságú szűz olívaolaj Nyers olívapogácsa-olaj	1. Zsírsavak (SPE szilikagéllal történő tisztítást követően) 2. <i>Transz</i> -zsírsavak (SPE szilikagéllal történő tisztítást követően) 3. ΔECN42 (SPE szilikagéllal történő tisztítást követően)

3. MÓDSZERTAN

3.1. Kálium-hidroxid metanolos oldatával szobahőmérsékleten történő átészterezés.

3.1.1. Alapelv

A metilészterek kálium-hidroxid metanolos oldatával történő átészterezéssel, az elszappanosítás bekövetkezését megelőző közbenső stádiumként képződnek.

3.1.2. Reagensek

3.1.2.1. Legfeljebb 0,5 tömegszázalék víztartalmú metanol.

3.1.2.2. Hexán, kromatográfiás minőség.

3.1.2.3. Heptán, kromatográfiás minőség.

3.1.2.4. Dietil-éter, elemzéshez stabilizált.

3.1.2.5. Aceton, kromatográfiás minőség.

3.1.2.6. Eluáló oldószer az olaj oszlop-/SPE-kromatográfiával történő tisztítására, hexán/dietil-éter 87:13 térfogatarányú elegye.

3.1.2.7. Kálium-hidroxid, kb. 2M metanololdat: oldjon fel 11,2 g kálium-hidroxidot 100 ml metanolban.

3.1.2.8. Szilikagél patronok, 1 g (6 ml), szilárd fázis kioldáshoz.

3.1.3. Készülékek

3.1.3.1. Lecsavarható fedelű kémcsövek (5 ml térfogatú) PTFE-tömítőgyűrűs kupakkal.

3.1.3.2. Kalibrált vagy automatikus pipetták, 2 ml-es és 0,2 ml-es.

3.1.4. Olajminták tisztítása

A mintákat szükség esetén úgy tisztítják, hogy az olajat szilikagél szilárd fázisú extrakciós patronon engedik át. A szilikagél patronot (3.1.2.8.) egy vákuumos eluáló rendszerbe helyezik és 6 ml hexánnal (3.1.2.2.) mossák át; a mosás vákuum nélkül történik. Ezt követően az olaj (hozzávetőlegesen 0,12 g) 0,5 ml hexánnal készült oldatát az oszlopra töltik. Az oldatot átfuttatják az oszlopon, majd 10 ml hexán/dietil-éterrel (87:13 térfogatarány) (3.1.2.6.) eluálják. A kombinált eluátumokat homogenizálják és két hasonló mennyiségre osztják szét. Rotációs bepárlóban csökkentett nyomás alatt, szobahőmérsékleten szárazra párolják az egyiket. A maradékot 1 ml heptánban feloldják, ezt követően az oldat készen áll a gázkromatográfiás zsírsavelemzésre. A másik részt elpárologtatják, majd a maradékot 1 ml acetonban feloldják a triglicerid szükség esetén elvégzendő folyadékkromatográfiás elemzéséhez.

3.1.5. Az eljárás

Egy 5 ml-es lecsavarható fedelű kémcsőben (3.1.3.1.) mérjen le kb. 0,1 g-ot az olajmintából. Adjon hozzá 2 ml heptánt (3.1.2.2.) és rázza össze. Adjon hozzá 0,2 ml metanolos kálium-hidroxid oldatot (3.1.2.7.), helyezze fel a PTFE-tömítőgyűrűs kupakot, szorítsa rá a kupakot, és rázza össze erőteljesen 30 másodpercig. Hagyja, hogy rétegek képződjenek, míg a felső oldat tiszta nem lesz. Dekantálja a metilésztert tartalmazó felső réteget. A heptános oldat ekkor injektálható a gázkromatográfba. Az elemzés megkezdéséig javasolt az oldatot hűtőszekrényben tárolni. Az oldat tárolása 12 óránál tovább nem javasolt.

B. RÉSZ

ZSÍRSAV-METILÉSZTEREK GÁZKROMATOGRÁFIÁS ELEMZÉSE

1. ALKALMAZÁSI KÖR

Ez a rész általános iránymutatót ad a kapilláris oszlopokat használó gázkromatográfias vizsgálat alkalmazására, az A. részben megállapított módszer segítségével kapott zsírsav-metilészterekből álló keverék minőségi és mennyiségi jellemzőinek meghatározására.

Ez a rész nem alkalmazható polimerizált zsírsavakra.

2. REAGENSEK

2.1. **Vivógáz**

Inert gáz (hélium vagy hidrogén), alaposan kiszárítva, kevesebb, mint 10 mg/kg oxigéntartalommal.

1. megjegyzés: A hidrogén megkétszerezi az elemzés sebességét, azonban veszélyes. Rendelkezésre állnak védőfelszerelések.

2.2. **Segédgázok**

2.2.1. Hidrogén (tisztaság $\geq 99,9$ %), szerves szennyeződésektől mentes.

2.2.2. Levegő vagy oxigén, szerves szennyeződésektől mentes.

2.2.3. Nitrogén (tisztaság > 99 %).

2.3. **Referenciaminta**

Tiszta zsírsavak metil-észtereinek, illetve ismert összetételű zsírok metil-észtereinek keveréke, lehetőség szerint a vizsgált zsíros anyaghoz hasonló. Az oktadekán-, oktadekadién- és oktadekatrién-metilészterek cisz- és transz-izomerjei hasznosak a telítetlen savak transz-izomerjeinek azonosításához.

Meg kell akadályozni a többszörösen telítetlen zsírsavak oxidációját.

3. ESZKÖZÖK

A következő útmutató a kapilláris oszlopokat és láng-ionizációs detektort alkalmazó gázkromatográfiahoz használt szokásos felszerelésre vonatkozik.

3.1. **Gázkromatográf**

A gázkromatográf a következő elemekből áll:

3.1.1. Befecskendező rendszer

Használjon kapilláris oszlopokkal rendelkező befecskendező rendszert, amely esetben a befecskendező rendszernek kifejezetten az ilyen oszlopokkal történő használatra tervezettnek kell lennie. A befecskendező rendszer lehet osztott típusú vagy az oszlopon lévő osztatlan típusú.

3.1.2. Kemence

A kemencének képesnek kell lennie a kapilláris oszlop legalább 260 °C hőmérsékletre történő hevítésére, illetve a kívánt hőmérséklet tartására 0,1 °C-on belüli pontossággal. Az utóbbi követelmény különösen fontos olvasztott szilícium-dioxid csövek használata esetén.

A hőmérséklet-programozott fűtés használata minden esetben ajánlatos, különösen a 16-nál kevesebb szénatomot tartalmazó zsírsavak esetén.

3.1.3. Kapilláris oszlop

3.1.3.1. A vizsgált anyagok tekintetében semleges anyagból (általában üveg vagy szilícium-dioxid) készült cső. A belső átmérője 0,20–0,32 mm. A belső felületét a stacioner fázisból álló bevonat felvitele előtt megfelelően kezelni kell (például felületkikészítés, inaktiválás). A zsírsavakhoz és a zsírsavak cisz- és transz-izomerjeihez 60 m hosszúság elegendő.

3.1.3.2. Stacioner fázis, poláris polysziloxán (cianoszilikonok) kötött (keresztbe kapcsolt) oszlopok használhatók.

2. megjegyzés: Fennáll a veszélye, hogy a poláris polysziloxánok megnehezítik a linolénsav és a C₂₀ savak azonosítását és leválasztását.

A bevonatoknak vékonyak, azaz 0,1–0,2 µm-eseknek kell lenniük.

3.1.3.3. Az oszlop összeszerelése és kondicionálása

Tartsa be a kapillárisoszlopok összeszerelésének normál szabályait, vagyis az oszlopok elrendezése a kemencén (talapzaton), szerelvények kiválasztása és összeszerelése (szivárgásmentesség), az oszlop végének elhelyezése a befecskendező rendszerben és a detektorban (a holtterek csökkentése). Helyezze az oszlopot vívőgáz árama alá (például 0,3 bar (30 kPa) 25 m hosszú és 0,3 mm belső átmérőjű oszlop esetén).

Kondicionálja az oszlopot a kemence környezeti hőmérsékletéről induló, a stacioner fázis lebomlási határa alatti 10 °C-ig terjedő, 3 °C/perc sebességű felfűtésével. Tartsa a kemencét ezen a hőmérsékleten egy órán keresztül, a nullapont stabilizálódásáig. Az izotermikus körülmények között történő munkához állítsa vissza 180 °C hőmérsékletre.

3. megjegyzés: A megfelelően kondicionált oszlopok kereskedelmi forgalomban kaphatók.

3.1.4. Lángionizációs detektor és konvertererősítő

3.2. Fecskendő

A fecskendő maximális térfogata 10 µl, 0,1 µl-es beosztásokkal.

3.3. Adatgyűjtő rendszer

Detektorokkal ellátott, online bekötött adatgyűjtő rendszerek, csúcsok összegzésére és normalizálásra képes szoftverrel.

4. AZ ELJÁRÁS

A 4.1–4.3. pontban leírt műveletek a láng-ionizációs detektor használatára vonatkoznak.

4.1. Vizsgálati körülmények

4.1.1. A kapilláris oszlopok optimális üzemi körülményeinek kiválasztása

A kapilláris oszlopok hatásfok- és permeabilitási jellemzőinek köszönhetően az alkotóelemek elválasztása és az elemzés időtartama nagymértékben függ a vivőgáz oszlopbeli sebességétől. Ezért az üzemi körülmények optimalizálására van szükség ennek a paraméternek (egyszerűbben az oszlop nyomásvesztésének) a változtatásával, attól függően, hogy az elválasztást szeretnénk növelni vagy gyorsabb analízist szeretnénk végezni.

Az alábbi körülmények bizonyultak megfelelőnek a zsírsav-metilészterek (C_4 – C_{26}) elválasztására. A kromatogramokra a B. függelék tartalmaz példákat:

Injektor hőmérséklete:	250 °C
Detektor hőmérséklete:	250 °C
Kemence hőmérséklete:	165 °C (8 perc 210 °C-ra 2 °C/perc sebességgel)
Hidrogén vivőgáz:	Oszlopfej nyomása: 179 kPa
Teljes átáramló mennyiség:	154,0 mL/perc;
Megosztási arány:	1:100
Befecskendezett mennyiség:	1 µl

4.1.2. A feloldás meghatározása (lásd az A. mellékletet)

Az I. és II. szomszédos csúcsok R feloldása az alábbi képlettel számolható ki:

$$R = 2 \times ((d_{r(II)} - d_{r(I)}) / (\omega_{(I)} + \omega_{(II)})) \text{ vagy } R = 2 \times ((t_{r(II)} - t_{r(I)}) / (\omega_{(I)} + \omega_{(II)})) \text{ (USP) (United States Pharmacopeia – Amerikai Gyógyszerkönyv),}$$

vagy

$$R = 1,18 \times ((t_{r(II)} - t_{r(I)}) / (\omega_{0,5(I)} + \omega_{0,5(II)})) \text{ (EP, BP, JP, DAB), (JP (Japanese Pharmacopeia – Japán Gyógyszerkönyv), EP (Pharmacopée Européenne – Európai Gyógyszerkönyv), (BP (British Pharmacopeia – Brit Gyógyszerkönyv))}$$

ahol:

$d_{r(I)}$ az I. csúcs retenciós távolsága;

$d_{r(II)}$ a II. csúcs retenciós távolsága;

$t_{r(I)}$ az I. csúcs retenciós ideje;

$t_{r(II)}$ a II. csúcs retenciós ideje;

$\omega_{(I)}$ az I. csúcs alapjának szélessége;

$\omega_{(II)}$ a II. csúcs alapjának szélessége;

$\omega_{0,5}$ az adott vegyület csúcshélessége a csúcs középmagasságában;

Ha $\omega_{(I)} \approx \omega_{(II)}$, az R értékét az alábbi képlettel kell kiszámolni:

$$R = (d_{r(II)} - d_{r(I)}) / \omega = (d_{r(II)} - d_{r(I)}) / 4\sigma$$

ahol:

σ a standard eltérés (lásd A függelék, 1. ábra).

Ha a két csúc közötti $d_{r(1)} - d_{r(2)}$ távolság 4σ , az E feloldási tényező = 1.

Ha két csúc nincs teljesen elválasztva, a két csúc inflexiós pontjának tangensei a C pontban keresztezik egymást. A két csúc teljes elválasztásához a két csúc közötti távolságnak az alábbiaknak kell lennie:

$$d_{r(1)} - d_{r(2)} = 6\sigma \text{ ahol } R = 1,5 \text{ (lásd A. függelék, 3. ábra).}$$

5. AZ EREDMÉNYEK KIFEJEZÉSE

5.1. Minőségi elemzés

Azonosítsa a B. függelék 1. ábrájának kromatogramjából a minta metil-észter csúcsait, amennyiben szükséges, interpolálás, vagy pedig a metil-észterekből álló referenciakeverékekhez (lásd a 2.3. pontot) tartozókkal való összehasonlítás útján.

5.2. Mennyiségi elemzés

5.2.1. Az összetétel meghatározása

Az alábbi módon számítsa ki az egyes zsírsav-metilészterek w_i tömeghányadát (a metil-észter tömegszázalékában kifejezve):

5.2.2. Számítási módszer

5.2.2.1. Általános eset

Számítsa ki egy adott i összetevő esetében a mennyiséget a metil-észterek tömegének százalékában kifejezve úgy, hogy meghatározza az adott összetevő csúcsa alatti terület nagyságát az összes csúc alatti területhez képest, a következő képlet segítségével:

$$w_i = (A_i / \Sigma A) \times 100$$

ahol:

A_i az egyes i zsírsav-metilészterek csúcsa alatti terület;

ΣA az egyes i zsírsav-metilészterek csúcsai alatti területek összege.

Az eredményeket két tizedesjegy pontossággal kell megadni.

4. megjegyzés: A zsírok és olajok esetében a zsírsav-metilészterek tömeghányada megegyezik a triacil-glicerinek tömeghányadával g/100 g-ban kifejezve. Azokat az eseteket, ahol ez a feltételezés nem érvényes, lásd az 5.2.2.2. pontban.

5.2.2.2. A korrekciós tényezők használata

Bizonyos esetekben, például a nyolcnál kevesebb szénatommal rendelkező zsírsavak vagy a másodlagos csoportokat tartalmazó savak jelenlétében, a területeket korrekciós tényezőkkel (F_{ci}) kell korrigálni. Ezeket a tényezőket minden egyes eszközhöz meg kell határozni. Erre a célra a megfelelő tartományban lévő, hitelesített zsírsav-összetételű referenciaanyagokat kell használni.

5. megjegyzés: Ezek a korrekciós tényezők nem azonosak az A. mellékletben található elméleti FID korrekciós tényezőkkel, mivel magukban foglalják a befecskendező rendszer teljesítményét stb. is. A nagyobb eltérések esetén azonban a teljes rendszer teljesítményét ellenőrizni kell.

Ennél a referenciakeveréknél az i zsírsav-metilészter tömegszázaléka a következő képlet segítségével adható meg:

$$w_i = (m_i / \Sigma m) \times 100$$

ahol

m_i az i zsírsav-metilészter tömege a referenciakeverékben;

Σm a referenciakeverékben lévő különböző zsírsav-metilészterek összes tömege.

A referenciakeverék kromatogramjából számítsa ki az i zsírsav-metilészter területre vetített százalékát a következő képlet segítségével:

$$w_i = (A_i/\Sigma A) \times 100$$

ahol:

A_i az i zsírsav-metilészter területe a referenciakeverékben;

ΣA a referenciakeverékben lévő különböző zsírsav-metilészterek összes területe.

Az F_c korrekciós tényező az alábbi:

$$F_c = (m_i \times \Sigma A)/(A_i \times \Sigma m)$$

Például az i egyes zsírsav-metilészterek tömegszázaléka a következő:

$$w_i = (F_i \times A_i)/\Sigma (F_i \times A_i)$$

Az eredményeket két tizedesjegy pontossággal kell megadni.

6. megjegyzés: A számított érték megfelel az egyes zsírsav-metilészterek a triacil-glicerinként számolt tömegszázalékával g/100 g-ban kifejezve.

5.2.2.3. A belső standard használata

Bizonyos elemzések esetén (például amikor nem mindegyik zsírsav mennyiségét határozzuk meg, amikor négy és hat szénatomot tartalmazó savak jelen a 16 és 18 szénatomos savak mellett, vagy ha egy mintában az egyik zsírsav pontos mennyiségét kell meghatározni) belső standardot kell használni. Leggyakrabban az 5, 15 vagy 17 szénatomos zsírsavakat használják. A belső standardhoz (amennyiben szükséges) meg kell határozni a korrekciós tényezőt.

Az i összetevő metil-észterekhez viszonyított tömegszázalékát a következő képlet segítségével lehet kiszámítani:

$$w_i = (m_{IS} \times F_i \times A_i)/(m \times F_{IS} \times A_{IS})$$

ahol:

A_i az i zsírsav-metilészter területe;

A_{IS} a belső standard területe;

F_i az i zsírsav zsírsav-metilészterben kifejezett korrekciós tényezője;

F_{IS} a belső standard korrekciós tényezője;

m a vizsgált mennyiség tömege milligrammban;

m_{IS} a belső standard tömege milligrammban.

Az eredményeket két tizedesjegy pontossággal kell megadni.

6. VIZSGÁLATI JEGYZŐKÖNYV

A vizsgálati jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell a metil-észterek előkészítés és a gázkromatográfiás elemzés módszerét. Meg kell említeni benne minden, e standard módszerben nem szereplő vagy opcionálisnak tekinthető üzemi körülményt vagy az eredményekre esetlegesen hatással lévő bármilyen eseményt.

A vizsgálati jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell a minta egyértelmű azonosításához szükséges valamennyi adatot.

7. A MÓDSZER PONTOSÁGA

7.1. A körvizsgálatok eredményei

A módszer pontosságának körvizsgálatával kapcsolatos információk az IOC/T.20/Doc. No 33. szabvány C mellékletében találhatóak. Az ebből a körvizsgálatból származó értékek valószínűleg nem alkalmazhatók a megadottakon kívül más koncentrációtartományokra és mátrixokra.

7.2. Megismételhetőség

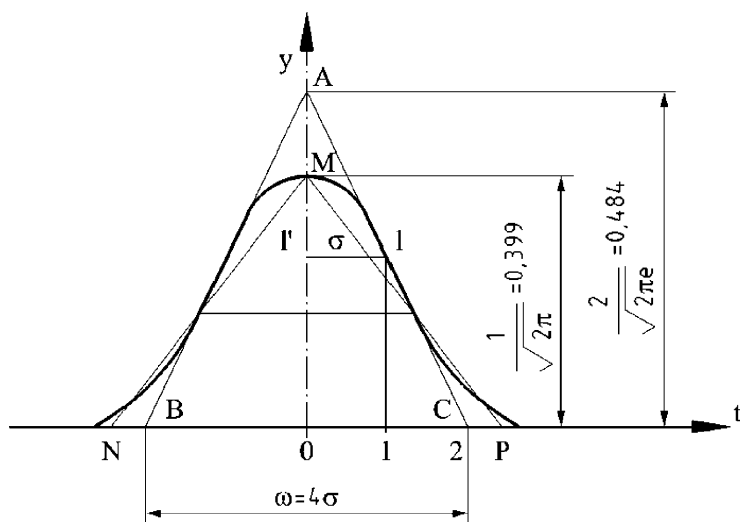
Az ugyanazon módszerrel ugyanazon tesztanyagon, ugyanazon laboratóriumban, ugyanazon kezelőszemély által, ugyanazon berendezésen, és a két teszt elvégzése között eltelt rövid idő alatt kapott két független egyedi teszteredmény közötti abszolút különbség az esetek nem több mint 5 %-ban lesz nagyobb az IOC/T.20/Doc. No. 33. szabvány C mellékletének 1–14. táblázatában megadott r értéknél.

7.3. Reprodukálhatóság

Az ugyanazon módszerrel ugyanazon tesztanyagon, különböző laboratóriumban, különböző kezelőszemély által, különböző berendezésen kapott két egyedi teszteredmény közötti abszolút különbség az esetek nem több mint 5 %-ában lesz nagyobb az IOC/T.20/Doc. No. 33. szabvány C mellékletének 1–14. táblázatában megadott R értéknél.

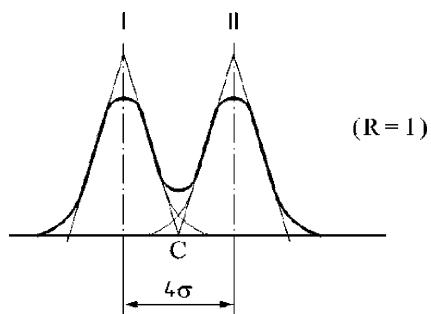
A. függelék

1. ábra

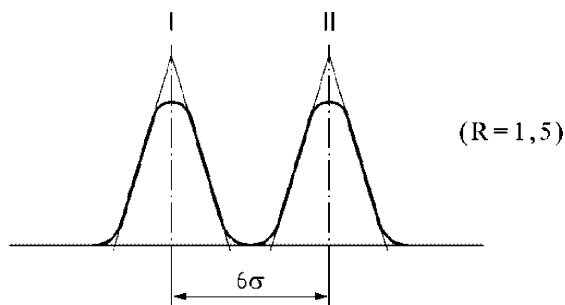


$\omega_{0,5}$ szélességgel az ABC háromszög magasságának felénél és b szélességgel az NPM háromszög magasságának felénél.

2. ábra



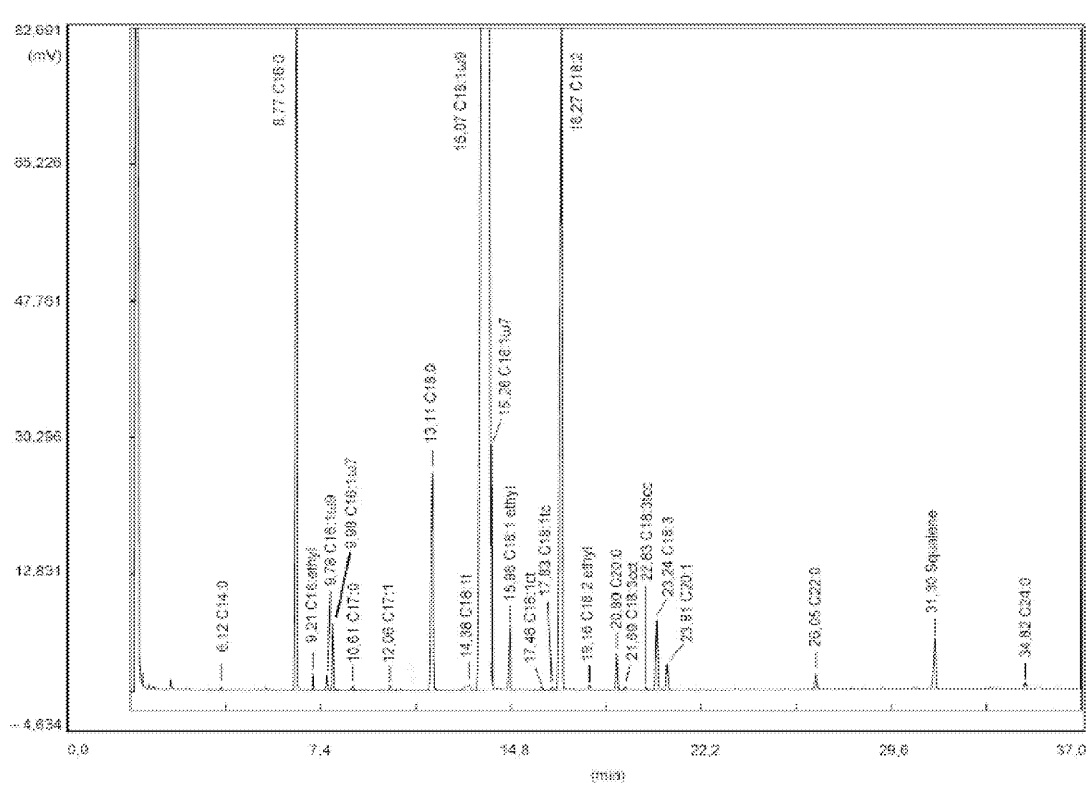
3. ábra



B. függelék

1. ábra

Olívapogácsa-olajból hideg metilezéssel nyert gázkromatográfias profil.



Eltérő rendelkezés hiányában a kromatográfias csúcsok a metil- és etil-észtereknek felelnek meg.”

V. MELLÉKLET

A 2568/91/EGK rendelet XII. melléklete a következőképpen módosul:

1. Az 1. pont helyébe a következő szöveg lép:

„1. CÉL ÉS ALKALMAZÁSI TERÜLET

Az ebben a mellékletben bemutatott nemzetközi módszernek a célja, hogy megállapítsa az 1308/2013/EK európai parlamenti és tanácsi rendelet\ (*) VII. melléklete VIII. részének 1. pontja szerinti 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.

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

(*) Az Európai Parlament és a Tanács 2013. december 17-i 1308/2013/EU rendelete a mezőgazdasági termékpiacon közös szervezésének létrehozásáról és a 922/72/EGK, a 234/79/EK, az 1037/2001/EK és az 1234/2007/EK tanácsi rendelet hatályon kívül helyezéséről (HL L 347., 2013.12.20., 671. o.).”

2. A 3.2., a 3.3. és a 3.4. pont helyébe a következő lép:

„3.1.1. Egyéb negatív tulajdonságok

Sült vagy égett	Olyan olajok jellegzetes zamata, amelyek előállításuk során – és különösen az olajbogyópép termikus keverése alatt – túlzott mértékben és/vagy 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 sűrű, nyúlós 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.
Fémes	Fémekre emlékeztető aroma. Az olyan olaj jellegzetessége, amely a zúzás, a keverés, a sajtolás vagy a tárolás során hosszabb ideig fémfelületekkel érintkezett.
Eszpartó	Új eszpartó-fű-szítán kipréselt olívabogyókból származó olajok jellegzetes zamata. A zamat változhat attól függően, hogy a sajtolószítát zöld vagy száraz eszpartó-fűből készítették-e.
Férges	Az olajbogyó-fúrólégy (<i>Bactrocera oleae</i>) lárváitól erősen megtámadott olajbogyóból származó olaj zamata.
Uborkás	A hermetikusan lezárt állapotban, például bádogtartályban túl hosszú ideig tartott olaj jellegzetes zamata, amely a 2,6-nonadienal képződésének tulajdonítható.

3.2. 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 szájjüregben, de különösen a torokban érzékelhető kaparó érzés, amely elsősorban a még éretlen olajbogyóból, a gazdasági év elején termelt olaj sajátossága.

3.3. A címkézésnél 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 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 –, zöld gyümölcsre emlékeztető szagérzetek, amelyek a zöld, egészséges és friss gyümölcs közvetlen vagy retronazális úton való szaglásából származnak.
Érett gyümölcsös	Az olajra jellemző mindazon – olajbogyófajta szerint változó –, az érett gyümölcsre emlékeztető szagérzetek, amelyek az egészséges és friss gyümölcs közvetlen vagy retronazális úton való szaglásából származnak.
Kiegyensúlyozott	Olyan olaj, 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.”

3. A 7. pont a 7.1. pont után a következő ponttal egészül ki:

„7.1.1. A csoport elnökhelyettese

A csoport elnökét indokolt esetben helyettesítheti bizottsági elnökhelyettes, aki a vizsgálatok elvégzésével kapcsolatos feladatokért fog felelni. A helyettesnek rendelkeznie kell a csoport elnökétől elvárt valamennyi készséggel.”

4. A 7.2. pont helyébe a következő szöveg lép:

„7.2. Kóstolók

Az olívaolajok érzékszervi vizsgálatában részt vevő személyeknek önkéntesen kell jelentkezniük. 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.”

5. A 9.3. pont helyébe a következő szöveg lép:

„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 beviheti az egyes kóstolók által megállapított adatokat az IOC/T.20/Doc. No 15 szabványban előírt számítógépes programba a vizsgálat eredményeinek statisztikai kiszámítása céljából, azok mediánjának kiszámítása alapján. 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 jóságfokú 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 ismételtetnie 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).”

6. A 9.4. pont helyébe a következő szöveg lép:

„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 hibamediánt és a gyümölcsösségi mediánt egy tizedesjegy pontosságig kell megadni.

Az olaj osztályozása a hibamedián és a gyümölcsösségi medián 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 hibamedián nullával egyenlő és a gyümölcsösségi medián 0-nál nagyobb.

b) Szűz olívaolaj: a hibamedián nullánál nagyobb, de 3,5-nél kisebb vagy azzal egyenlő, és a gyümölcsösségi medián 0-nál nagyobb;

c) Lampante olívaolaj: a hibamedián 3,5-nél nagyobb, vagy a hibamedián 3,5-nél kisebb, és a gyümölcsösségi medián nullával egyenlő.

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

A megfelelőségi ellenőrzések keretében végzett elemzések esetében egy próbát végeznek. Egymásnak ellentmondó elemzések esetén a csoport elnökének gondoskodnia kell arról, hogy a vizsgálatot kétszer, külön vizsgálatok során végezzék el; a tulajdonságok mediánját a két vizsgálat értékelőlapjain található összes adat alapján fogják kiszámolni.”

7. Az 1. ábra helyébe a következő ábra lép:

„1. ábra

A SZŰZ OLÍVAOLAJ ÉRTÉKELŐ LAPJA

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

A pozitív tulajdonságok érzékelési intenzitása

Gyümölcsös

Zöld

Érett

Keserű

Csípős

A kóstoló neve:

A kóstoló azonosítója:

A minta kódja:

Dátum:

Aláírás:

Megjegyzések:"

VI. MELLÉKLET

A 2568/91/EGK rendelet XIX. melléklete a következőképpen módosul:

1. A cím helyébe a következő szöveg lép:

„AZ ALIFÁS ÉS A TRITERPÉNES ALKOHOLTARTALOM MEGHATÁROZÁSA KAPILLÁRIS GÁZKROMATOGRÁFIAVAL”

2. Az 1. pont helyébe a következő szöveg lép:

„1. TÁRGY

Ez a melléklet egy az olajok és zsírok alifás és triterpénes alkoholtartalmának meghatározására szolgáló módszert írnak le.”

3. A 4.11. pont helyébe a következő szöveg lép:

„4.11. Referenciaoldat a vékonyréteg-kromatográfiához: C₂₀-C₂₈ alkoholok 0,5 %-os kloroformban, vagy olívapogácsa-olaj el nem szappanosítható anyagából az 5.2. pontban meghatározottak szerint kinyert alkoholos frakciók.”

4. Az 5.2.2. és az 5.2.6. pont helyébe a következő szöveg lép:

„5.2.5. A lemezt kis mértékben és egyenletesen be kell permetezni 2,7-diklór-fluoreszcein oldattal, amikor ultraibolya fényben nézik azt. Az alifás alkoholsávokat a referenciaoldat foltjaival történő összehasonlítás alapján lehet felismerni: jelölje be a sávok határait fekete ceruzával; együttesen körvonalazva az alifás alkoholok sávját és a közvetlenül felette lévő sávot, amely a terpénes alkoholok sávjá (4. megjegyzés).

4. *megjegyzés:* Az alifás alkoholok sávját és a terpénes alkoholok sávját csoportosítani kell, tekintettel arra, hogy egyes alifás alkoholok átvándorolhatnak a triterpénes alkoholok sávjába. A VRK elválasztásra példa található a függelék 1. ábrájában.

5.2.6. A kijelölt területen található szilikagélt kaparja le egy fémspatulával. Az eltávolított és apróra zúzott anyagot tegye egy szűrőtölcsérbe (3.7.). Adjon hozzá 10 ml forró kloroformot és alaposan keverje össze fémspatula segítségével, majd vákuumban szűrje le, a szűrletet gyűjtse össze a kúpos fenekű lombikban (3.8.), amely a szűrőtölcsérhez van csatlakoztatva.

A tölsérben bennmaradó szilikagélt mossa ki háromszor etil-éterrel (minden alkalommal megközelítőleg 10 ml-rel), a szüredéket gyűjtse ugyanabba a tölsérhez csatlakoztatott lombikba. Párolja be a szüredéket megközelítőleg 4-5 ml térfogatúra, és a maradék oldatot töltsen egy 10 ml térfogatú kémcsőbe (3.9.), amelynek súlyát előzőleg lemérte; a kémcsövet gyenge nitrogénáramban kismértékű melegítéssel párolja be. Oldja fel ismét a maradékot néhány csepp acetonnal, ismét szárítsa meg, párolja, majd helyezze egy kemencébe 105 °C hőmérsékletre 10 percre, ezután vegye ki, hűtse le szárítóberendezésben és mérje meg a súlyát.

A kémcsőben lévő maradvány az alkoholos frakcióból áll.”

5. Az 5.4.4. pont helyébe a következő szöveg lép:

„5.4.4. A csúcsok azonosítása

Az egyes csúcsok azonosítása a retenció idő alapján és az azonos körülmények között analizált TMSE keverék összehasonlításával történik.

A 3. függelék 2. ábráján látható egy példa a finomított olívaolaj alkoholos frakciójának gázkromatogramjára.”

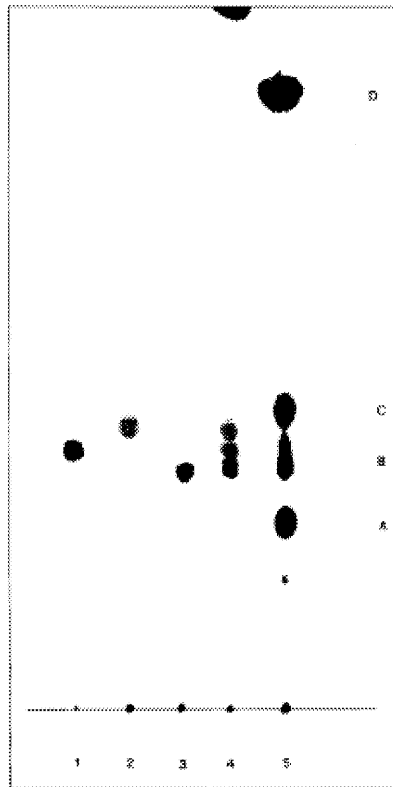
6. A függelék helyébe a következő szöveg lép:

„Függelék

Példa VRK-elválasztásra és kromatogram példák

1. ábra

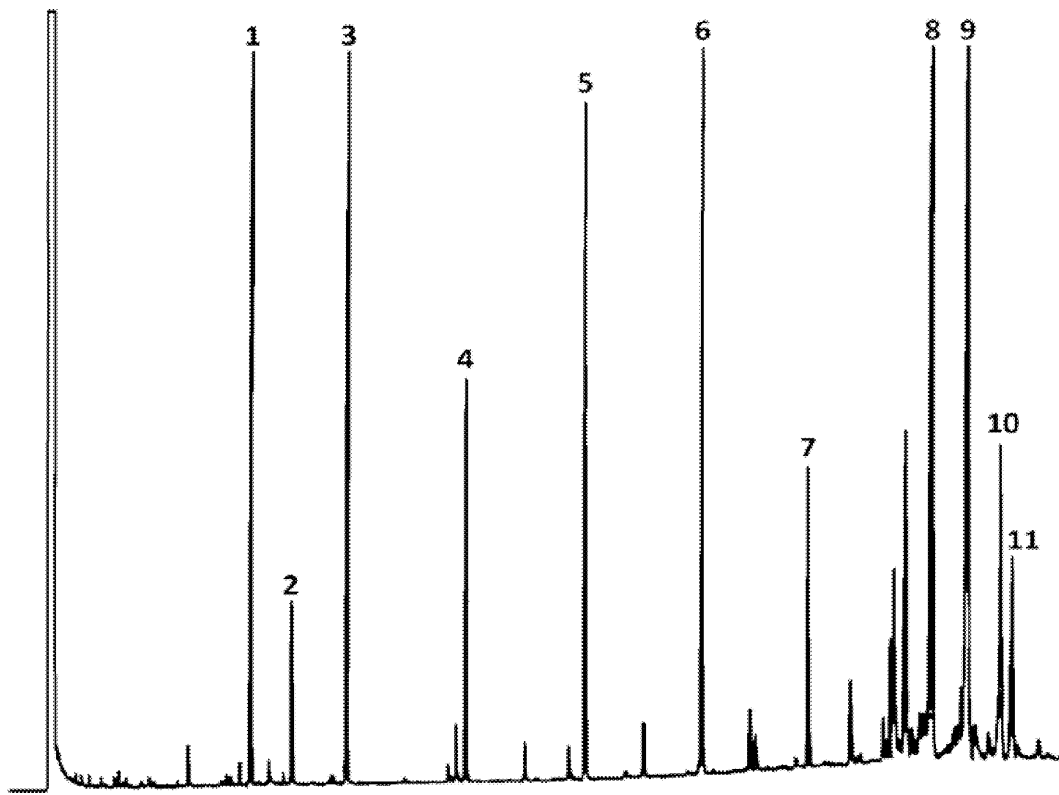
Az olívaolaj hexán-dietil-éterrel (65/35) eluált nem szappanosítható frakciójának vékonyréteg-kromatográfiás lemeze



- | | | | |
|---|---|---|-----------------------|
| 1 | C ₂₆ alkohol | A | Szterinek |
| 2 | C ₃₀ alkohol | B | Alifás alkoholok |
| 3 | C ₂₀ alkohol | C | Triterpénes alkoholok |
| 4 | C ₂₀₋₂₂₋₂₆₋₃₀ alkoholkeverékek | D | Szqualén |
| 5 | Extra szűz nem szappanosítható | | |

2. ábra

Egy finomított olívaolaj alkoholos frakciójának kromatogramja



1 = Fitol

2 = Geranil-gerániol

3 = C₂₀ alkohol (IS)4 = C₂₂ alkohol5 = C₂₄ alkohol6 = C₂₆ alkohol7 = C₂₈ alkohol

8 = Cikloartenol

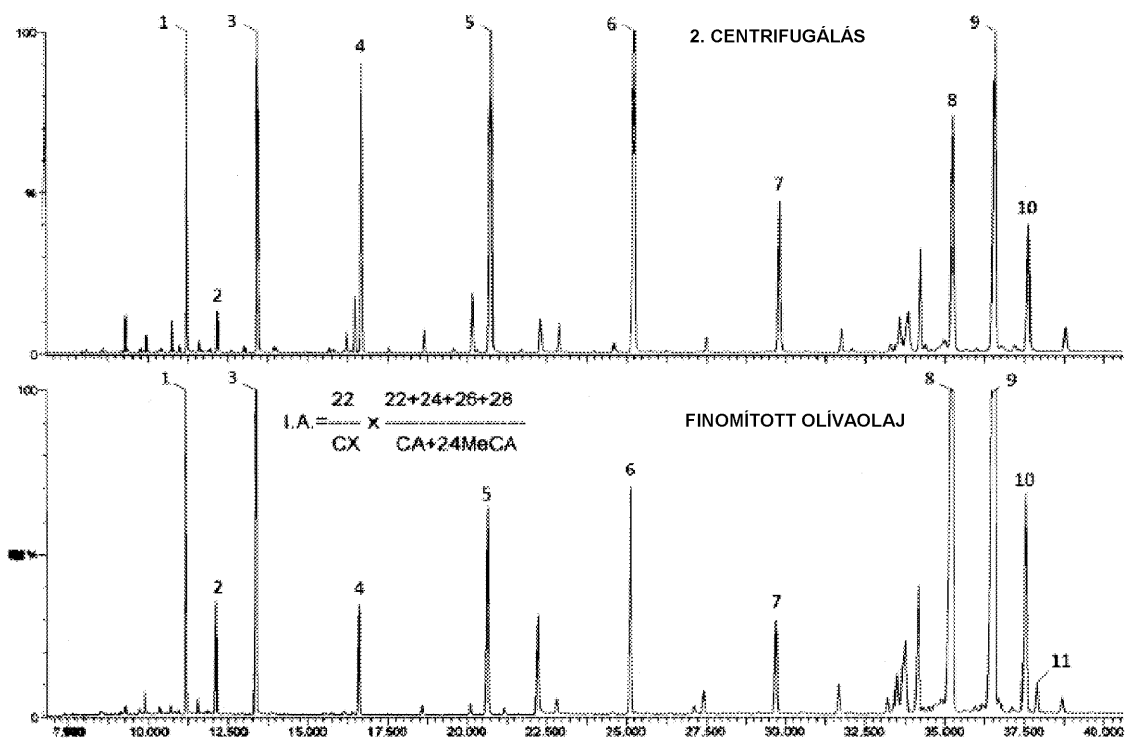
9 = 24-Metilén-cikloartenol

10 = Citrostadienol

11 = Ciklobranol

3. ábra

Finomított olívaolaj és egy második centrifugáláson átesett olívaolaj alifás és triterpénes alkoholjai



- | | | |
|-----------------------------|-----------------------------|--------------------------------------|
| 1 = Fitol | 5 = C ₂₄ alkohol | 9 = 24-Metilén-cikloartenol (24MeCA) |
| 2 = Geranil-gerániol (CX) | 6 = C ₂₆ alkohol | 10 = Citrostadienol |
| 3 = C ₂₀ alkohol | 7 = C ₂₈ alkohol | 11 = Ciklobranol" |
| 4 = C ₂₂ alkohol | 8 = Cikloartenol (CA) | |