

KOMISIJAS ĪSTENOŠANAS REGULA (ES) Nr. 299/2013**(2013. gada 26. marts),****ar ko groza Regulu (EEK) Nr. 2568/91 par olīveļļas un olīvu izspaidu eļļas īpašībām un attiecīgajām analīzes metodēm**

EIROPAS KOMISIJA,

ņemot vērā Līgumu par Eiropas Savienības darbību,

ņemot vērā Padomes 2007. gada 22. oktobra Regulu (EK) Nr. 1234/2007, ar ko izveido lauksaimniecības tirgu kopīgu organizāciju un paredz īpašus noteikumus dažiem lauksaimniecības produktiem ("Vienotā TKO regula")⁽¹⁾, un jo īpaši tās 113. panta 1. punkta a) apakšpunktu un 121. panta pirmās daļas a) punktu saistībā ar tās 4. pantu,

tā kā:

- (1) Komisijas 1991. gada 11. jūlija Regulā (EEK) Nr. 2568/91 par olīveļļas un olīvu izspaidu eļļas īpašībām un attiecīgajām analīzes metodēm⁽²⁾ ir noteiktas olīveļļas un olīvu izspaidu eļļas ķīmiskās un organoleptiskās īpašības, kā arī šo īpašību novērtēšanas metodes. Šīs metodes būtu jāatjaunina, pamatojoties uz ķīmijas ekspertu viedokli un ievērojot Starptautiskās olīvu padomes (turpmāk "IOC") paveikto.
- (2) Saskaņā ar Regulas (EK) Nr. 1234/2007 113. panta 3. punktu dalībvalstīm ir jāpārbauda, vai olīveļļas un olīvu izspaidu eļļas atbilst Regulā (EEK) Nr. 2568/91 noteiktajiem tirdzniecības standartiem, un vajadzības gadījumā jāpiemēro sankcijas. Regulas (EEK) Nr. 2568/91 2. un 2.a pants paredz sīkus noteikumus par šīm atbilstības pārbaudēm. Šiem noteikumiem vajadzētu nodrošināt, ka olīveļļa, kurai ir noteikts kvalitātes standarts, faktiski atbilst šim standartam. Noteikumi būtu jāizstrādā sīkāk, tostarp par riska analīzi. Šo atbilstības pārbaūžu vajadzībām vajadzētu definēt terminu "pārdota olīveļļa".
- (3) Pieredze liecina, ka pastāv zināmi krāpšanas riski, kas liedz pilnībā īstenot Regulā (EEK) Nr. 2568/91 paredzēto patērētāju aizsardzību. Tāpēc olīveļļas turētājiem būtu jāreģistrē katras kategorijas eļļas ievēšana un izvešana. Lai neradītu pārmērīgu administratīvo slogu, nekaitējot olīveļļas reģistra kārtības mērķiem, informācijas vākšanai būtu jānotiek līdz olīveļļas pildīšanas posmam.
- (4) Lai nodrošinātu pēcpasākumus un izvērtētu Regulas (EEK) Nr. 2568/91 pasākumus, dalībvalstīm vajadzētu Komisijai paziņot ne tikai par valsts īstenošanas pasākumiem, bet arī par atbilstības pārbaūžu rezultātiem.

- (5) Lai turpinātu procesu, kurā notiek harmonizācija ar IOC noteiktajiem starptautiskajiem standartiem, atsevišķas Regulā (EEK) Nr. 2568/91 paredzētās analīzes metodes būtu jāatjaunina. Tādēļ minētās regulas XVIII pielikumā paredzētā metode būtu jāaizstāj ar efektīvāku metodi. Tāpat ir lietderīgi novērst dažas neatbilstības un nepareizības IX pielikumā paredzētajās analīzes metodēs.
- (6) Ir vajadzīgs pārejas periods, lai dalībvalstis varētu piemērot jaunus noteikumus, kas paredzēti šajā regulā.
- (7) Komisija ir izstrādājusi informācijas sistēmu, kas ļauj elektroniski pārvaldīt dokumentus un procedūras gan tās iekšējā darba procedūrā, gan attiecībā ar iestādēm, kuras iesaistītas kopējā lauksaimniecības politikā. Tiek uzskatīts, ka Regulā (EEK) Nr. 2568/91 paredzēto paziņošanas pienākumu izpildi var nodrošināt, izmantojot minēto sistēmu saskaņā ar Komisijas 2009. gada 31. augusta Regulu (EK) Nr. 792/2009, ar ko nosaka kārtību, kādā dalībvalstis Komisijai paziņo informāciju un dokumentus, kas pieprasīti, īstenojot tirgu kopīgo organizāciju, tiešo maksājumu režīmu, lauksaimniecības produktu veicināšanas pasākumus, kā arī režīmus, ko piemēro attālākajiem reģioniem un Egejas jūras nelielajām salām⁽³⁾.
- (8) Tādēļ attiecīgi būtu jāgroza Regula (EEK) Nr. 2568/91.
- (9) Lauksaimniecības tirgu kopīgās organizācijas pārvaldības komiteja nav sniegusi atzinumu tās priekšsēdētāja noteiktajā termiņā,

IR PIEŅĒMUSI ŠO REGULU.

1. pants

Regulu (EEK) Nr. 2568/91 groza šādi:

- 1) regulas 2.a pantu aizstāj ar šādu:

"2.a pants

1. Šajā pantā jēdziens "pārdotā olīveļļa" nozīmē to attiecīgās dalībvalsts olīveļļas un olīvu izspaidu eļļas kopējo daudzumu, kas ir patērēts šajā dalībvalstī vai eksportēts no šīs dalībvalsts.

⁽¹⁾ OV L 299, 16.11.2007., 1. lpp.⁽²⁾ OV L 248, 5.9.1991., 1. lpp.⁽³⁾ OV L 228, 1.9.2009., 3. lpp.

2. Dalībvalstis nodrošina, ka atbilstības pārbaudes notiek izlases veidā, pamatojoties uz riska analīzi, un pietiekami bieži, lai nodrošinātu, ka pārdotā olīveļļa atbilst deklarētajai kategorijai.

3. Kritēriji riska novērtēšanai var būt šādi:

- a) eļļas kategorija, ražošanas periods, eļļas cena salīdzinājumā ar citu augu eļļu cenu, jaukšanas un iepakojšanas operācijas, glabāšanas un glabāšanas apstākļi, izcelsmes valsts, galamērķa valsts, transporta veids vai partijas apjoms;
- b) uzņēmumu pozīcija tirgus ķēdē, uzņēmumu tirgotās produkcijas apjoms un/vai vērtība, tirgots eļļas kategoriju klāsts, veiktā saimnieciskā darbība, piemēram, malšana, glabāšana, rafinēšana, sajaukšana, iepakojšana vai mazumtirdzniecība;
- c) iepriekšējo pārbažu rezultāti, tai skaitā atklāto defektu skaits un veids, pārdotās eļļas parastā kvalitāte, izmantotā tehniskā aprīkojuma līmenis;
- d) uzņēmumu kvalitātes nodrošinājuma sistēmu vai pašpārbaudes sistēmu uzticamība attiecībā uz atbilstību tirdzniecības standartiem;
- e) pārbaudes norises vieta, jo īpaši, ja tā ir pirmā produkcijas ieviešanas vieta Savienībā, pēdējā izvešanas vieta no Savienības vai vieta, kur notiek eļļu ražošana, iepakojšana, iekraušana vai pārdošana galapatērētājam;

f) visa citu informācija, kas var liecināt par neatbilstības risku.

4. Dalībvalstis jau iepriekš nosaka:

- a) kritērijus partiju neatbilstības riska noteikšanai;
- b) pamatojoties uz riska analīzi katrai riska kategorijai, minimālo uzņēmumu skaitu vai partiju skaitu un/vai daudzumu, kam veiks atbilstības pārbaudi.

Gadā veic vismaz vienu atbilstības pārbaudi katrām tūkstoš tonnām olīveļļas, ko pārdod dalībvalstī.

5. Dalībvalstis atbilstību pārbauda:

- a) jebkādā kārtībā veicot analīzes, kas paredzētas I pielikumā; vai
- b) ievērojot kārtību, kas izklāstīta I.b pielikumā par lēmumu pieņemšanas shēmu, līdz pieņem vienu no lēmumiem, kas iekļauts lēmumu pieņemšanas shēmā.”;

2) regulas 3. pantu aizstāj ar šādu:

“3. pants

Ja konstatē, ka kāda eļļa neatbilst tās kategorijas aprakstam, attiecīgā dalībvalsts, neskarot jebkādas citas sankcijas,

piemēro efektīvas, samērīgas un preventīvas sankcijas, kas nosakāmas atkarībā no atklātā pārkāpuma smaguma.

Ja pārbaudēs konstatē būtiskus pārkāpumus, dalībvalstis palielina pārbažu biežumu attiecībā uz pārdošanas posmu, eļļas kategoriju, izcelsmi vai citiem kritērijiem.”;

3) regulā pievieno šādu 7.a pantu:

“7.a pants

Fiziskām vai juridiskām personām vai personu grupām, kas jebkādos profesionālos vai komerciālos nolūkos glabā olīveļļu un olīvu izspaidu eļļu ražošanas posmos no eļļas ekstrakcijas spiestuvē līdz tās iepildīšanai pudelēs (ieskaitot), ir jākārto ieviešanas un izvešanas reģistrs par katru šādu eļļas kategoriju.

Dalībvalsts nodrošina, ka pirmajā daļā paredzētais pienākums tiek pienācīgi pildīts.”;

4) regulas 8. pantu aizstāj ar šādu:

“8. pants

1. Dalībvalstis paziņo Komisijai par šīs regulas īstenošanas pasākumiem. Tās informē Komisiju par visiem turpmākajiem grozījumiem.

2. Ne vēlāk kā katra gada 31. maijā dalībvalstis nosūta Komisijai ziņojumu par šīs regulas piemērošanu iepriekšējā kalendāra gada laikā. Ziņojumā iekļauj vismaz olīveļļas atbilstības pārbažu rezultātus saskaņā ar XXI pielikumā ietvertu paraugu.

3. Šajā Regulā minētos paziņojumus sniedz saskaņā ar Komisijas Regulu (EK) Nr. 792/2009 (*).

(*) OV L 228, 1.9.2009., 3. lpp.”

5) Regulas IX pielikumu aizstāj ar šīs regulas I pielikuma tekstu.

6) Regulas XVIII pielikumu aizstāj ar šīs regulas II pielikuma tekstu.

7) Pievieno XXI pielikumu, kura teksts ir izklāstīts šīs regulas III pielikumā.

2. pants

Šī regula stājas spēkā septītajā dienā pēc tās publicēšanas Eiropas Savienības Oficiālajā Vēstnesī.

To piemēro no 2014. gada 1. janvāra. Tomēr regulas 8. panta 2. punktu piemēro no 2015. gada 1. janvāra.

Šī regula ir saistoša kopumā un tieši piemērojama visās dalībvalstīs.

Briselē, 2013. gada 26. martā

*Komisijas vārdā –
priekšsēdētājs*
José Manuel BARROSO

I PIELIKUMS

"IX PIELIKUMS

SPEKTROFOTOMETRISKĀ ANALĪZE UV SPEKTRĀ

IEVADS

Spektrofotometriskā analīze UV spektrā var dot informāciju par tauku kvalitāti, to saglabāšanas stāvokli un tehnoloģisko procesu izraisītajām pārmaiņām tajos.

Absorbcija pie metodē noteiktajiem viļņa garumiem notiek konjugētu diēnu un triēnu sistēmu klātbūtnes dēļ. Šo absorbciju izsaka kā īpatnējo ekstinkciju $E^{1\%}_{1\text{ cm}}$ (1 % tauku šķīduma ekstinkcija attiecīgā šķīdinātājā pie slāņa biezuma 1 cm), ko parasti apzīmē ar K (sauc arī par "ekstinkcijas koeficientu").

1. PIEMĒROŠANAS JOMA

Metode apraksta procedūru olīveļļas spektrofotometriskai analīzei (aprakstīta papildinājumā) ultravioletajā spektrā.

2. METODES PRINCIPS

Attiecīgos taukus šķīdina vajadzīgajā šķīdinātājā un pie noteiktiem viļņa garumiem nosaka ekstinkciju šķīdumam attiecībā pret tīru šķīdinātāju. Īpatnējās ekstinkcijas aprēķina pēc spektrofotometra nolasījumiem. Vietas koncentrācijai 1 g uz 100 ml 10 mm kivetē aprēķina īpatnējo absorbciju pie 232 nm un 268 nm izooktānā vai 232 nm un 270 nm cikloheksānā.

3. IEKĀRTA

- 3.1. Spektrofotometrs ekstinkcijas mērījumiem ultravioletajā spektra daļā starp 220 un 360 nm ar iespēju nolasīt atsevišķas nanometru vienības. Pirms izmantošanas ieteicams pārbaudīt spektrometra viļņa garuma un absorbcijas skalas.

- 3.1.1. *Viļņa garuma skala.* To var pārbaudīt, izmantojot references materiālu – optiskā stikla filtru, kas satur holmija oksīdu, kam ir izteiktas absorbcijas joslas. References materiāls ir paredzēts, lai verificētu un kalibrētu viļņa garuma skalas spektrofotometriem, kas darbojas redzamajā un ultravioletajā starojuma apgabalā un kā nominālais spektrālās joslas platums ir ne vairāk par 5 nm. Holmija stikla filtru absorbcijas režīmā salīdzina ar gaisa tukšo paraugu 640–240 nm viļņa garuma diapazonā. Katram spektrālās joslas platumam ((0,10 – 0,25 – 0,50 – 1,00 – 1,50 – 2,00 un 3,00) izdara bāzes līnijas korekciju ar tukšu kivešu turētāju. Spektrālās joslas platumā viļņa garumi ir uzskaitīti ISO 3656 references materiāla sertifikātā.

- 3.1.2. *Absorbcijas skala.* To var pārbaudīt, izmantojot references materiālu: 4 kālija dihromāta šķīdumi perhlorskābē, kas hermētiski ievietoti četrās UV paredzētās kvarca kivetēs, lai noteiktu linearitātes un fotometriskās pareizības referenci UV. Ar kālija dihromātu piepildītās kivetes ((40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml un 100 mg/ml) salīdzina ar perhlorskābes tukšo paraugu. Neto absorbcijas vērtības ir uzskaitītas ISO 3656 references materiāla sertifikātā.

- 3.2. Taisnstūra kvarca kivetes ar vāciņiem, optiskais ceļa garums 1 cm. Ja kivetes piepildītas ar ūdeni vai citu piemērotu šķīdinātāju, tās savā starpā nedrīkst atšķirties par vairāk nekā 0,01 ekstinkcijas vienību.

- 3.3. 25 ml mērkolbas.

- 3.4. Analītiskie svāri ar nolasījuma precizitāti līdz 0,0001 g.

4. REAĢENTI

Jāizmanto tikai atzītas analītiskas tīrības pakāpes reaģenti, ja vien nav norādīts citādi.

Šķīdinātājs: izooktāns (2,2,4-trimetilpentāns) mērījumiem pie 232 nm un 268 nm vai cikloheksāns mērījumiem pie 232 nm un 270 nm, ar absorbciju mazāk par 0,12 pie 232 nm un mazāk par 0,05 pie 250 nm salīdzinājumā ar destilētu ūdeni, mērot 10 mm kivetē.

5. PROCEDŪRA

- 5.1. Attiecīgajam paraugam jābūt pilnīgi homogēnam un bez suspendētiem piemaisījumiem. Eļļas, kas istabas temperatūrā ir šķidrās, ir jāfiltrē caur filtrpapīru aptuveni 30 °C temperatūrā, cieti tauki ir jāhomogenizē un jāfiltrē temperatūrā, kas nav augstāka par 10 °C virs kušanas punkta.

- 5.2. Precīzi nosver 0,25 g (ar precizitāti līdz 1 mg) tā sagatavota parauga 25 ml mērkolbā, uzpilda līdz zīmei ar norādīto šķīdinātāju un homogenizē. Iegūtajam šķīdumam ir jābūt pilnīgi dzidram. Ja novērojama opalescence jeb duļķainība, ātri izfiltrē caur filtrpapīru.
- 5.3. Ar iegūto šķīdumu piepilda kvarca kivetu un izmēra ekstinkciju pie attiecīga viļņa garuma starp 232 un 276 nm, šķīdinātāju izmantojot kā standartšķīdumu.

Izmēritajām ekstinkcijas vērtībām jābūt starp 0,1 un 0,8. Ja tā nav, mērījumi ir jāatkārto, lietojot pēc vajadzības koncentrētākus vai atšķaidītākus šķīdumus.

PIEZĪME. Var nebūt vajadzības mērīt absorbciju pie visa viļņa garumu diapazona.

6. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

- 6.1. Pieraksta pie dažādiem viļņa garumiem iegūtās īpatnējās ekstinkcijas (ekstinkcijas koeficientus), ko aprēķina šādi:

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

kur:

K_{λ} = īpatnējā ekstinkcija pie viļņa garuma λ ;

E_{λ} = ekstinkcija, kas izmērīta pie viļņa garuma λ ;

c = šķīduma koncentrācija g/100 ml;

s = kvarca kivešu biezums cm.

Rezultātus izsaka ar divām zīmēm aiz komata.

6.2. Īpatnējās ekstinkcijas variācija (ΔK)

Olīveļļas spektrofotometriskajā analizē, ko veic saskaņā ar Savienības tiesību aktos paredzēto oficiālo metodi, nosaka arī īpatnējās ekstinkcijas absolūtās vērtības variāciju (ΔK) pēc šādas formulas

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

kur K_m ir īpatnējā ekstinkcija pie viļņa garuma m , maksimālās absorbcijas viļņa garums ir atkarīgs no izmantotā šķīdinātāja – 270 cikloheksānam un 268 izooktānam.

OLĪVEĻĻAS ĪPAŠĪBAS

Kategorija		Taukskābju metilesteri (FAME) un taukskābju etilesteri (FAEE)	Skābums (%) (*)	Peroksīda skaits mEq 02/kg (*)	Vaski mg/kg (**)	2-glicerilmonopalmitāts (%)	Stigmastadiēns mg/kg (1)	Starpība: ECN42 (HPLC) un ECN42 (teorētiskais aprēķins)	K ₂₃₂ (*)	K ₂₇₀ (*) 'K 270 vai K 268 (3)	Delta-K (*) (3)	Organoleptiskais novērtējums Defekta mediāna (Md) (*)	Organoleptiskais novērtējums Augļainuma mediāna (Mf) (*)
1.	Neapstrādāta augstākā labuma olīveļļa	Σ FAME + FAEE ≤ 75 mg/kg vai 75 mg/kg < Σ FAME + FAEE ≤ 150 mg/kg un (FAEE/FAME) ≤ 1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 ja palmitīnskābes kop. saturs % ≤ 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
						≤ 1,0 ja palmitīnskābes kop. saturs % > 14 %							
2.	Neapstrādāta olīveļļa	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 ja palmitīnskābes kop. saturs % ≤ 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
						≤ 1,0 ja palmitīnskābes kop. saturs % > 14 %							
3.	Spīdīgā olīveļļa	—	> 2,0	—	≤ 300 (3)	≤ 0,9 ja palmitīnskābes kop. saturs % ≤ 14 %	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 (2)	—
						≤ 1,1 ja palmitīnskābes kop. saturs % > 14 %							
4.	Rafinēta olīveļļa	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9 ja palmitīnskābes kop. saturs % ≤ 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
						≤ 1,1 ja palmitīnskābes kop. saturs % > 14 %							
5.	Rafinētas un neapstrādātas olīveļļas maisījums	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9 ja palmitīnskābes kop. saturs % ≤ 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
						≤ 1,0 ja palmitīnskābes kop. saturs % > 14 %							
6.	Neattīrīta olīvu izspaidu eļļa	—	—	—	> 350 (4)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7.	Rafinēta olīvu izspaidu eļļa	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8.	Olīvu izspaidu eļļa	—	≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(1) Kapilārajā kolonnā atdalāmo (vai neatdalāmo) izomēru summa

(2) Vai ja defektu mediāna ir mazāka par vai vienāda ar 3,5 un augļainuma mediāna ir vienāda ar 0.

(3) Eļļas ar vaska saturu no 300mg/kg līdz 350 mg/kg uzskata par spīdīgo olīveļļu, ja kopējais alifātisko spirtu saturs ir mazāks par vai vienāds ar 350 mg/kg vai ja eritrodiola un uvaola saturs ir mazāks par vai vienāds ar 3,5%.

(4) Eļļas ar vaska saturu no 300mg/kg līdz 350 mg/kg uzskata par neapstrādātu olīvu izspaidu eļļu, ja kopējais alifātisko spirtu saturs ir lielāks par 350 mg/kg un ja eritrodiola un uvaola saturs ir lielāks par 3,5%.

(5) K 270 ja šķīdinātājs ir cikloheksāns, K 268 ja šķīdinātājs ir izooktāns."

II PIELIKUMS

"XVIII PIELIKUMS

FAKTISKĀ UN TEORĒTISKĀ TRIGLICERĪDU AR ECN 42 SATURA STARPĪBAS NOTEIKŠANA

1. PIEMĒROŠANAS JOMA

Absolūtās starpības noteikšana starp triacilglicerīdu (TAG) ar ekvivalento oglekļa atomu skaitu 42 eksperimentālajām vērtībām (ECN42_{HPLC}), kas iegūtas, nosakot tos eļļā ar augstas efektivitātes šķidruma hromatogrāfiju (HPLC), un TAG ar ekvivalento oglekļa atomu skaitu 42 teorētisko vērtību (ECN 42_{theoretical}), kas aprēķināta no taukskābju sastāva.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Standarts attiecas uz olīveļļām. Metodi izmanto augu sēkļu eļļu (ar augstu linolskābes saturu) piejaukumu nelielu daudzumu noteikšanai visu veidu olīveļļās.

3. PRINCIPS

Triacilglicerīdu ar ECN42 saturs, ko nosaka ar HPLC analīzi, un triacilglicerīdu ar ECN42 teorētiskais saturs (ko aprēķina pēc taukskābju sastāva noteikšanas rezultātiem ar gāzu šķidruma hromatogrāfiju (GLC)), noteiktās robežās atbilst tīrām olīveļļām. Starpība, kas ir lielāka par katram eļļas veidam pieņemto vērtību, liecina, ka eļļai ir sēkļu eļļu piemaisījumi.

4. METODE

Metode, lai aprēķinātu triacilglicerīdu ar ECN 42 teorētisko saturu un tā starpību ar HPCL datiem, būtībā ir ar citām metodēm iegūtu analītisko datu koordinēšana. Tai var izdalīt trīs posmus: taukskābju satura noteikšana ar kapilārās kolonnas gāzes hromatogrāfiju, triacilglicerīdu ar ECN42 teorētiskā sastāva aprēķināšana, ECN42 triacilglicerīdu noteikšana ar HPLC.

4.1. Iekārtas

4.1.1. 250 un 500 ml tilpuma apaļkolbas.

4.1.2. Vārglāzes, 100 ml.

4.1.3. Hromatogrāfijas kolonna no stikla ar 21 mm iekšējo diametru, 450 mm gara, ar krānu un normalizētu konusu (iekšējo) augšā.

4.1.4. Šķirpiltuves, tilpums 250 ml, ar konusu (ārējo) apakšā, kas piemērots pievienošanai kolonas augšā.

4.1.5. Stikla nūjiņa, garums 600 mm.

4.1.6. Stikla piltuve, diametrs 80 mm.

4.1.7. Mērkolbas, tilpums 50 ml.

4.1.8. Mērkolbas, tilpums 20 ml.

4.1.9. Rotācijas ietvaicētājs.

4.1.10. Augstas efektivitātes šķidruma hromatogrāfs ar kolonnas temperatūras regulēšanu.

4.1.11. Inžektori 10 µl ievadīšanai.

4.1.12. Detektors: diferenciālrefraktometriskais. Pilnas skalas jutībai jābūt vismaz 10^{-4} vienībām no laušanas koeficienta vērtības.

4.1.13. Kolonna: 250 mm gara nerūsējošā tērauda caurulīte ar iekšējo diametru 4,5 mm, 5 µm diametra silīcija dioksīda daļiņu pildījums ar 22 līdz 23 % oglekļa oktadecilsilāna veidā.

4.1.14. Datu apstrādes programmatūra.

4.1.15. Ampulas, aptuveni 2 ml tilpuma, ar blīvēm un skrūvējamiem vāciņiem ar teflona pārklājumu.

4.2. Reaģenti

Reaktīviem jābūt analītiskas tīrības pakāpes. Eluēšanai izmantojamajiem šķīdinātājiem jābūt attīrītiem no gāzēm, un tos var vairākkārt regenerēt, nepasliktinot atdalīšanas spēju.

- 4.2.1. Hromatogrāfijai paredzēts petrolejas ēteris ar viršanas temperatūru 40 līdz 60 °C vai heksāns.
- 4.2.2. Etilēteris, peroksīdus nesaturošs, svaigi destilēts.
- 4.2.3. Eluēšanas šķīdinātājs eļļas attīrīšanai kolonnas hromatogrāfijā: petrolejas ētera/etilētera maisījums 87/13 (v/v).
- 4.2.4. Silikagels, 70-230 mesh, tips Merck 7734, ar ūdens saturu, kas standartizēts pie 5 % (masas).
- 4.2.5. Stikla vate.
- 4.2.6. Acetons HPLC vajadzībām.
- 4.2.7. Acetonitrils vai propionitrils HPLC vajadzībām.
- 4.2.8. HPLC eluēšanas šķīdinātājs: acetonitrils + acetons (attiecība ir jākorrigē atkarībā no vēlamās sadalīšanas; sākt ar 50:50 maisījumu) vai propionitrils.
- 4.2.9. Solubilizācijas šķīdinātājs: acetons.
- 4.2.10. Standarttriglicerīdi: var izmantot pārdošanā esošos triglicerīdus (tripalmitīnu, trioleīnu u. c.) un diagrammās atlikt to aizturlaikus saskaņā ar ekvivalento oglekļa atomu skaitu, vai arī standarthromatogrammu iegūt no sojas eļļas maisījuma ar tīru olīveļļu attiecībā 30:70 (sk. 1. un 2. piezīmi un 1.–4. attēlu).
- 4.2.11. Cietās fāzes ekstrakcijas kolonna ar silīcija fāzi 1 g, 6 ml.

4.3. Paraugu sagatavošana

Tā kā vairāku traucējošu vielu klātbūtnē var iegūt kļūdaini pozitīvus rezultātus, paraugs noteikti jāattīra saskaņā ar IUPAC metodi 2.507, ko izmanto polāro savienojumu noteikšanai cepšanas taukos.

4.3.1. Hromatogrāfijas kolonnas sagatavošana

Kolonnā (4.1.3.) iepilda apm. 30 ml eluēšanas šķīdinātāja (4.2.3.), tad kolonnā ievieto nedaudz stikla vates (4.2.5.), kuru ar stikla nūjiņu (4.1.5.) aizbīda līdz kolonnas apakšai.

100 ml tilpuma vārglāzē suspendē 25 g silikagela (4.2.4.) 80 ml eluēšanas maisījuma (4.2.3.), to pārnes kolonnā, izmantojot stikla piltuvi (4.1.6.).

Lai kolonnā pārnestu visu silikagelu, vārglāzi skalo ar eluēšanas maisījumu un kolonnā pārnes arī skalojumu porcijas.

Atver krānu un eluē šķīdinātāju no kolonnas, līdz tā līmenis ir apmēram 1 cm virs silikagela.

4.3.2. Kolonnas hromatogrāfija

Ar precizitāti 0,001 g ņem, ja vajadzīgs, iepriekš filtrētas, homogenizētas un atūdeņotas eļļas $2,5 \pm 0,1$ g iesvaru 50 ml tilpuma mērkolbā (4.1.7.).

Izšķīdina to aptuveni 20 ml eluēšanas šķīduma (4.2.3.). Vajadzības gadījumā to nedaudz uzsilda, lai atvieglotu izšķīšanu. Atdzesē istabas temperatūrā un ar eluēšanas šķīdinātāju uzpilda līdz vajadzīgajam tilpumam.

Kolonnā, kas sagatavota saskaņā ar 4.3.1., ar mērpipeti pārnes 20 ml šķīduma, atver krānu un eluē šķīdinātāju līdz silikagela slāņa līmenim.

Tad eluē ar 150 ml eluēšanas šķīdinātāja (4.2.3.) ar ātrumu apmēram 2 ml/min (150 ml caur kolonnu iziet apmēram 60 līdz 70 min).

Eluātu savāc 250 ml tilpuma apaļkolbā (4.1.1.), kas ir tarēta krāsnī un precīzi nosvērta. Pie pazemināta spiediena rotācijas ietvaicētājā (4.1.9.) ietvaicē šķīdinātāju un nosver atlikumu, ko izmantos HPLC analīzei lietojamā šķīduma pagatavošanai un metilestera iegūšanai.

Parauga atgūstamībai no kolonnas jābūt vismaz 90 % neapstrādātai augstākā labuma olīveļļai, neapstrādātai olīveļļai, parastajai olīveļļai un rafinētai olīveļļai, un vismaz 80 % spīdīgajai olīveļļai un olīvu izspaidu eļļai.

4.3.3. *Attīrīšana cietās fāzes ekstrakcijai*

Silīcija SPE kolonnu aktivē, tai laižot cauri 6 ml heksāna (4.2.3.) vakuumā, nepieļaujot izžūšanu.

Ar precizitāti līdz 0,001 g 2 ml ampulā (4.1.15.) iesver 0,12 g un izšķīdina ar 0,5 ml heksāna (4.2.3.).

SPE kolonnā iepilda šķīdumu un pēc tam eluē ar 10 ml heksāna/dietilētera (87:13, v/v) (4.2.3.) maisījumu vakuumā.

Savāktu daļu rotora ietvaicētājā (4.1.9.) istabas temperatūrā pie pazemināta spiediena ietvaicē sausu. Atlikumu izšķīdina 2 ml acetona (4.2.6.) triacilglicerīdu (TAG) analīzei.

4.4. **HPLC analīze**4.4.1. *Parauga sagatavošana hromatogrāfiskai analīzei*

Analizējamā parauga 5 % šķīduma pagatavošanai ņem $0,5 \pm 0,001$ g parauga iesvara 10 ml mērkolbā un uzpilda līdz 10 ml ar solubilizācijas šķīdinātāju (4.2.9.).

4.4.2. *Procedūra*

Sagatavo darbam hromatogrāfijas sistēmu. Lai iztīrītu visu sistēmu, sūknē eluēšanas šķīdinātāju (4.2.8.) ar ātrumu 1,5 ml/min. Pagaida, līdz iegūst stabilu bāzes līniju.

Ievada 10 µl parauga, kas sagatavots, kā noteikts 4.3. punktā.

4.4.3. *Rezultātu aprēķināšana un izteikšana*

Izmanto laukumu normalizācijas metodi, t. i., pieņem, ka dažādiem TAG ar ECN no 42 līdz 52 atbilstošo smaiļu laukumu summa ir vienāda ar 100 %.

Katra triglicerīda relatīvos procentus aprēķina, izmantojot formulu:

% triglicerīda = $\text{smailis laukums} \times 100 / \text{smailu laukumu summa}$.

Rezultātus norāda ar vismaz divām zīmēm aiz komata.

Sk. 1.–4. piezīmi.

4.5. **Triacilglicerīdu sastāva (mol %) aprēķināšana no taukskābju sastāva datiem (lauk. %)**4.5.1. *Taukskābju sastāva noteikšana*

Taukskābju sastāvu nosaka ar kapilāro kolonnu saskaņā ar ISO 5508. Metilesterus sagatavo saskaņā ar COI/T.20/Doc. No 24.

4.5.2. *Taukskābes aprēķiniem*

Glicerīdus grupē pēc to ekvivalentā oglekļa atomu skaita (ECN), ņemot vērā turpmāk norādīto ECN un taukskābju ekvivalenci. Ņem vērā tikai taukskābes ar 16 un 18 oglekļa atomiem molekulā, jo attiecībā uz olīveļļu tikai tās ir svarīgas. Taukskābes normalizē līdz 100 %.

Taukskābe (FA)	Saīsinājums	Molekulmasa (MW)	ECN
Palmitīnskābe	P	256,4	16
Palmitoleīnskābe	Po	254,4	14
Stearīnskābe	S	284,5	18
Oleīnskābe	O	282,5	16
Linolskābe	L	280,4	14
Linolēnskābe	Ln	278,4	12

4.5.3. *Lauk. % pārvēršana molos visām taukskābēm (1)*

$$\text{mol P} = \frac{\text{lauk. \% P}}{\text{MW P}}$$

$$\text{mol S} = \frac{\text{lauk. \% S}}{\text{MW S}}$$

$$\text{mol Po} = \frac{\text{lauk. \% Po}}{\text{MW Po}}$$

$$\text{mol O} = \frac{\text{lauk. \% O}}{\text{MW O}}$$

$$\text{mol L} = \frac{\text{lauk. \% L}}{\text{MW L}}$$

$$\text{mol Ln} = \frac{\text{lauk. \% Ln}}{\text{MW Ln}}$$

4.5.4. *Taukskābju molu normalizācija pie 100 % (2)*

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

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

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

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

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

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

Rezultāts ir katras taukskābes daļa mol % visās (1, 2, 3-) TAG pozīcijās.

Pēc tam aprēķina piesātināto taukskābju P un S (SFA) summu un nepiesātinātās taukskābes Po, O, L un Ln (UFA) (3):

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

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

4.5.5. *Taukskābju sastāva aprēķināšana TAG 2- un 1, 3 - pozīcijā*

Taukskābes iedalāmas trijos šādos veidos: vienā 2- pozīcijā un divās identiskās 1- un 3- pozīcijās, ar atšķirīgiem koeficientiem piesātinātajām (P un S) un nepiesātinātajām skābēm (Po, O, L un Ln).

4.5.5.1. *Piesātinātās taukskābes 2- pozīcijā [P(2) un S(2)] (4):*

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

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

4.5.5.2. *Nepiesātinātās taukskābes 2- pozīcijā [Po(2), O(2), L(2) un Ln(2)] (5):*

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

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

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

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

4.5.5.3. *Taukskābes 1,3- pozīcijā [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) un Ln(1,3)] (6):*

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

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

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

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

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

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

4.5.6. Triacilglicerīdu aprēķināšana

4.5.6.1. TAG ar vienu taukskābi (AAA, šeit LLL, PoPoPo) (7)

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

4.5.6.2. TAG ar divām taukskābēm (AAB, šeit PoPoL, PoLL) (8)

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

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

4.5.6.3. TAG ar trijām dažādām taukskābēm (ABC, šeit OLLn, PLLn, PoOLn, PPOln) (9)

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

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

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

4.5.6.4. Triacilglicerīdi ar ECN42

Aprēķina triacilglicerīdus ar ECN42 pēc vienādojumiem 7, 8 un 9 un norāda sagaidāmās HPLC eluēšanās secībā (parasti tikai trīs smailes).

LLL

PoLL un LPOl vietas izomērs

OLLn un OLnL un LnOL vietas izomēri

PoPoL un PoLPo vietas izomērs

PoOLn un OPOln un OLnPo vietas izomēri

PLLn un LLnP un LnPL vietas izomēri

PoPoPo

SLnLn un LnSLn vietas izomērs

PPoLn un PLnP un PoPLn vietas izomēri

Triacilglicerīdi ar ECN42 ir deviņu triacilglicerīdu, ieskaitot to vietas izomērus, summa. Rezultātus norāda ar vismaz divām zīmēm aiz komata.

5. REZULTĀTU VĒRTĒŠANA

Salīdzina aprēķināto teorētisko saturu ar HPLC analīzē noteikto saturu. Ja ar HPLC noteikto un teorētiski aprēķināto rezultātu absolūtā starpība ir lielāka par attiecīgajai eļļas kategorijai standartā norādīto vērtību, paraugs satur sēklu eļļu.

Rezultātu norāda ar divām zīmēm aiz komata.

6. PIEMĒRS (SKAITĻI NORĀDA ATTIECĪGĀS IEDAĻAS METODES APRAKSTĀ)

— 4.5.1. Taukskābju mol % aprēķināšana no GLC datiem (normalizētais lauk. %)

Ar GLC iegūti šādi dati par taukskābju sastāvu:

FA	P	S	Po	O	L	Ln
MW	256,4	284,5	254,4	282,5	280,4	278,4
Lauk. %	10,0	3,0	1,0	75,0	10,0	1,0

— 4.5.3 Lauk. % pārvēršana molos visām taukskābēm (sk. 1. formulu)

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

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

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

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

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

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

$$\text{Kopā} = 0,35821 \text{ mol TAGs}$$

— 4.5.4 Taukskābju molu normalizācija pie 100 % (sk. 2. formulu)

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

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

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

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

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

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

$$\text{Kopā mol \%} = 100 \%$$

Piesātināto un nepiesātināto taukskābju summa TAG 1, 2, 3- pozīcijā (sk. 3. formulu)

$$\text{mol \% SFA} = 10,887 \% + 2,942 \% = \mathbf{13,829 \%}$$

$$\text{mol \% UFA} = 100,000 \% - 13,829 \% = \mathbf{86,171 \%}$$

— 4.5.5 *Taukskābju sastāva aprēķināšana TAG 2- un 1,3- stāvoklī*— 4.5.5.1 *Piesātinātās taukskābes 2- pozīcijā [P(2) un S(2)] (sk. 4. formulu)*

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

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

— 4.5.5.2 *Nepiesātinātās taukskābes 2- pozīcijā [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) un Ln(1,3)] (sk. 5. formulu)*

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

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

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

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

— 4.5.5.3 *Taukskābes 1,3- pozīcijā [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) un Ln(1,3)] (sk. 6. formulu)*

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

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

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

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

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

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

— 4.5.6. *Triacilglicerīdu aprēķināšana*

No aprēķinātā taukskābju sastāva -2- un -1,3- pozīcijā:

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

aprēķina šādus triacilglicerīdus:

LLL

PoPoPo

PoLL ar 1 vietas izomēru

SLnLn ar 1 vietas izomēru

PoPoL ar 1 vietas izomēru

PPoLn ar 2 vietas izomēriem

OLLn ar 2 vietas izomēriem

PLLn ar 2 vietas izomēriem

PoOLn ar 2 vietas izomēriem

— 4.5.6.1. TAG ar vienu taukskābi (LLL, PoPoPo), (sk. 7. formulu)

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

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

— 4.5.6.2 TAG ar divām taukskābēm (PoLL, SLnLn, PoPoL) (sk. 8. formulu)

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

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

0,03210 mol PoLL

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

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

0,00094 mol SLnLn

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

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

0,00354 mol PoPoL

— 4.5.6.3 TAG ar trijām dažādām taukskābēm (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn), (sk. 9. formulu)

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

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

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

0,00761 mol PPoLn

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

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

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

0,43655 mol OLLn

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

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

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

0,06907 mol PLLn

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

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

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

0,04812 mol PoOLn

ECN42 = 0,69512 mol TAGs

1. *piezīme.* Eluēšanas secību var noteikt, aprēķinot ekvivalentos oglekļa atomu skaitus, ko bieži apraksta sakarība $ECN = CN - 2n$, kur CN ir oglekļa atomu skaits un n ir divkāršo saišu skaits; to var aprēķināt daudz precīzāk, ja ņem vērā divkāršās saites izcelsmi. Ja n_o , n_l un n_{ln} ir divkāršo saišu skaits, kas attiecīgi attiecināms uz oleīnskābi, linolskābi un linolēnskābi, ekvivalento oglekļa atomu skaitu var aprēķināt, izmantojot formulu:

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

kur koeficientus d_o , d_l un d_{ln} var aprēķināt, izmantojot standarttriglicerīdus. Šai metodei noteiktajos apstākļos iegūtā sakarība būs ļoti tuva šādai:

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

2. *piezīme.* Ar vairākiem standarttriglicerīdiem ir iespējams arī aprēķināt izšķirtspēju attiecībā uz trioleīnu:

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

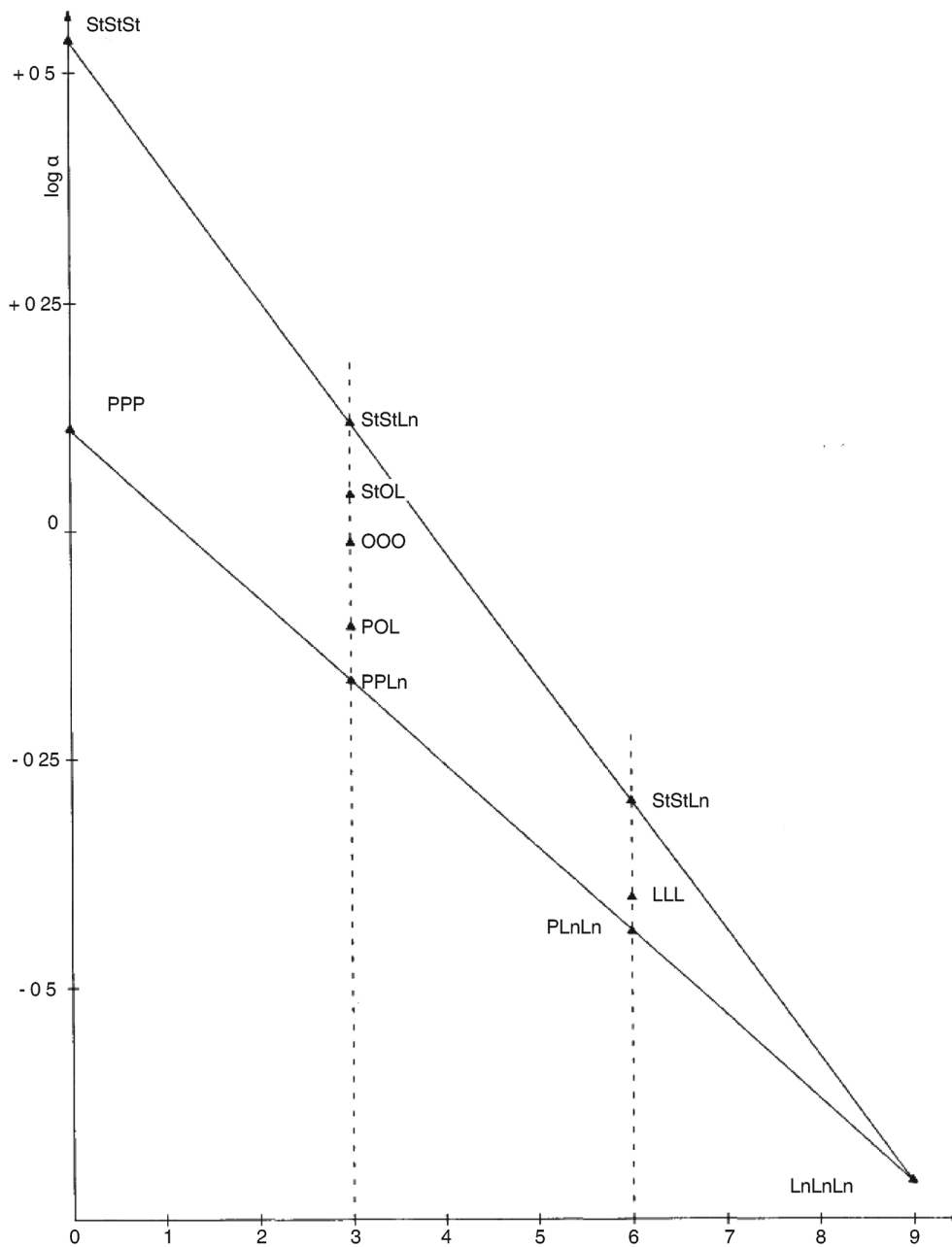
izmantojot samazināto aizturlaiku $RT^1 = RT - RT \text{ šķīd}$.

Izmantojot log α diagrammu attiecībā pret f (divkāršo saišu skaitu), var noteikt aizturlaikus visiem to taukskābju triglicerīdiem, kuras satur standarttriglicerīdus – sk. 1. zīmējumu.

3. *piezīme.* Kolonnas efektivitātei jābūt tādai, lai varētu skaidri nošķirt trilinoleīna smaile no to triglicerīdu smailēm, kuriem ir tuvi aizturlaiki. Eluēšanu izdara līdz ECN52 smailei.

4. *piezīme.* Visu vajadzīgo smaiļu laukumu noteikšanas pareizība ir nodrošināta, ja otrā smaile, kas atbilst ECN50, ir 50 % no reģistrācijas iekārtas pilnas skalas.

1. attēls

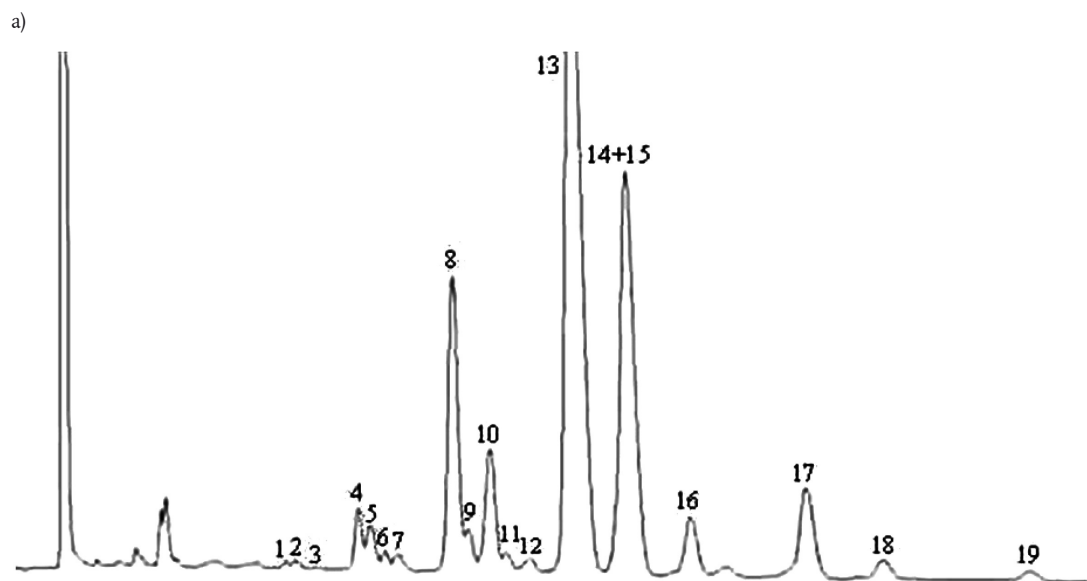
Diagramma log α pret f (divkāršo saišu skaits)

Divkāršo saišu skaits

La: laurīnskābe; My: miristīnskābe; P: palmitīnskābe; S: stearīnskābe; O: oleīnskābe; L: linolskābe; Ln: linolēnskābe.

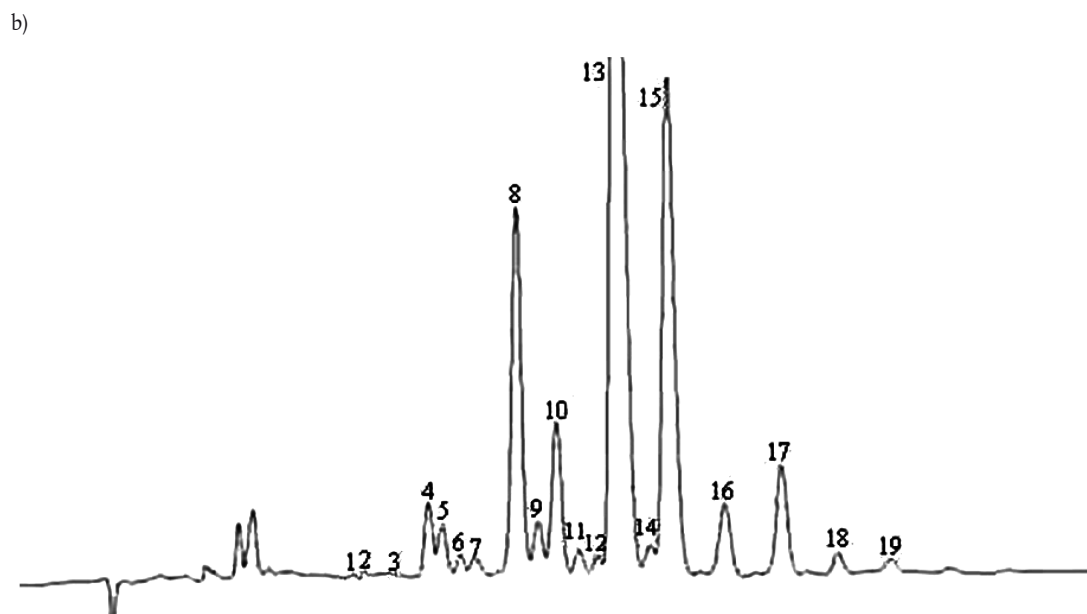
2. attēls

Olīveļļa ar zemu linolskābes saturu



Šķīdinātājs: acetons/acetonitrils.

PROFILS a: Hromatogrāfisko smaiļu galvenie komponenti: **ECN42**: (1) LLL + PoLL; (2) OLLn + PoOLn; (3) PLLn; **ECN44**: (4) OLL + PoOL; (5) OOLn + PLL; (6) POLn + PPoPo; (7) OOL + PoOO; **ECN46**: (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **ECN48**: (13) OOO + PoPP; (14 + 15) SOL + POO; (16) POP; **ECN50**: (17) SOO; (18) POS + SLS.



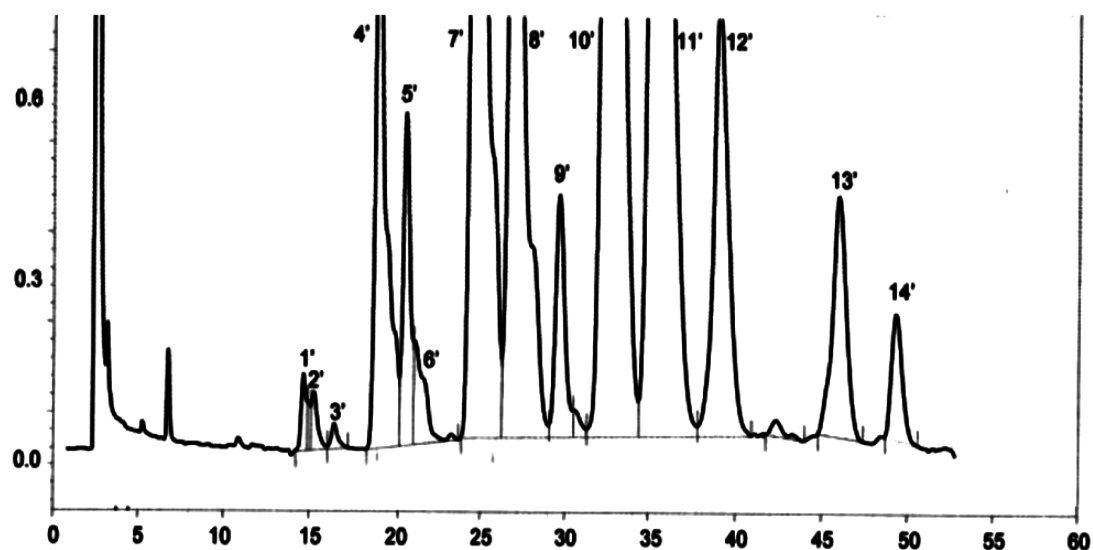
Šķīdinātājs: propionitrils.

PROFILS b: Hromatogrāfisko smaiļu galvenie komponenti: **ECN42**: (1) LLL; (2) OLLn + PoLL; (3) PLLn; **ECN44**: (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPoPo + PPoL; **ECN46**: (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **ECN48**: (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **ECN50**: (17) SOO; (18) POS + SLS.

3. attēls

Oliveļļa ar augstu linolskābes saturu

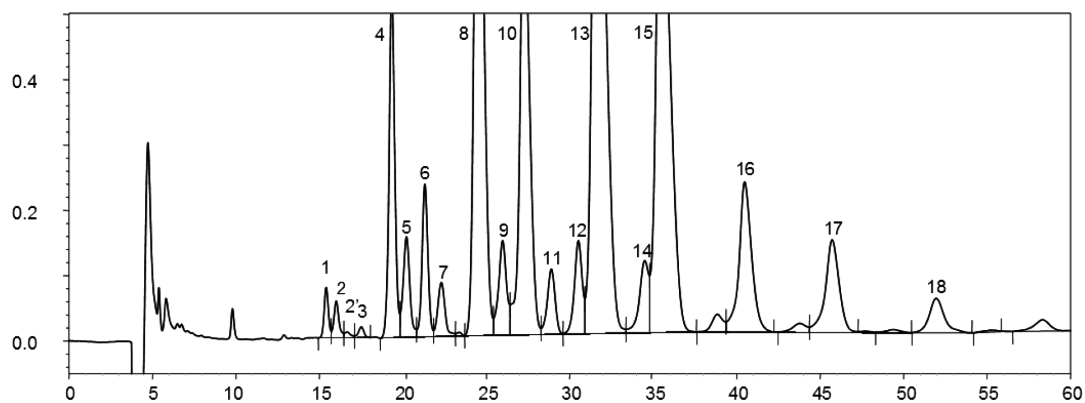
a)



Šķīdinātājs: acetons/acetonitrils (50:50).

Profils a: Hromatogrāfisko smaiļu galvenie komponenti: ECN42: (1') LLL + PoLL; (2') OLLn + PoOLn; (3') PLLn; ECN44: (4') OLL + PoOL; (5') OOLn + PLL; (6') POLn + PPoPo; ECN46: (7') OOL + PoOO; (8') PLO + SLL + PoOP; (9') PLP + PoPP; ECN48: (10') OOO; (11') POO + SLL + PPoO; (12') POP + PLS; ECN50: (13') SOO; (14') POS + SLS

b)



Šķīdinātājs: propionitrils.

Profils b: Hromatogrāfisko smaiļu galvenie komponenti: ECN42: (1) LLL; (2 + 2') OLLn + PoLL; (3) PLLn; ECN44: (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PPoPo; (7) POLn + PPoPo + PPoL; ECN46: (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; ECN48: (12) PLP; (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; ECN50: (17) SOO; (18) POS + SLS; ECN52: (19) AOO."

Saskaņā ar 8. panta 2. punktu veikto olīveļļas atbilstības pārbažu rezultāti

				Marķējums						Ķīmiskie parametri			Organoleptiskās īpašības ⁽⁴⁾			Galīgais secinājums	
Paraugs	Kategorija	Izcelsmes valsts	Pārbaudes vieta ⁽¹⁾	Juridiskais nosaukums	Izcelsmes vietas apzīmējums	Glabāšanas apstākļi	Kļūdaina informācija	Salasāmība	Atb./Neatb. ⁽³⁾	Parametri ārpus robežām J/N	Ja jā, norāda, kāds(-i) ⁽²⁾	Atb./Neatb. ⁽³⁾	Defektu mediāna	Augļai- numa mediāna	Atb./Neatb. ⁽³⁾	Vajadzīgā rīcība	Sankcija

⁽¹⁾ Iekšējais tirgus (spiestuve, iepildīšana, mazumtirdzniecība), eksports, imports.⁽²⁾ Katru I pielikumā norādīto olīveļļas īpašību apzīmē ar kodu.⁽³⁾ Atbilst/neatbilst.⁽⁴⁾ Nav jānorāda olīveļļai un olīvu izspaidu eļļai."