

KOMISIJAS ĪSTENOŠANAS REGULA (ES) Nr. 1348/2013

(2013. gada 16. decembris),

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) un h) punktu saistībā ar tās 4. pantu,

tā kā:

(1) Komisijas Regulā (EEK) Nr. 2568/91 ⁽²⁾ ir noteiktas olīveļļas un olīvu izspaidu eļļas ķīmiskās un organoleptiskās īpašības, kā arī šo īpašību novērtēšanas metodes. Šīs metodes un eļļu īpašību robežvērtības būtu jāatjaunina, pamatojoties uz ķīmijas ekspertu viedokli un ievērojot Starptautiskās Olīvu padomes (IOC) paveikto.

(2) Lai nodrošinātu to, ka Savienības līmenī tiek īeviesti jaunākie starptautiskie standarti, ko noteikusi IOC, būtu jāatjaunina dažas analīzes metodes, kā arī dažas eļļu īpašību robežvērtības, kas noteiktas Regulā (EEK) Nr. 2568/91.

(3) Tādēļ būtu jāpielāgo stigmastadiēnu, vasku, miristīnskābes un taukskābju alkilesteru robežvērtības un attiecīgi jāgroza dažas lēmumu pieņemšanas shēmas, ko izmanto, lai pārbaudītu, vai olīveļļas paraugs atbilst deklarētajai kategorijai. Lai sekmētu tirdzniecību un patērētāju aizsardzības interesēs garantētu olīveļļas autentiskumu, būtu jāievieš kampesterīna un delta-7-stigmastenola lēmumu pieņemšanas shēmas, papildinot tās ar ierobežojošākiem parametriem. Analīzes metode, kas attiecas uz sterīnu sastāvu un saturu un eritrodiola un uvaola noteikšanu, būtu jāaizstāj ar uzticamāku metodi, kas ietver arī triterpēndiolus. Būtu lietderīgi pārskatīt arī olīveļļas organoleptisko novērtējumu un ietvert metodi, kas ļautu olīveļļās noteikt citas augu eļļas.

(4) Ņemot vērā pārmaiņas saistībā ar eļļu atbilstības pārbaūžu procedūram, būtu attiecīgi jāpielāgo olīveļļas un olīvu izspaidu eļļas paraugu ņemšanas metode.

(5) Tādēļ būtu attiecīgi jāgroza Regula (EEK) Nr. 2568/91.

⁽¹⁾ OV L 299, 16.11.2007., 1. lpp.

⁽²⁾ Komisijas 1991. gada 11. jūlija Regula (EEK) Nr. 2568/91 par olīveļļas un olīvu izspaidu eļļas īpašībām un attiecīgajām analīzes metodēm (OV L 248, 5.9.1991., 1. lpp.).

(6) Lai nodrošinātu laiku, kas vajadzīgs, lai pielāgotos jaunajiem noteikumiem, un laiku šo noteikumu piemērošanai vajadzīgo pasākumu ieviešanai un nepieļautu komercdarījumu traucējumus, ar šo regulu izdarītie grozījumi būtu jāpiemēro no 2014. gada 1. marta. Iepriekš minēto iemeslu dēļ būtu jāparedz noteikums, kas atļauj līdz krājumu pilnīgai izmantošanai tirgot Savienībā likumīgi ražotu un marķētu vai Savienībā likumīgi importētu olīveļļu un olīvu izspaidu eļļu, kura laista brīvā apgrozībā pirms minētā datuma.

(7) Šajā regulā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Lauksaimniecības tirgu kopīgās organizācijas pārvaldības komitejas atzinumu,

IR PIENĒMUSI ŠO REGULU.

1. pants

Regulu (EEK) Nr. 2568/91 groza šādi:

(1) regulas 2. pantu aizstāj ar šādu:

"2. pants

1. Eļļas īpašības, kas paredzētas I pielikumā, nosaka saskaņā ar šādām analīzes metodēm:

- a) brīvās taukskābes, ko izsaka oleīnskābes procentos, nosaka ar II pielikumā izklāstīto metodi;
- b) peroksīda skaitli nosaka ar III pielikumā izklāstīto metodi;
- c) vaska saturu nosaka ar IV pielikumā izklāstīto metodi;
- d) sterīnu un triterpēndiolu sastāvu un saturu nosaka ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfiju saskaņā ar V pielikumā izklāstīto metodi;
- e) 2-glicerilmonopalmitāta saturu nosaka ar VII pielikumā izklāstīto metodi;
- f) spektrofotometriskajai analīzei izmanto IX pielikumā izklāstīto metodi;
- g) taukskābju sastāvu nosaka ar XA un XB pielikumā izklāstīto metodi;
- h) gaistošos halogenētos šķīdinātājus nosaka ar XI pielikumā izklāstīto metodi;

- i) neapstrādātas olīveļļas organoleptisko īpašību novērtēšanai izmanto XII pielikumā izklāstīto metodi;
- j) stigmastadiēnus nosaka ar XVII pielikumā izklāstīto metodi;
- k) triglicerīdu sastāva noteikšanai ar ECN42 izmanto XVIII pielikumā izklāstīto metodi;
- l) alifātisko spirtu saturu nosaka ar XIX pielikumā izklāstīto metodi;
- m) vasku, taukskābju metilesteru un taukskābju etilesteru saturu nosaka ar XX pielikumā izklāstīto metodi.

Lai noteiktu citu augu eļļu klātbūtni olīveļļā, izmanto XXa pielikumā izklāstīto analīzes metodi.

2. Valstu iestāžu vai to pārstāvju pārbaudes attiecībā uz neapstrādātu eļļu organoleptiskajām īpašībām īsteno dalībvalstu apstiprinātas degustētāju žūrijas.

Pirmajā daļā minētās eļļas organoleptiskās īpašības atzīst par atbilstīgām deklarētajai kategorijai, ja dalībvalsts apstiprinātā žūrija apliecina eļļas šķiru.

Ja žūrija deklarēto kategoriju attiecībā uz organoleptiskajām īpašībām neaplicina, pēc ieinteresētās personas pieprasījuma valsts iestādes vai to pārstāvji nekavējoties veic divus kontrolnovērtējumus, ko īsteno citas apstiprinātas žūrijas, un vismaz vienu kontrolnovērtējumu, kuru īsteno attiecīgās ražotājas dalībvalsts apstiprinātā žūrija. Attiecīgās īpašības atzīst par atbilstīgām deklarētajām īpašībām, ja vismaz divi kontrolnovērtējumi apstiprina deklarēto šķiru. Ja tas tā nav, ieinteresētā persona sedz kontrolnovērtējumu izmaksas.

3. Kad valstu iestādes vai to pārstāvji pārbauda eļļas īpašības atbilstīgi 1. punktam, paraugus ņem saskaņā ar starptautisko standartu EN ISO 661 par paraugu sagatavošanu analīzēm un EN ISO 5555 par paraugu ņemšanu. Tomēr neatkarīgi no standarta EN ISO 5555 6.8. punkta, ja šādas eļļu partijas ir tiešajā iepakojumā, paraugu ņem saskaņā ar šīs regulas Ia pielikumu. Nefasētas eļļas gadījumā, kad paraugus nevar ņemt saskaņā ar EN ISO 5555, tos ņem saskaņā ar dalībvalsts kompetentās iestādes norādījumiem.

Neskarot standartu EN ISO 5555 un standarta EN ISO 661 6. nodaļu, noņemtos paraugus pēc iespējas ātrāk novieto

tumšā vietā, nepieļaujot spēcīgu karstuma avotu iedarbību, un nosūta uz laboratoriju analīzes veikšanai ne vēlāk kā piektajā darbdiēnā pēc to noņemšanas, pretējā gadījumā paraugus glabā tā, lai nepazeminātos to kvalitāte vai lai tie netiktu sabojāti transportēšanas vai glabāšanas laikā pirms nosūtīšanas uz laboratoriju.

4. Lai veiktu 3. punktā paredzētās pārbaudes, II, III, IX, XII un XX pielikumā minētās analīzes un, attiecīgā gadījumā, visas kontrolanalīzes, kas nepieciešamas saskaņā ar valsts tiesību aktiem, iepakotu produktu gadījumā veic pirms minimālā derīguma termiņa beigām. Ja paraugus ņem no nefasētas eļļas, šīs analīzes veic ne vēlāk kā sestajā mēnesī pēc mēneša, kurā ņemts paraugs.

Citām šajā regulām paredzētajām analīzēm laika ierobežojumu nepiemēro.

Ja analīžu rezultāti neatbilst olīveļļas vai olīvu izspaidu eļļas deklarētās kategorijas īpašībām, attiecīgajai personai paziņo ne vēlāk kā vienu mēnesi pirms pirmajā daļā noteiktā perioda beigām, ja vien paraugs netika ņemts mazāk nekā divus mēnešus pirms minimālā derīguma termiņa.

5. Lai noteiktu olīveļļu īpašības ar 1. punkta pirmajā daļā paredzētajām metodēm, analīžu rezultātus tieši salīdzina ar šajā regulā noteiktajām robežvērtībām.”;

- (2) I pielikumu aizstāj ar šīs regulas I pielikuma tekstu;
- (3) Ia pielikumu aizstāj ar šīs regulas II pielikuma tekstu;
- (4) Ib pielikumu aizstāj ar šīs regulas III pielikuma tekstu;
- (5) V pielikumu aizstāj ar šīs regulas IV pielikuma tekstu;
- (6) VI pielikumu svītro;
- (7) XII pielikumu aizstāj ar šīs regulas V pielikuma tekstu;
- (8) XXa pielikumu, kura teksts ir izklāstīts šīs regulas VI pielikumā, iekļauj aiz XX pielikuma.

2. pants

Savienībā likumīgi ražotus un marķētus vai Savienībā likumīgi importētus produktus, kas laisti brīvā apgrozībā pirms 2014. gada 1. marta, drīkst tirgot, līdz ir izmantoti visi krājumi.

3. pants

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

To piemēro no 2014. gada 1. marta.

Šī regula uzliek saistības kopumā un ir tieši piemērojama visās dalībvalstīs.

Briselē, 2013. gada 16. decembrī

Komisijas vārdā –
priekšsēdētājs
José Manuel BARROSO

I PIELIKUMS

"I PIELIKUMS

OLĪVEĻAS ĪPAŠĪBAS

Kategorija	Taukskābju etilsteri (FAEE) mg/kg (*)	Skābums (%) (*)	Peroksīda skaitlis mEq O ₂ /kg (*)	Vaski mg/kg (**)	2-glicerilmonopalmīta (%)	Stigmastadiēni mg/kg (†)	Starpība: ECN42 (HPLC) un ECN42 (†) (teorētiskais aprēķins)	K ₂₃₂ (*)	K ₂₆₈ vai K ₂₇₀ (*)	Delta-K (*)	Organoleptiskais novērtējums Defekta mediāna (Md) (*)	Organoleptiskais novērtējums Augļainuma mediāna (Mf) (*)
1. Neapstrādāta augstākā labuma olīveļļa	FAEE ≤ 40 (2013.–2014. ražas gads) (3) FAEE ≤ 35 (2014.–2015. ražas gads) FAEE ≤ 30 (pēc 2015. ražas gada)	≤ 0,8	≤ 20	C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ ≤ 150	≤ 0,9 ja palmīnskābes kop. saturs % ≤ 14 %	≤ 0,05	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
					≤ 1,0 ja palmīnskābes kop. saturs % > 14 %							
2. Neapstrādāta olīveļļa	—	≤ 2,0	≤ 20	C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ ≤ 150	≤ 0,9 ja palmīnskābes kop. saturs % ≤ 14 %	≤ 0,05	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
					≤ 1,0 ja palmīnskābes kop. saturs % > 14 %							
3. Spīdīgā olīveļļa	—	> 2,0	—	C ₄₀ + C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ ≤ 300 (4)	≤ 0,9 ja palmīnskābes kop. saturs % ≤ 14 %	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 (5)	—
					≤ 1,1 ja palmīnskābes kop. saturs % > 14 %							
4. Rafinēta olīveļļa	—	≤ 0,3	≤ 5	C ₄₀ + C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ ≤ 350	≤ 0,9 ja palmīnskābes kop. saturs % ≤ 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
					≤ 1,1 ja palmīnskābes kop. saturs % > 14 %							

Kategorija	Taukskābju etilsteri (FAEE) mg/kg (*)	Skābums (%) (*)	Peroksīda skaits mEq O ₂ /kg (*)	Vaski mg/kg (**)	2-glicerilmonopalmitāts (%)	Stigmastadiēni mg/kg (1)	Starpība: ECN42 (HPLC) un ECN42 (2) (teorētiskais aprēķins)	K ₂₃₂ (*)	K ₂₆₈ vai K ₂₇₀ (*)	Delta-K (*)	Organoleptiskais novērtējums Defekta mediāna (Md) (*)	Organoleptiskais novērtējums Augļainuma mediāna (Mf) (*)
5. Rafinētas un neapstrādātas olīveļļas maisījums	—	≤ 1,0	≤ 15	C ₄₀ + C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ ≤ 350	≤ 0,9 ja palmīnskābes kop. saturs % ≤ 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
					≤ 1,0 ja palmīnskābes kop. saturs % > 14 %							
6. Neattīrīta olīvu izspaidu eļļa	—	—	—	C ₄₀ + C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ > 350 (6)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7. Rafinēta olīvu izspaidu eļļa	—	≤ 0,3	≤ 5	C ₄₀ + C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ > 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8. Olīvu izspaidu eļļa	—	≤ 1,0	≤ 15	C ₄₀ + C ₄₂ + C ₄₄ + C ₄₆ > 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(1) Koplārajā kolonnā atdalāmo (vai neatdalāmo) izomēru summa.

(2) Olīveļļai ir jāatbilst XXa pielikumā izklāstītajai metodei.

(3) Šis limits attiecas uz olīveļļām, kas ražotas, sākot no 2014. gada 1. marta.

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

(5) Vai ja defekta mediāna ir lielāka par 3,5, vai arī defekta mediāna ir mazāka par vai vienāda ar 3,5 un augļainuma mediāna ir 0.

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

Kategorija	Taukskābju sastāvs (1)						Kopā transoleīnskābes izomēri (%)	Kopā translinolēnskābes un translinolēnskābes izomēri (%)	Sterīnu sastāvs						Kopā sterīni (mg/kg)	Eritrodiols un uvaols (%) (**)
	Miristīnskābe (%)	Linolēnskābe (%)	Arahīnskābe (%)	Eikozānskābe (%)	Behēnskābe (%)	Lignoceirīnskābe (%)			Holesterīns (%)	Brasikasterīns (%)	Kampestērīns (2) (%)	Stigmastērīns (%)	Nosac. betasitosterīns (3) (%)	Delta-7-stigmastērīns (2) (%)		
1. Neapstrādāta augstākā labuma olīveļļa	≤ 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. Neapstrādāta olīveļļa	≤ 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. Spīdīgā olīveļļa	≤ 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. Rafinēta olīveļļa	≤ 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

Kategorija	Taukskābju sastāvs ⁽¹⁾						Kopā transoleīnskābes izomēri (%)	Kopā translinolēnskābes izomēri (%)	Sterīnu sastāvs						Kopā sterīni (mg/kg)	Eritrodiols un uvaols (%) ^(**)
	Miristīnskābe (%)	Linolēnskābe (%)	Arahīnskābe (%)	Eikozānskābe (%)	Behēnskābe (%)	Lignoceīnskābe (%)			Holesterīns (%)	Brasikasterīns (%)	Kampestēterīns ⁽²⁾ (%)	Stigmastēterīns (%)	Nosac. betasitosterīns (%) ⁽³⁾	Delta-7-stigmastēnols ⁽²⁾ (%)		
5. Rafinētas un neapstrādātas olīveļļas maisījums	≤ 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. Neattīrīta olīvu izspaidu eļļa	≤ 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. Rafinēta olīvu izspaidu eļļa	≤ 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. Olīvu izspaidu eļļa	≤ 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⁾ Pārējo tauksābju saturs (%) – palmitīnskābe: 7,50–20,00; palmitoleīnskābe: 0,30–3,50; heptadekanoīnskābe: ≤ 0,30; heptadecēnskābe: ≤ 0,30; stearīnskābe: 0,50–5,00; oleīnskābe: 55,00–83,00; linolskābe: 3,50–21,00.

⁽²⁾ Skatīt šā pielikuma papildinājumu.

⁽³⁾ Nosacītais betasitosterīns: Delta-5,23-stigmastadienols+klerosterīns+betasitosterīns+sitostanols+delta-5-avenasterīns+delta-5,24-stigmastadienols.

⁽⁴⁾ Eļļas ar vaska saturu no 300 mg/kg līdz 350 mg/kg uzskata par spīdīgo olīveļļu, ja alifātisko spirtu kopējais saturs ir mazāks par vai vienāds ar 350 mg/kg vai ja eritrodiola un uvaola saturs ir mazāks par vai vienāds ar 3,5 %.

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

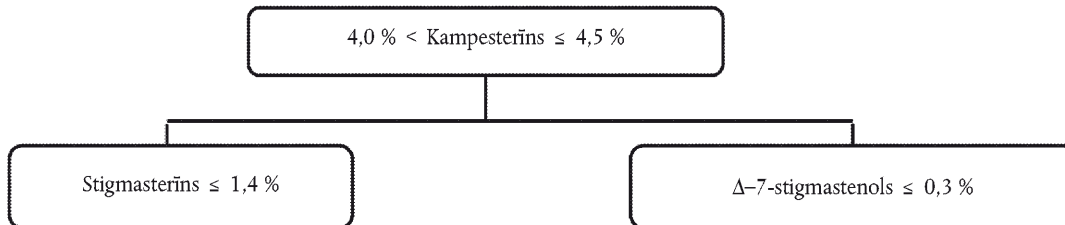
Piezīmes.

- Analīžu rezultāti jāuzrāda ar tādu pašu decimālzīmju skaitu aiz komata kā attiecīgās īpašības skaitliskā vērtība. Pēdējais cipars jānoapaļo uz augšu, ja nākamais cipars, kas jāatmet, ir lielāks par 4.
- Ja kaut viena īpašība neatbilst tai norādītajai vērtībai, šīs regulas piemērošanas vajadzībām var mainīt eļļas kategoriju vai deklarēt to par neattīrītu.
- Ja īpašība ir atzīmēta ar zvaigznīti (*), tad attiecībā uz eļļas kvalitāti tas nozīmē šo: spīdīgajai olīveļļai ir iespējams, ka abas attiecīgās robežvērtības vienlaikus atšķiras no noteiktajām; neapstrādātajām olīveļļām, ja vismaz viena no šīm robežvērtībām atšķiras no noteiktajām vērtībām, tiks mainīta eļļas kategorija, lai gan tā joprojām jāklasificē vienā no neapstrādātas olīveļļas kategorijām.
- Ja īpašība ir atzīmēta ar divām zvaigznītēm (**), attiecībā uz eļļas kvalitāti tas nozīmē, ka visu veidu olīvu izspaidu eļļām ir iespējams, ka abas attiecīgās robežvērtības vienlaikus atšķiras no noteiktajām.

Papildinājums

Lēmumu pieņemšanas shēma

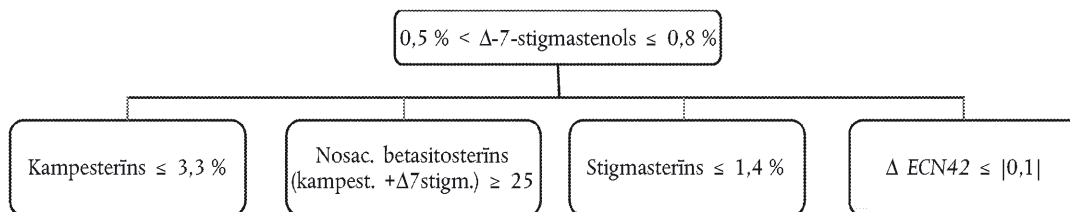
Kampesterīna lēmumu pieņemšanas shēma attiecībā uz neapstrādātu olīveļļu un neapstrādātu augstākā labuma olīveļļu.



Pārējie parametri atbilst šajā regulā noteiktajām robežvērtībām.

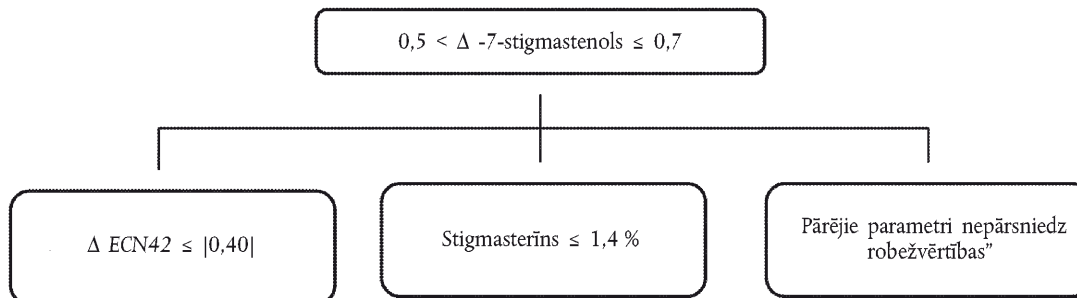
Delta-7-stigmasterīna lēmumu pieņemšanas shēma attiecībā uz:

— neapstrādātu augstākā labuma olīveļļu un neapstrādātu olīveļļu.



Pārējie parametri atbilst šajā regulā noteiktajām robežvērtībām;

— olīvu izspaidu eļļu (neattīrītu un rafinētu)



II PIELIKUMS

"Ia PIELIKUMS

PARAUGU ŅEMŠANA NO OLĪVEĻAS VAI OLĪVU IZSPAIDU EĻĻAS, KAS PIEGĀDĀTA TIEŠĀ IEPAKOJUMĀ

Šo paraugu ņemšanas metodi piemēro olīveļļas vai olīvu izspaidu eļļas partijām, kas iesaiņotas tiešā iepakojumā. Atkarībā no tā, vai tiešā iepakojuma tilpums pārsniedz vai nepārsniedz 5 litrus, piemēro atšķirīgas paraugu ņemšanas metodes.

"Partija" ir tādu pārdošanas vienību kopums, kas ražotas, izgatavotas un iepakotas tādos apstākļos, ka eļļu, kuru satur katra pārdošanas vienība, attiecībā uz visām analītiskajām īpašībām uzskata par viendabīgu. Partijas individualizēšana ir jāveic saskaņā ar Eiropas Parlamenta un Padomes Direktīvu 2011/91/ES ⁽¹⁾.

"Parauga vienība" ir eļļas daudzums, ko satur tiešais iepakojums un kas paņemts no nejausi izvēlētas partijas vietas.

1. PRIMĀRO PARAUGU SATURS

1.1. **Tiešais iepakojums, kura tilpums nepārsniedz 5 litrus**

"Primārais paraugs" no tiešā iepakojuma, kura tilpums nepārsniedz 5 litrus, ir parauga vienības, kas paņemtas no partijas atbilstīgi 1. tabulai.

1. tabula

Primārā parauga minimālajam lielumam jāatbilst turpmāk norādītajam

Ja tiešā iepakojuma tilpums ir	Primārajā paraugā jābūt eļļai no
a) 1 litrs vai vairāk	a) 1 tiešā iepakojuma
b) mazāk par 1 litru	b) minimālā skaita iepakojumu ar kopējo tilpumu vismaz 1,0 litrs

Katra dalībvalsts atkarībā no savām vajadzībām (piemēram, organoleptiskajam novērtējumam citā laboratorijā, nevis tajā, kas veica ķīmisko analīzi, kontrolanalīzi utt.) var palielināt 1. tabulā minēto iepakojumu skaitu, kurš veido primāro paraugu.

1.2. **Tiešais iepakojums, kura tilpums pārsniedz 5 litrus**

"Primārais paraugs" no tiešā iepakojuma, kura tilpums pārsniedz 5 litrus, ir visu parauga vienību reprezentatīva daļa, kas iegūta samazināšanas procesā atbilstīgi 2. tabulai. Primārajā paraugā ir jābūt vairākiem piemēriem.

Primārā parauga "piemērs" ir ikviens iepakojums, kas ietilpst primārajā paraugā.

2. tabula

Atlasāmo parauga vienību minimālais skaits

Iepakojumu skaits sērijā	Atlasāmo parauga vienību minimālais skaits
Līdz 10	1
No ... 11 līdz 150	2
No ... 151 līdz 500	3
No ... 501 līdz 1 500	4
No ... 1 501 līdz 2 500	5
> 2 500; uz 1 000 iepakojumiem	vēl 1 parauga vienība

⁽¹⁾ Eiropas Parlamenta un Padomes 2011. gada 13. decembra Direktīva 2011/91/ES par norādēm vai zīmēm, kas identificē pārtikas produkta partiju (OV L 334, 16.12.2011., 1. lpp.).

Lai samazinātu tiešo iepakojumu parauga tilpumu, parauga vienību saturu homogenizē, lai sagatavotu primāro paraugu. Dažādu parauga vienību porcijas, pēc iespējas labāk aizsargājot no gaisa ietekmes, ielej kopīgā tvertnē, kurā tās maisot homogenizē.

Primārā parauga saturs ir jāielej vairākos iepakojumos ar minimālo tilpumu 1,0 litrs, un katrs no tiem ir primārā parauga piemērs.

Katra dalībvalsts atkarībā no savām vajadzībām (piemēram, organoleptiskajam novērtējumam citā laboratorijā, nevis tajā, kas veica ķīmisko analīzi, kontrolanalīzi utt.) var palielināt primāro paraugu skaitu.

Visi iepakojumi ir jāpiepilda tā, lai pēc iespējas samazinātu gaisa virsslāni, un atbilstīgi jānoslēdz un jāaizplombē, lai nodrošinātu produkta aizsardzību pret iejaukšanos.

Šie piemēri ir jāmērķē, lai nodrošinātu pareizu identificēšanu.

2. ANALĪZES UN REZULTĀTI

2.1. Katrs primārais paraugs ir jāsadala laboratorijas paraugos saskaņā ar standarta EN ISO 5555 2.5. punktu un jāanalizē lb pielikumā izklāstītajā lēmumu pieņemšanas shēmā norādītajā kārtībā vai jebkurā citā izlases veida kārtībā.

2.2. Ja visi analīžu rezultāti atbilst eļļas deklarētās kategorijas īpašībām, visu partiju atzīst par atbilstīgu.

Ja kaut viens analīžu rezultāts neatbilst eļļas deklarētās kategorijas īpašībām, visu partiju atzīst par neatbilstīgu.

3. PARTIJAS KATEGORIJAS PĀRBAUDE

3.1. Lai pārbaudītu partijas kategoriju, kompetentā iestāde saskaņā ar turpmāk norādīto tabulu var palielināt primāro paraugu skaitu, ko ņem no dažādām partijām vietām.

3. tabula

Primāro paraugu skaits atkarībā no partijas lieluma

Partijas lielums (litri)	Primāro paraugu skaits
Mazāk par 7 500	2
No 7 500 līdz mazāk par 25 000	3
No 25 000 līdz mazāk par 75 000	4
No 75 000 līdz mazāk par 125 000	5
125 000 un vairāk	6 + 1 par katrām nākamajiem 50 000 litriem

Katra primārā parauga vienība ir jāņem no turpmākas vietas partijā; ir jāievēro katra primārā parauga vieta, un tā ir skaidri jāidentificē.

Visi primārie paraugi ir jāgatavo saskaņā ar 1.1. un 1.2. punktā minētajām procedūrām.

Pēc tam katram primārajam paraugam veic 2. panta 1. punktā minētās analīzes.

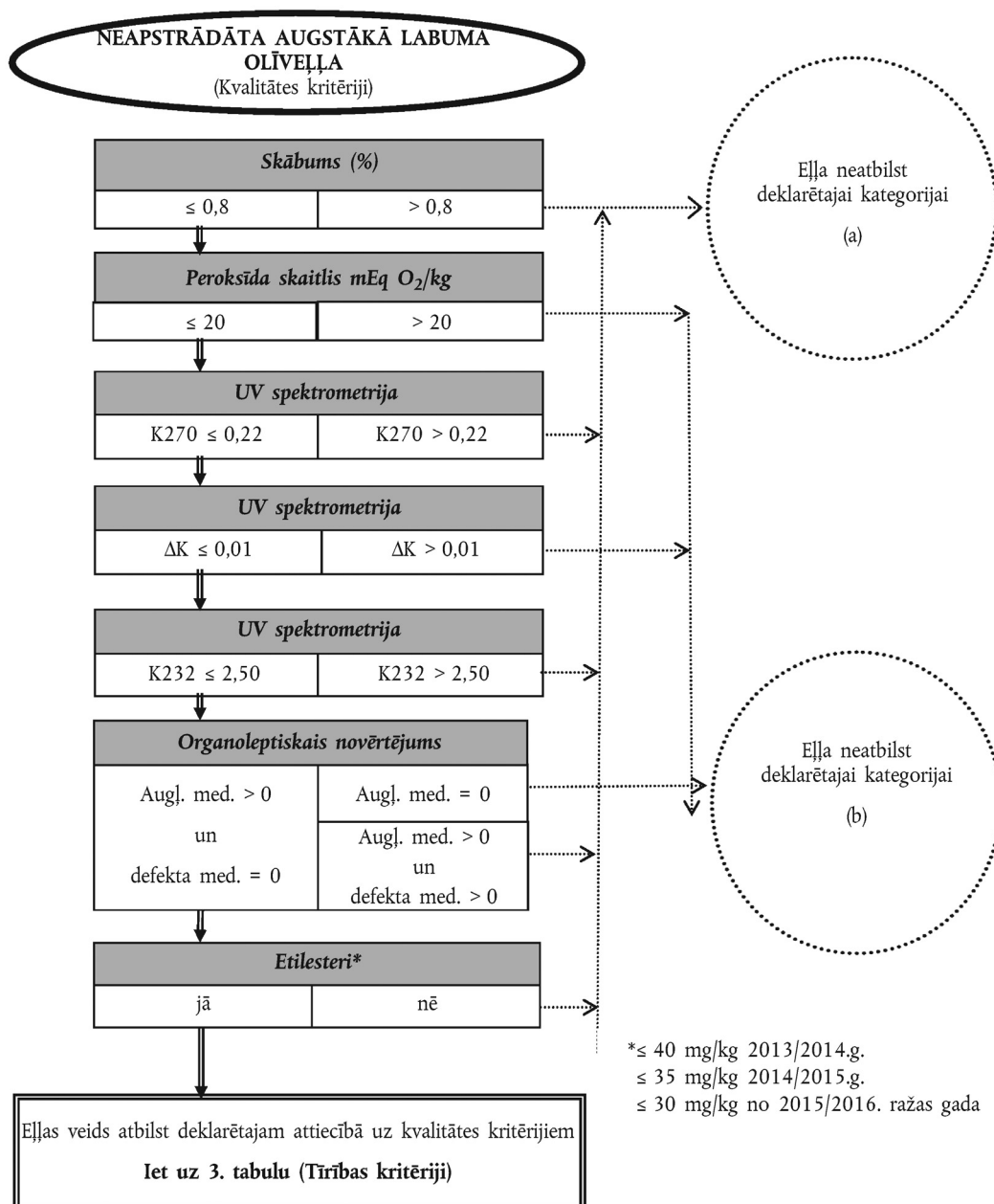
3.2. Ja viens no 2. panta 1. punktā minēto analīžu rezultātiem attiecībā uz vismaz vienu primāro paraugu neatbilst eļļas deklarētās kategorijas īpašībām, visu partiju atzīst par neatbilstīgu.”

III PIELIKUMS

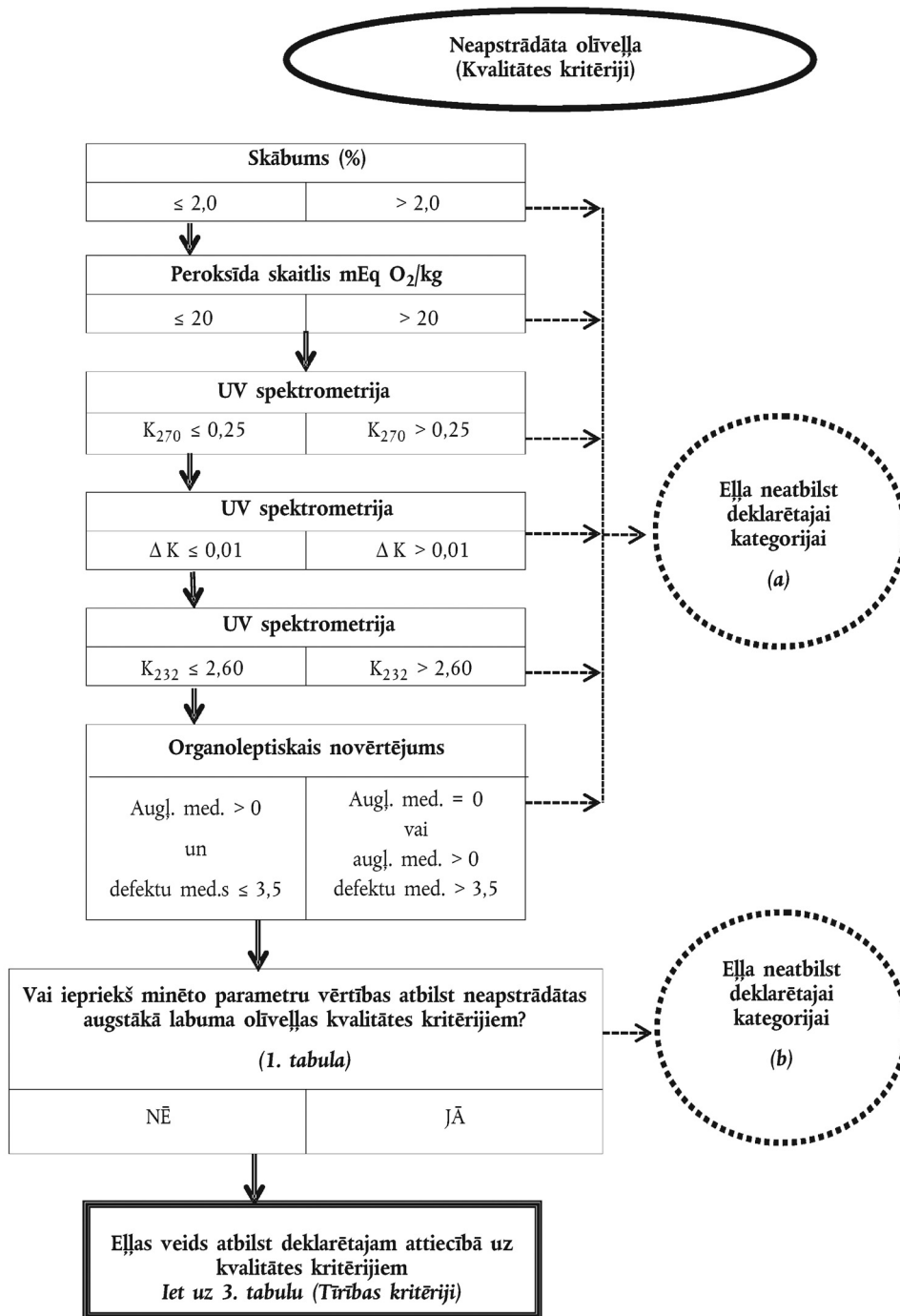
"Ib PIELIKUMS

LĒMUMU PIENĒMŠANAS SHĒMA, LAI PĀRBAUDĪTU TO, VAI OLĪVEĻAS PARAUGS ATBILST DEKLARĒTAJAI KATEGORIJAI

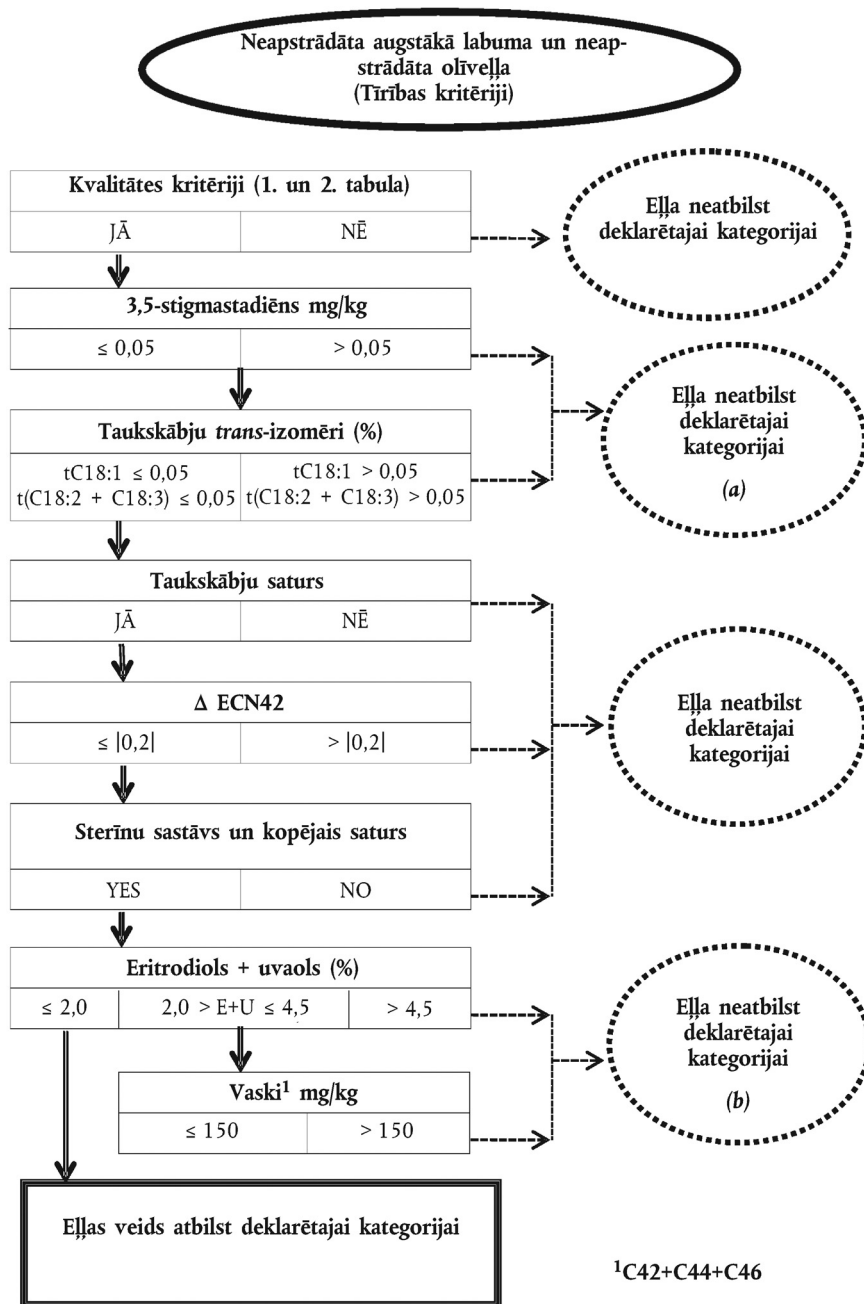
1. tabula



2. tabula



3. tabula



1. papildinājums

Šīs regulas pielikumu un lēmumu pieņemšanas shēmā norādīto analīžu atbilstības tabula

— Skābums	II pielikums	Brīvo taukskābju noteikšana pēc aukstās metodes
— Peroksīda skaitlis	III pielikums	Peroksīda skaitļa noteikšana
— UV spektrometrija	IX pielikums	Spektrofotometriskā analīze
— Organoleptiskais novērtējums	XII pielikums	Neapstrādātas olīveļļas organoleptiskā novērtēšana
— Etilesteri	XX pielikums	Vasku, taukskābju metilesteru un taukskābju etilesteru satura noteikšana ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfijas metodi
— 3,5-stigmastadiēni	XVII pielikums	Stigmastadiēnu noteikšanas metode augu eļļās
— <i>Trans</i> -izomēri taukskābēs	XA pielikums un	Taukskābju metilesteru analīze ar gāzu hromatogrāfiju
	XB pielikums	Taukskābju metilesteru pagatavošana
— Taukskābju saturs	XA pielikums un	Taukskābju metilesteru analīze ar gāzu hromatogrāfiju
	XB pielikums	Taukskābju metilesteru pagatavošana
— $\Delta ECN42$	XVIII pielikums	Triglicerīdu sastāva noteikšana ar <i>ECN42</i> (starpība starp <i>HPLC</i> datiem un teorētisko saturu)
— Sterīnu sastāvs un kopējais saturs — Eritrodiols un uvaols	V pielikums	Sterīnu un triterpēndiolu sastāva un satura noteikšana ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfiju
— Vaski	IV pielikums	Vasku satura noteikšana ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfiju
— Alifātiskie spirti	XIX pielikums	Alifātisko spirtu satura noteikšana ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfiju
— Piesātinātās taukskābes 2. pozīcijā	VII pielikums	2-glicerilmonopalmitāta satura noteikšana”

IV PIELIKUMS

"V PIELIKUMS

STERĪNU UN TRITERPĒNDIOLU SASTĀVA UN SATURA NOTEIKŠANA AR KAPILĀRĀS KOLONNAS GĀZU HROMATOGRĀFIJU

1. DARBĪBAS JOMA

Šajā metodē aprakstīta atsevišķu sterīnu satura un sterīnu kopējā satura, kā arī triterpēndiolu satura noteikšana olīveļļā un olīvu izspaidu eļļā.

2. PRINCIPS

Eļļu, kam kā iekšējais standarts pievienots α -holestanols, pārziepjo ar kālija hidroksīda šķīdumu etanolā, un nepārziepjoto vielu pēc tam ekstrahē ar etilēteri.

Sterīnu un triterpēndiolu frakciju no nepārziepjojamās vielas atdala ar plānslāņa hromatogrāfiju, izmantojot bāziska silikagēla plati. No silikagēla reģenerētās frakcijas pārveido trimetilsililēteros un analizē ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfiju.

3. APARATŪRA

Parastais laboratorijas aprīkojums, jo īpaši turpmāk nosauktais.

- 3.1. 250 ml tilpuma kolba, kas aprīkota ar atceses dzesinātāju ar pieslēpētu savienojumu.
 - 3.2. 500 ml tilpuma dalāmā piltuve.
 - 3.3. 250 ml tilpuma kolbas.
 - 3.4. Komplekts analīzei ar plānslāņa hromatogrāfiju, izmantojot 20 × 20 cm stikla plates.
 - 3.5. Ultravioletā spuldze ar viļņa garumu 366 vai 254 nm.
 - 3.6. 100 μ l un 500 μ l mikrošļirces.
 - 3.7. Cilindriskais poraina stikla filtrtūģelis G3 (poru lielums 15–40 μ m), aptuveni 5 cm augsts un aptuveni ar 2 cm diametru, piemērots filtrēšanai vakuumā, ar ārējo pieslēpējumu.
 - 3.8. Koniska 50 ml tilpuma vakuumkolba ar iekšējo pieslēpējumu izmantošanai kopā ar filtrtūģeli (3.7. punkts).
 - 3.9. 10 ml tilpuma koniskā mēģene ar stikla aizbāzni.
 - 3.10. Ar sadales inžekcijas sistēmu aprīkots kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfs, kura sastāvdaļas ir šādas:
 - 3.10.1. termostatējama kamera kolonnām vēlamās temperatūras uzturēšanai ar precizitāti līdz ± 1 °C;
 - 3.10.2. termostatējama inžekcijas ierīce ar persilanizētu stikla iztvaicētāju un sadales sistēmu;
 - 3.10.3. liesmas jonizācijas detektors (FID);
 - 3.10.4. datu ieguves sistēma, kas piemērota izmantošanai ar FID (3.10.3. punkts) un ko iespējams manuāli integrēt.
 - 3.11. No 20 līdz 30 m gara kvarca kapilārā kolonna ar iekšējo diametru no 0,25 līdz 0,32 mm, pārklāta ar difenilu (5 %) un dimetilpolisiloksānu (95 %) (SE-52 vai SE-54 stacionāro fāzi vai līdzvērtīgu fāzi), kuru slāņa biezums ir 0,10–0,30 μ m.
 - 3.12. Mikrošļirce gāzu hromatogrāfijai ar 10 μ l tilpumu un rūdītu adatu, kas piemērota ievadīšanai ar plūsmas dalīšanu.
 - 3.13. Kalcija dihlorīda eksikators.
4. REAĢENTI
- 4.1. Kālija hidroksīds ar 85 % minimālo titru.

- 4.2. Kālija hidroksīds, aptuveni 2 N etanola šķīduma.
130 g kālija hidroksīda (4.1. punkts) dzesējot izšķīdina 200 ml destilēta ūdens, pēc tam uzpilda ar etanolu līdz vienam litram (4.10. punkts). Šķīdumu glabā cieši noslēgtās tumša stikla pudelēs ne ilgāk kā divas dienas.
- 4.3. Etilēteris, analīzes kvalitātes.
- 4.4. Kālija hidroksīds, aptuveni 0,2 N etanola šķīduma.
13 g kālija hidroksīda (4.1. punkts) izšķīdina 20 ml destilēta ūdens un uzpilda ar etanolu līdz vienam litram (4.10. punkts).
- 4.5. Bezūdens nātrija sulfāts, analīzes kvalitātes.
- 4.6. Stikla plates (20 × 20 cm) ar silikagēla pārklājumu, bez fluorescences indikatora, 0,25 mm biezas (nopērkamas lietošanai gatavas).
- 4.7. Toluols, hromatogrāfijas kvalitātes.
- 4.8. Acetons, hromatogrāfijas kvalitātes.
- 4.9. n-heksāns, hromatogrāfijas kvalitātes.
- 4.10. Etilēteris, hromatogrāfijas kvalitātes.
- 4.11. Etanols, analītiskas kvalitātes.
- 4.12. Etilacetāts, analītiskas kvalitātes.
- 4.13. Standartsķīdums plānslāņa hromatogrāfijai: holesterīns vai fitosterīni un eritrodiola 5 % šķīdums etilacetātā (4.11. punkts).
- 4.14. 2,7-dihlorfluoresceīna 0,2 % šķīdums etanolā. To padara nedaudz bāzisku, pievienojot dažus pilienus 2 N kālija hidroksīda šķīduma spirtā (4.2. punkts).
- 4.15. Bezūdens piridīns, hromatogrāfijas kvalitātes (skatīt 5. piezīmi).
- 4.16. Heksametildisilazāns, analītiskas kvalitātes.
- 4.17. Trimetilhlorsilāns, analītiskas kvalitātes.
- 4.18. Sterīnu trimetilsililēteru parauga šķīdumi.
Tos pagatavo pirms lietošanas no sterīniem un eritrodiola, kas iegūti no sterīnus un eritrodiolu saturošām eļļām.
- 4.19. α-holestanols, vairāk nekā 99 % tīrība (tīrība jāpārbauda ar gāzu hromatogrāfijas analīzi).
- 4.20. α-holestanola iekšējais standartsķīdums, 0,2 % šķīdums (masa/tilp.) etilacetātā (4.11. punkts).
- 4.21. Fenolfaleīna šķīdums etanolā, 10 g/l (4.10. punkts).
- 4.22. Nesējgāzes: ūdeņradis vai hēlijs, gāzu hromatogrāfijas tīrības.
- 4.23. Palīgāzes: ūdeņradis, hēlijs, slāpekļis un gaiss, gāzu hromatogrāfijas tīrības.
- 4.24. n-heksāna (4.9. punkts)/etilētera (4.10. punkts) maisījums 65:35 (tilpums/tilpums).
- 4.25. Sililēšanas reaktīvs, kas ir piridīna/heksametildisilazāna/trimetilhlorsilāna maisījums 9:3:1 (tilpums/tilpums/tilpums).
5. PROCEDŪRA
- 5.1. Nepārziepjamās vielas pagatavošana.
- 5.1.1. Ar 500 μl mikrošķīrci (3.6. punkts) 250 ml tilpuma kolbā (3.1. punkts) pārnes tādu daudzumu α-holestanola iekšējā standartsķīduma (4.20. punkts), kas satur tādu holestanola daudzumu, kurš atbilst aptuveni 10 % sterīnu satura paraugā. Piemēram, 5 g olīveļļas parauga pievieno 500 μl α-holestanola šķīduma (4.20. punkts), bet 5 g olīvu izspaidu eļļas pievieno 1 500 μl α-holestanola šķīduma. Silta ūdens vannā, mērenā slāpekļa plūsmā ietvaicē sausu un pēc kolbas atdzesēšanas tajā pašā kolbā iesver $5 \pm 0,01$ g sausā nofiltrētā parauga.
1. piezīme. Dzīvnieku izcelsmes vai augu eļļas un tauki, kas satur lielākus holesterīna daudzumus, var uzrādīt smailes ar aiztures laikiem, kas ir līdzīgi holestanola aiztures laikam. Tādā gadījumā sterīnu frakcija ir jāanalīzē divreiz – ar iekšējo standartu un bez tā.

5.1.2. Pievieno 50 ml 2 N kālija hidroksīda šķīduma etanolā (4.2. punkts) un nedaudz pumeka, uzliek atceces dzesinātāju un silda līdz lēnai viršanai, līdz ir notikusi pārziepjošana (šķīdums kļūst dziļš). Turpina sildīt vēl 20 minūtes, pēc tam caur dzesinātāja augšgalu pievieno 50 ml destilēta ūdens, atvieno dzesinātāju un atdzesē kolbu aptuveni līdz 30 °C.

5.1.3. Kolbas saturu kvantitatīvi pārnes 500 ml dalāmajā piltuvē (3.2. punkts), vairākas reizes skalojot ar destilētu ūdeni, (50 ml). Pievieno aptuveni 80 ml etilētera (4.10. punkts), enerģiski krata aptuveni 60 sekundes, periodiski atbrīvo spiedienu, apgrīžot dalāmo piltuvi un atverot krānu. Ļauj nostāvēties, līdz abas fāzes ir pilnīgi nodalījušās (2. piezīme).

Pēc tam pēc iespējas pilnīgāk atdala ziepju šķīdumu, savācot to citā dalāmajā piltuvē. Tieši tāpat ūdens-spirta fāzi ekstrahē vēl divas reizes, katrai ekstrakcijai izlietojot no 60 līdz 70 ml etilētera (4.10. punkts).

2. *piezīme.* Radušos emulsiju var likvidēt, pievienojot nedaudz etanola (4.11. punkts).

5.1.4. Trīs ētera ekstraktus apvieno vienā dalāmajā piltuvē, kurā ir 50 ml ūdens. Turpina mazgāt ar ūdeni (50 ml), līdz mazgājamais ūdens pēc fenoltaleīna šķīduma (4.21. punkts) piliena pievienošanas vairs neiekrāsojas sārts.

Kad mazgājamais ūdens ir aizvadīts, filtrē uz bezūdens nātrija sulfāta (4.5. punkts) iepriekš nosvērtā 250 ml tilpuma kolbā, mazgājot piltuvi un filtru ar maziem daudzumiem etilētera (4.10. punkts).

5.1.5. Šķīdinātāju ietvaicē, destilējot rotācijas ietvaicētājā 30 °C vakuumā. Pievieno 5 ml acetona un ar mērenu gaisa plūsmu pilnībā likvidē gaistošo šķīdinātāju. Atlikumu 15 minūtes žāvē žāvēšanas skapī 103 ± 2 °C temperatūrā. Atdzesē eksikatoros un nosver ar 0,1 mg precizitāti.

5.2. Sterīnu un triterpēndiolu frakcijas atdalīšana (eritrodiols + uvaols)

5.2.1. Bāzisko plānslāņa hromatogrāfijas plašu sagatavošana. Silikagēla plates (4.6. punkts), aptuveni 4 cm, uz 10 sekundēm pilnīgi iegremdē 0,2 N kālija hidroksīda šķīdumā etanolā (4.5. punkts), pēc tam divas stundas žāvē velkmē un vienu stundu žāvēšanas skapī 100 °C temperatūrā.

Izņem no žāvēšanas skapja un glabā eksikatorā virs kalcija hlorīda (3.13. punkts) līdz lietošanai (šādi apstrādātas plates jāizlieto 15 dienu laikā).

3. *piezīme.* Ja sterīnu frakcijas atdalīšanai izmanto bāziska silikagēla plates, nepārziepjojamā frakcija nav jāapstrādā ar alumīnija oksīdu. Tādā veidā visi savienojumi ar skābju īpašībām (taukskābes un pārējie) paliek uz starta, un sterīnu josla labi atdalās no alifātisko spiritu un triterpēnspirtu joslas.

5.2.2. Attīstīšanas kamerā pārnes heksāna/etilētera maisījumu (4.24. punkts) (4. piezīme), izveidojot aptuveni 1 cm biezu slāni. Kameru noslēdz ar piemērotu vāku un vismaz pusstundu atstāj vēsā vietā, lai iestātos šķīduma un tvaika līdzsvars. Kameras iekšējām virsmām var piestiprināt filtrpapīra sloksnes, kas iegremdētas eluentā. Tas aptuveni par trešdaļu samazina attīstīšanas laiku, un komponentu eluēšanās notiek vienmērīgāk un pareizāk.

4. *piezīme.* Lai attīstīšanas apstākļi būtu atkarojami, attīstīšanas šķīdums katrai analīzei ir jānomaina. Var lietot arī 50:50 (tilpums/tilpums) n-heksāna/etilētera maisījumu.

5.2.3. Sagatavo aptuveni 5 % nepārziepjojamās vielas (5.1.5. punkts) šķīdumu etilacetātā (4.12. punkts) un ar 100 μl mikrošļirci 0,3 ml šā šķīduma tievā un vienādā svītrā uznes uz hromatogrāfijas plates (5.2.1. punkts) apakšējās malas (2 cm attālumā). Vienādā attālumā ar šo svītru uznes no 2 līdz 3 μl materiāla standartšķīduma (4.13. punkts), lai pēc attīstīšanas varētu identificēt sterīnu un triterpēndiolu joslu.

5.2.4. Plati ievieto attīstīšanas kamerā, kas ir sagatavota, kā noteikts 5.2.2. punktā. Apkārtējās vides temperatūrai jābūt no 15 līdz 20 °C (5. piezīme). Kameru tūlīt noslēdz ar vāku un atstāj eluēties, līdz šķīdinātāja fronte sasniedz aptuveni 1 cm no plates augšējās malas. Plati izņem no attīstīšanas kameras un iztvaicē šķīdinātāju, izmantojot karsta gaisa plūsmu vai plati uz neilgu laiku novietojot velkmē.

5. *piezīme.* Augstāka temperatūra varētu pasliktināt nodalīšanos.

5.2.5. Uz plātes vienmērīgi uzsmidzina nedaudz 2,7-dihlorfluoresceīna šķīduma (4.14. punkts) un tad atstāj nožūt. Novērojot plāti ultravioleto staru gaismā, sterīnu un triterpēndiolu joslas var identificēt pēc tā, ka tās ir vienādā attālumā ar standartšķīdumam atbilstošajiem plankumiem (4.13. punkts). Joslu robežas apkārt fluorescējošajam plankumam apzīmē ar melnu zīmuli (skatīt plānslāņa hromatogrāfijas plāti 3. attēlā).

5.2.6. Ar metāla lāpstiņu no apzīmētā laukuma noņem silikagelu. Sīki sasmalcinātu no plātes noņemto materiālu pārvieto uz filtrtūģeli (3.7. punkts). Pievieno 10 ml karsta etilacetāta (4.12. punkts), rūpīgi samaisa ar metāla lāpstiņu un vakuumā filtrē, filtrātu uztver filtrtūģelim pievienotajā koniskajā kolbā (3.8. punkts).

Nogulsnes kolbā trīs reizes mazgā ar etilēteri (4.3. punkts) (katru reizi aptuveni 10 ml), filtrātu savācot tajā pašā filtram pievienotajā kolbā. Filtrātu ietvaicē no 4 līdz 5 ml tilpumam, atlikušo šķīdumu pārnes iepriekš nosvērtā 10 ml mēģenē (3.9. punkts), uzmanīgi sildot, lēnā slāpekļa plūsmā ietvaicē sausu, izšķīdina, vēlreiz pievienojot dažus pilienus acetona (4.8. punkts), atkal ietvaicē sausu.

Mēģenē iegūtajam atlikumam jā sastāv no sterīnu un triterpēndiolu frakcijām.

5.3. Trimetilsililēteru iegūšana.

5.3.1. Mēģenē, kurā ir sterīnu un triterpēnu frakcija, pievieno sililēšanas reaģentu (4.25. punkts) (6. piezīme) proporcijā 50 µl uz katru miligramu sterīnu un triterpēndiolu, novēršot mitruma absorbciju (7. piezīme).

6. piezīme. Tirdzniecībā ir pieejami lietošanai gatavi šķīdumi. Ir pieejami arī citi sililēšanas reaģenti, piemēram, bis-trimetilsililtrifluoracetamīds ar 1 % trimetilhlorsilānu, kas ir jāatšķaida ar vienādu tilpumu bezūdens piridīna.

Piridīnu var aizvietot ar tādu pašu daudzumu acetonitrila.

5.3.2. Mēģeni noslēdz ar aizbāzni, uzmanīgi krata (bez apgrīšanas), līdz savienojumi ir pilnībā izšķīduši. Atstāj vismaz 15 minūtes istabas temperatūrā, pēc tam dažas minūtes centrifugē. Dzidrais šķīdums ir gatavs gāzu hromatogrāfiskai analīzei.

7. piezīme. Var veidoties viegla opalescence, kas nerada traucējumus. Baltu pārslu veidošanās vai sārta krāsojuma parādīšanās norāda uz mitruma klātbūtni vai reaģenta bojāšanos. Ja tā notiek, analīze ir jāatkārto (tikai tad, ja izmanto heksametildisilazānu/trimetilhlorsilānu).

5.4. Gāzu hromatogrāfiskā analīze.

5.4.1. Sagatavošanas operācijas, kapilārās kolonnas kondicionēšana.

5.4.1.1. Kolonnu (3.11. punkts) iemontē gāzu hromatogrāfā, ieeju pievienojot plūsmas sadales inžektoram un kolonnas izeju detektoram.

Izdara gāzu hromatogrāfijas iekārtas vispārējo pārbaudi (noplūdes no gāzu līnijām, detektora, plūsmas sadales un reģistrējošās sistēmas efektivitāti utt.).

5.4.1.2. Ja kolonnu lieto pirmoreiz, ir ieteicams to kondicionēt. Lēnu gāzes plūsmu laiž cauri kolonnai, pēc tam ieslēdz gāzu hromatogrāfu un pakāpeniski uzsilda līdz temperatūrai, kas ir vismaz 20 °C virs darba temperatūras (8. piezīme). Šo temperatūru uztur vismaz divas stundas, pēc tam iekārtu noregulē darba režīmā (noregulē gāzu plūsmas un sadali, liesmas aizdedzi, savienojumu ar datu apstrādes sistēmu, kā arī noregulē kolonnas, detektora un inžektora temperatūru utt.), pēc tam reģistrē signālu, izvēloties jutību, kas ir vismaz divas reizes augstāka par analīzei paredzēto temperatūru. Nulles līnijai ir jābūt lineārai, bez smailēm, un tā nedrīkst nobīdīties.

Negatīva taisna līnija norāda uz noplūdēm kolonnas savienojumu vietās; pozitīva nobīde norāda uz neatbilstīgu kolonnas kondicionēšanu.

8. piezīme. Kondicionēšanas temperatūrai vienmēr jābūt vismaz par 20 °C zemākai nekā lietojamajai stacionārajai fāzei paredzētajai maksimālajai temperatūrai.

5.4.2. Darba apstākļu izvēle.

5.4.2.1. Darba apstākļi ir šādi:

— kolonnas temperatūra: 260 ± 5 °C,

— inžektora temperatūra: 280–300 °C,

— detektora temperatūra: 280–300 °C,

— nesējgāzes lineārais ātrums: hēlijam no 20 līdz 35 cm/s, ūdeņradim no 30 līdz 50 cm/s,

- dalījuma attiecība: no 1:50 līdz 1:100,
- aparāta jutība: 4–16 reižu lielāka par minimālo atenuāciju,
- reģistrēšanas jutība: no 1 līdz 2 mV no visas skalas,
- ievadāmās vielas daudzums: no 0,5 līdz 1 µl TMSE šķīduma.

Atbilstīgi kolonnas un gāzes hromatogrāfa īpašībām norādītos apstākļus var mainīt, lai iegūtu hromatogrammas, kas atbilst šādiem nosacījumiem:

- betasitosterīna smailes aiztures laikam jābūt 20 ± 5 minūtēm,
- kampesterīna smailei jābūt: olīveļļai (vidējais saturs 3 %) 20 ± 5 % no pilnas skalas; sojas eļļai (vidējais saturs 20 %) 80 ± 10 % no pilnas skalas,
- visiem klātesošajiem sterīniem jābūt atdalītiem. Turklāt smailēm jābūt arī pilnībā nošķirtām, t. i., smailes līnijai ir jāatgriežas uz nulles līnijas, pirms sāk veidoties jauna smaile. Tomēr nepilnīga nošķiršana ir pieņemama ar nosacījumu, ka smailes ar relatīvo aiztures laiku RRT 1,02 02 (sitostanols) var kvantitatīvi noteikt, izmantojot perpendikulu.

5.4.3. Analītiskā procedūra.

- 5.4.3.1. 10 µl tilpuma mikrošļircē vispirms ieviel 1 µl heksāna, tad 0,5 µl gaisa un pēc tam 0,5 –1 µl parauga šķīduma. Paceļ šļirces virzuli, lai iztukšotu adatu. Izdur adatu cauri inžektora membrānai un pēc vienas vai divām sekundēm strauji ievada, tad aptuveni pēc piecām sekundēm lēni izvelk adatu.

Var izmantot arī automātisku inžektoru.

- 5.4.3.2. Turpina reģistrēt, līdz klātesošo triterpēdiolu TMSE ir pilnīgi eluēti. Nulles līnijai visu laiku ir jāatbilst prasībām (5.4.1.2. punkts).

5.4.4. Smaiļu identificēšana.

Atsevišķās smailes identificē pēc aiztures laikiem, salīdzinot ar sterīnu un triterpēdiolu TMSE maisījumiem, kas analizēti tādos pašos apstākļos (skatīt papildinājumu).

Sterīni un triterpēdioli eluējas šādā secībā: holesterīns, brasikasterīns, ergosterīns, 24-metilēnholesterīns, kampesterīns, kampestanols, stigmasterīns, $\Delta 7$ -kampesterīns, $\Delta 5,23$ -stigmastadienols, klerosterīns, betasitosterīns, sitostanols, $\Delta 5$ -avenasterīns, $\Delta 5,24$ -stigmastadienols, $\Delta 7$ -stigmastenols, $\Delta 7$ -avenasterīns, eritrodiols un uvaols.

Betasitosterīna aiztures laiki SE-52 un SE-54 kolonnā ir parādīti 1. tabulā.

Turpmāk 1. un 2. attēlā parādītas dažu eļļu raksturīgās hromatogrammas.

5.4.5. Kvantitatīvā novērtēšana.

- 5.4.5.1. Izmantojot datu apstrādes sistēmu, aprēķina α -holestanola, sterīnu un triterpēdiolu smaiļu laukumus. To savienojumu smailes, kas nav ietverti 1. tabulā, neņem vērā (ergosterīns nav jāaprēķina). Uzska, ka α -holestanola atbildes signāla koeficients ir vienāds ar 1.

- 5.4.5.2. Katra atsevišķā sterīna koncentrāciju, kas izteikta mg/kg taukvielas, aprēķina šādi:

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

kur:

A_x = sterīna x smailes laukums skaitļošanas sistēmas uzskaites vienībās,

A_s = α -holestanola smailes laukums skaitļošanas sistēmas uzskaites vienībās,

m_s = pievienotā α -holestanola masa miligramos,

m = noteikšanai ņemtā parauga masa gramos.

6. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

- 6.1. Atsevišķo sterīnu koncentrāciju izsaka mg/kg taukvielas, un to summu norāda kā "kopējos sterīnus".
Katra atsevišķā sterīna, eritrodiola un uvaola sastāvu izsaka ar skaitli līdz vienai zīmei aiz komata.
Kopējais sterīnu sastāvs ir jāizsaka veselā skaitlī.
- 6.2. Katra atsevišķā sterīna procentus aprēķina pēc attiecīgās smailes laukuma attiecības pret sterīnu, eritrodiola un uvaola smaiļu kopējo laukumu.

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

kur:

A_x = x smailes laukums,

ΣA = sterīnu smaiļu kopējais laukums.

- 6.3. Nosacītais betasitosterīns: $\Delta 5$ -23-stigmastadienols + klerosterīns + betasitosterīns + sitostanols + $\Delta 5$ -avenasterīns + $\Delta 5$ -24-stigmastadienols.
- 6.4. Aprēķina eritrodiola un uvaola procentus:

$$\text{Eritrodiols + uvaols} = \frac{Er + Uv}{Er + Uv + \Sigma A} \times 100$$

kur:

ΣA = sterīna laukumu summa skaitļošanas sistēmas uzskaites vienībās,

Er = eritrodiola laukums skaitļošanas sistēmas uzskaites vienībās,

Uv = uvaola laukums skaitļošanas sistēmas uzskaites vienībās.

—

Papildinājums

Gāzes lineārā ātruma noteikšana

Gāzu hromatogrāfā, kas noregulēts atbilstīgi parastajiem darba apstākļiem, ievada no 1 līdz 3 µl metāna (vai propāna) un izmēra laiku, kādā gāze iziet caur kolonnu no ievadišanas brīža līdz smailes parādīšanās brīdim (tM).

Lineāro ātrumu aprēķina kā L/tM, kur L ir kolonnas garums centimetros un tM ir laiks sekundēs, kas izmērīts ar hronometru.

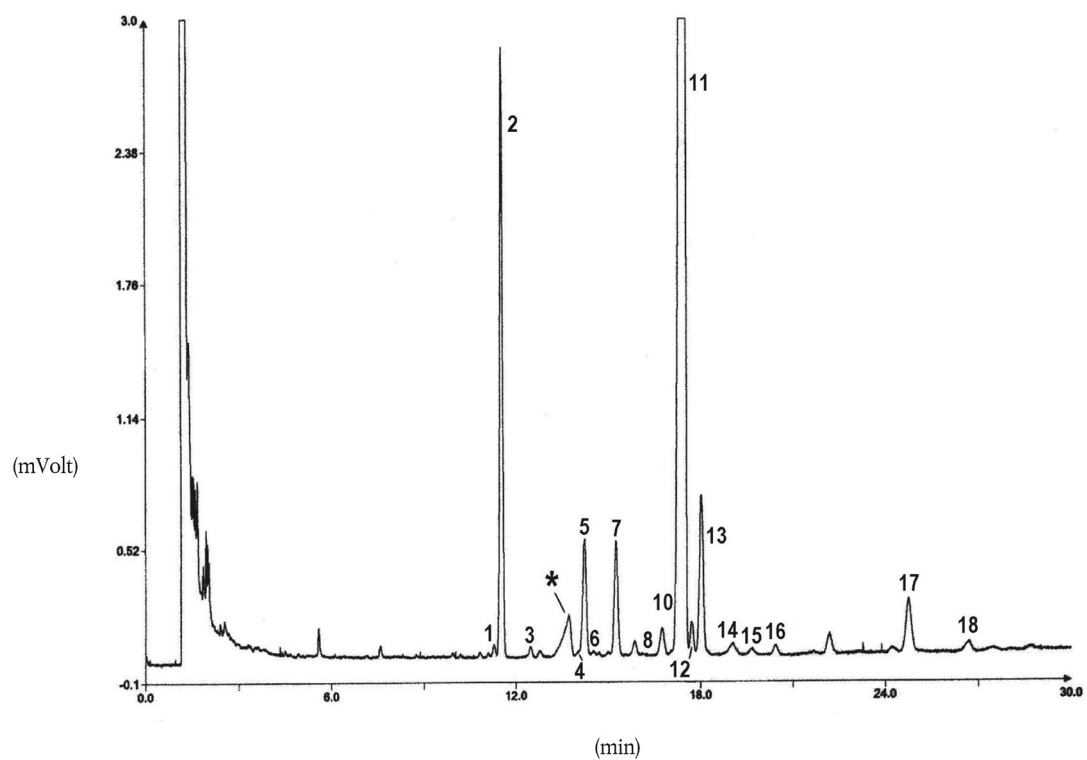
1. tabula

Sterīnu relatīvie aiztures laiki

Smaile	Identifikācija		Relatīvie aiztures laiki	
			SE 54 kolonna	SE 52 kolonna
1.	Holesterīns	Δ -5-holestēn-3 β -ols	0,67	0,63
2.	Holestanols	5 α -holestan-3 β -ols	0,68	0,64
3.	Brasikasterīns	[24S]-24-metil- Δ -5,22-holestadien-3 β -ols	0,73	0,71
*	Ergosterīns	[24S] 24 meti Δ 5-7-22 holestatrien 3 β -ols	0,78	0,76
4.	24-metilēnholesterīns	24-metilēn- Δ -5,24-holestadien-3 β -ols	0,82	0,80
5.	Kampesterīns	(24R)-24-metil- Δ -5-holestēn-3 β -ols	0,83	0,81
6.	Kampestanols	(24R)-24-metil-holestan-3 β -ols	0,85	0,82
7.	Stigmasterīns	(24S)-24-etil- Δ -5,22-holestadien-3 β -ols	0,88	0,87
8.	Δ -7-kampesterīns	(24R)-24-metil- Δ -7-holestēn-3 β -ols	0,93	0,92
9.	Δ -5,23-stigmastadienols	(24R,S)-24-etil- Δ -5,23-holestadien-3 β -ols	0,95	0,95
10.	Klerosterīns	(24S)-24-etil- Δ -5,25-holestadien-3 β -ols	0,96	0,96
11.	Betasitosterīns	(24R)-24-etil- Δ -5-holestēn-3 β -ols	1,00	1,00
12.	Sitostanols	24-etil-holestan-3 β -ols	1,02	1,02
13.	Δ -5-avenasterīns	(24Z)-24-etiliden- Δ -holestēn-3 β -ols	1,03	1,03
14.	Δ -5,24-stigmastadienols	(24R,S)-24-etil- Δ -5,24-holestadien-3 β -ols	1,08	1,08
15.	Δ -7-stigmastenols	(24R,S)-24-etil- Δ -7-holestēn-3 β -ols	1,12	1,12
16.	Δ -7-avenasterīns	(24Z)-24-etiliden- Δ -7-holestēn-3 β -ols	1,16	1,16
17.	Eritrodiols	5 α olean-12en-3 β 28 diols	1,41	1,41
18.	Uvaols	Δ 12-ursen-3 β 28 diols	1,52	1,52

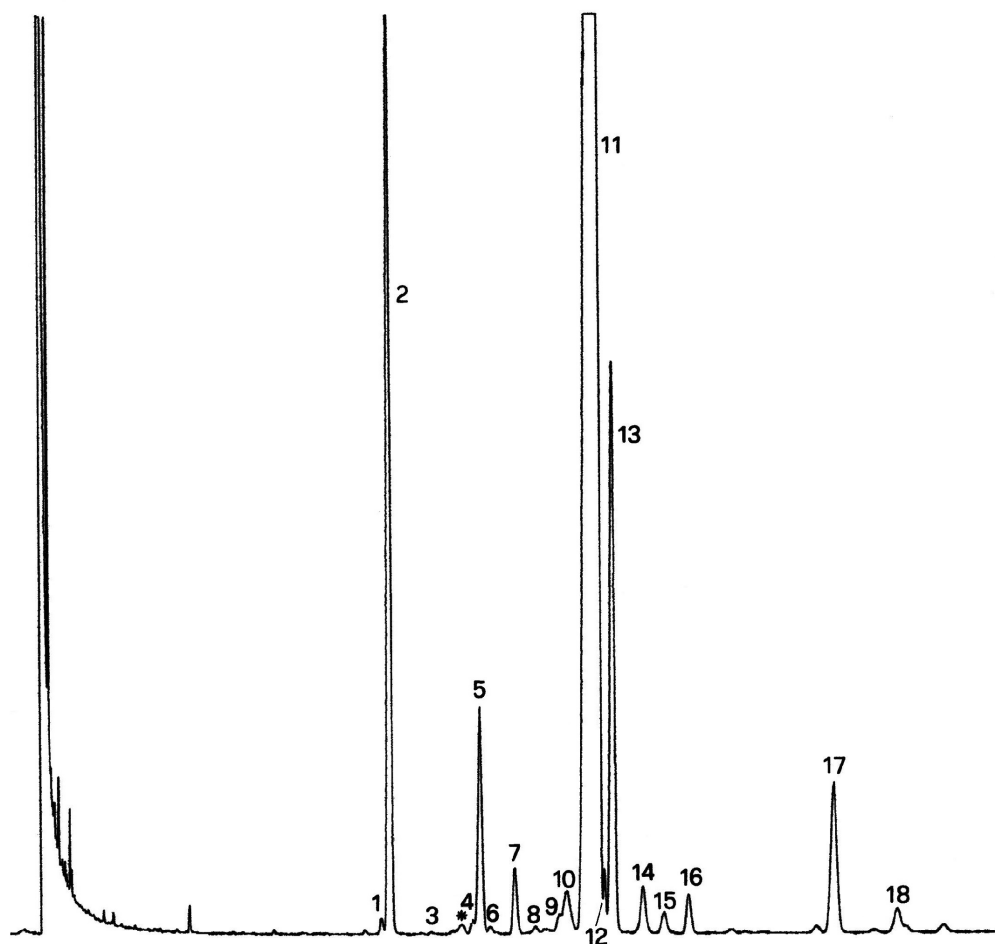
1. attēls

Spīdīgās olīveļļas (ar iekšējo standartu) sterīnu un triterpēndiolu frakcijas gāzu hromatogramma



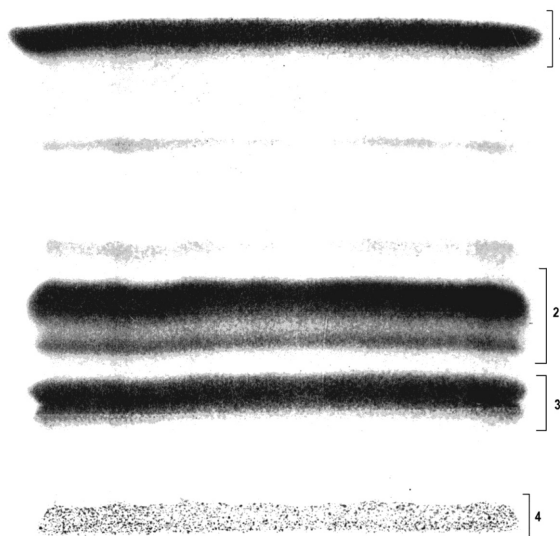
2. attēls

Rafinētas olīveļļas (ar iekšējo standartu) sterīnu un triterpēdiolu frakcijas gāzu hromatogramma



3. attēls

Olīvu izspaidu eļļas plānslāņa hromatogrāfijas plate, kura ir jānoskrāpē, lai noteiktu sterīnus un triterpēndiolus



- 1 – skvalēns
- 2 – triterpēnspirti un alifātiskie spirti
- 3 – sterīni un triterpēndioli
- 4 – sākums un brīvās taukskābes.”

V PIELIKUMS

"XII PIELIKUMS

STARPTAUTISKĀS OLĪVU PADOMES METODE, KO PIEMĒRO NEAPSTRĀDĀTAS OLĪVEĻAS ORGANOLEPTISKAJAI NOVĒRTĒŠANAI

1. MĒRĶIS UN PIEMĒROŠANAS JOMA

Šīs starptautiskās metodes mērķis ir noteikt kārtību, kādā novērtē organoleptiskās īpašības neapstrādātai olīveļļai Regulas (EK) Nr. 1234/2007 XVI pielikuma 1. punkta nozīmē, un noteikt metodi olīveļļas klasificēšanai atkarībā no šīm īpašībām. Turklāt šajā metodē ir paredzēti norādījumi attiecībā uz fakultatīvo marķējumu.

Aprakstītā metode attiecas tikai uz neapstrādātu olīveļļu un šādas eļļas klasificēšanu vai marķēšanu atkarībā no konstatēto defektu un augļainuma intensitātes, ko nosaka atlasītu, kvalificētu un uzraudzītu degustētāju grupa jeb žūrija.

Turklāt šajā metodē ir paredzēti norādījumi attiecībā uz fakultatīvo marķējumu.

Šajā pielikumā minētos Starptautiskās Olīvu padomes (IOC) standartus izmanto to jaunākajā pieejamajā redakcijā.

2. SENSORISKĀS ANALĪZES VISPĀRĪGIE PAMATJĒDZIENI

Skatīt standartu IOC/T.20/Doc. Nr. 4 "Sensoriskā analīze: vispārīgie pamatjēdzieni".

3. SPECIFISKIE JĒDZIENI

3.1. Negatīvās pazīmes

Asa smarža un garša/dulķes: raksturīga buķete eļļām, kas iegūtas no kaudzēs sakrūtām vai glabātām olīvām, kuras pārņēmusi anaerobā rūgšana, vai arī buķete, kas raksturo eļļu, kura mucās un tvertnēs bijusi saskarē ar nogulsniem, kuras arī ir pārņēmusi anaerobā rūgšana.

Pelējums/mitra zeme: raksturīga buķete eļļām, kas iegūtas no olīvām, kuras vairākas dienas glabātas mitrumā un kurās tāpēc attīstījušās sēnītes un raugi, vai tādu eļļu buķete, kas iegūtas no zemjainām vai dubļainām olīvām, kuras pēc ievākšanas nav nomazgātas.

Vīns/etiķis/skābums: dažām eļļām raksturīga buķete, kas atgādina vīnu vai etiķi. Pārsvārā tā veidojas tāpēc, ka olīvas vai olīvu masu, kas tiek glabāta netīrās (pavirši izmazgātās) presējamās mašās, pārņēmusi anaerobā rūgšana, kuras rezultātā ir radusies etiķskābe, etilacetāts un etanols.

Sasmakums: raksturīga buķete eļļām, kas ir ātri oksidējušās.

Apsalušas olīvas (mitra koksne): tādu eļļu buķete, kas iegūtas no olīvām, kuras, tām vēl kokā esot, ir skārusi salna.

3.2. Citas negatīvas pazīmes

Pārkarsēšana vai raksturīga eļļas buķete, ko rada pārlietu stipra un/vai ilgstoša sildīšana

Piedegums: ieguves laikā, jo īpaši olīvu pastas termomaisīšanas gadījumā, ja to veic nepiemērotos temperatūras apstākļos.

Siens/koksne: buķete, kas raksturīga dažām eļļām, kuras iegūtas no sažuvušām olīvām.

Raupjums: biežuma un mīklveidīguma sajūta, kas rodas, pagāršojot dažas vecas eļļas.

Smēreļļas: buķete, kas atgādina dīzeļdegvielu, zieķeļļas vai minerāleļļu.

Izspaidu ūdens: buķete, kas raksturo eļļu, kura pārāk ilgi bijusi saskarē ar izspaidu ūdeni, kurā notikusi rūgšana.

Sālījums: buķete, kas raksturo no sāls šķīdumā iekonservētām olīvām iegūtu eļļu.

Metāls: metālu atgādinoša buķete. Pārsvārā raksturīga eļļām, kas drupināšanas, maisīšanas, spiešanas vai glabāšanas laikā ilgstoši bijušas saskarē ar metāla virsmām.

Esparto: raksturīga buķete eļļām, kuras iegūst, olīvas spiežot jaunās mašās no esparto zāles. Atkarībā no tā, vai mašas izgatavotas no svaigas vai no žāvētas esparto zāles, buķetes var būt atšķirīgas.

Kāpuri: tādu eļļu buķete, kas iegūtas no olīvām, kuras stipri bojājuši olīvu mušu (*Bactrocera oleae*) kāpuri.

Gurķi: raksturīga buķete, kas rodas, eļļu pārāk ilgi glabājot hermētiski noslēgtos traukos, jo īpaši skārda tvertnēs, kā dēļ veidojas 2,6-nonadienāls.

3.3. Pozitīvās pazīmes

Augļainums: no olīvu šķirnes atkarīgs aromātu kopums, kas raksturīgs eļļām, kuras iegūtas no nebojātiem, svaigiem augļiem, kas var būt zaļi vai gatavi. Tas ir uztverams tieši un/vai retronazāli.

Rūgtums: pamatgarša, kas raksturīga eļļām, kuras iegūtas no zaļām vai pusgatavām olīvām. Rūgto garšu nosaka ar valnīšveida garšas kārpiņām, kuras atrodas uz robežas starp mēles sakni un ķermeni.

Pikantums: kņudinoša sajūta, ko parasti rada eļļas, kuras iegūtas sezonas sākumā un – visbiežāk – no olīvām, kas vēl ir zaļas. Pikantumu var sajust visā mutes dobumā, jo īpaši rīklē.

3.4. Fakultatīvs terminu lietojums marķējumā

Žūrijas priekšsēdētājs pēc pieprasījuma var apliecināt to, ka novērtētā eļļa atbilst definīcijām un intervāliem, kurus raksturo ar turpmāk norādītajiem īpašības vārdiem, ņemot vērā attiecīgo pazīmju intensitāti un noteikšanu.

Pozitīvās pazīmes (augļainums, rūgtums un pikantums). Atbilstīgi garšas intensitātei:

— *intensīva*, ja attiecīgās pazīmes mediāna pārsniedz 6;

— *vidēja*, ja attiecīgās pazīmes mediāna ir no 3 līdz 6;

— *viegla*, ja attiecīgās pazīmes mediāna ir mazāka par 3.

Augļainums: no olīvu šķirnes atkarīgs aromātu kopums, kas raksturīgs eļļām, kuras iegūtas no nebojātiem, svaigiem augļiem, kur nav ne zaļo, ne gatavo augļu pārsvars. Tas ir uztverams tieši un/vai retronazāli.

Zaļu augļu garša: no olīvu šķirnes atkarīgs aromātu kopums, kas raksturīgs eļļām, kuras garšo pēc zaļiem augļiem un iegūtas no zaļām, nebojātām, svaigām olīvām. Tas ir uztverams tieši un/vai retronazāli.

Gatavu augļu garša: no olīvu šķirnes atkarīgs aromātu kopums, kas raksturīgs eļļām, kuras garšo pēc gataviem augļiem un iegūtas no nebojātām, svaigām olīvām. Tas ir uztverams tieši un/vai retronazāli.

Sabalansēta garša: eļļa, kuras garša nav nesabalansēta, proti, pagaršojot eļļu, nerodas tāda ožas, garšas un taustes sajūta, kurā rūgtuma un/vai pikantuma pazīmes mediāna ir par diviem punktiem lielāka par augļainuma mediānu.

Maiga eļļa: eļļa, kuras rūgtuma un pikantuma pazīmes mediāna ir 2 vai mazāka.

4. EĻĻAS DEGUSTĒŠANAS GLĀZE

Skatīt standartu IOC/T.20/Doc. Nr. 5 "Eļļas degustēšanas glāze".

5. DEGUSTĀCIJAS TELPA

Skatīt standartu IOC/T.20/Doc. Nr. 6 "Degustācijas telpas sagatavošanas norādījumi".

6. PIEDERUMI

Katrā kabīnē ir jābūt turpmāk uzskaitītajiem piederumiem, kas ir vajadzīgi degustētājiem, lai viņi varētu pienācīgi pildīt savu uzdevumu, un tiem ir jābūt ērti aizsniedzamiem:

— (standartizētām) glāzēm ar paraugiem, kuri marķēti ar kodu, pārklāti ar pulksteņstiklu un turēti $28\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$;

— profila lapām (skatīt 1. attēlu) papīra formā vai elektroniskā formātā (ar nosacījumu, ka ir izpildīti profila lapas nosacījumi) un, ja vajadzīgs, norādījumiem par profila lapas izmantošanu;

— pildspalvai vai nedzēšamai tinteī;

— traukiem ar ābolu šķēlēm un/vai ūdenim, gāzētam ūdenim un/vai sausiņiem;

— glāzei ūdens apkārtējās vides temperatūrā;

— lapai ar vispārīgajiem noteikumiem, kas uzskaitīti 8.4. un 9.1.1. iedaļā;

— splanjamtraukiem.

7. ŽŪRIJAS PRIEKŠSĒDĒTĀJS UN DEGUSTĒTĀJI

7.1. Žūrijas priekšsēdētājs

Žūrijas priekšsēdētājam jābūt atbilstīgi kvalificētai personai ar specifiskām zināšanām par eļļu veidiem, ar ko viņš saskarsies darba gaitā. Žūrijas priekšsēdētājs ir galvenais žūrijas pārstāvis un ir atbildīgs par tās organizēšanu un darbību.

Žūrijas priekšsēdētāja darbam ir nepieciešama pamatapmācība darbā ar sensoriskās analīzes rīkiem, sensoriskās prasmes, liela rūpība testu sagatavošanā, organizēšanā un izpildē, kā arī prasmes un pacietība, lai zinātniski plānotu un izpildītu testus.

Žūrijas priekšsēdētājs ir vienīgā persona, kas atbild par degustētāju atlasī, mācībām un uzraudzību, lai nodrošinātu viņu atbilstības līmeni. Tādējādi žūrijas priekšsēdētājs ir atbildīgs par degustētāju novērtējumu, kam vienmēr jābūt objektīvam un kā vajadzībām žūrijas priekšsēdētājs var izstrādāt konkrētas procedūras, kas pamatojas uz testiem un stabiliem pieņemšanas un noraidīšanas kritērijiem. Skatīt standartu IOC/T.20/Doc. Nr. 14 "Neapstrādātas olīveļļas prasmīgu degustētāju atlasī, mācību un uzraudzības norādījumi".

Žūrijas priekšsēdētājs ir atbildīgs par žūrijas darba rezultātiem un tā novērtējumu, kas žūrijas priekšsēdētājam ir ticami un objektīvi jāaplūcina. Jebkurā gadījumā žūrijas priekšsēdētājam vienmēr ir jāspēj aplūcināt, ka metode un degustētāji tiek kontrolēti. Ir ieteicams periodiski pārskatīt žūriju (IOC/T.20/Doc. Nr. 14, 5. nodaļa).

Žūrijas priekšsēdētājs ir galvenā atbildīgā persona par žūrijas ierakstu glabāšanu. Šiem ierakstiem jābūt izsekojamiem. Tiem ir jāatbilst ticamības un kvalitātes prasībām, kas noteiktas starptautiskajos sensoriskās analīzes standartos, un vienmēr ir jānodrošina paraugu anonimitāte.

Žūrijas priekšsēdētājs ir atbildīgs par inventarizāciju un nodrošina, ka iekārtas un aprīkojums, kas vajadzīgs, lai panāktu atbilstību šīs metodes specifikācijām, tiek pienācīgi tūrtis un uzturēts, un glabā rakstiskas liecības par to un par atbilstību testēšanas nosacījumiem.

Žūrijas priekšsēdētājs ir atbildīgs par paraugu pieņemšanu un glabāšanu, kad tie nonāk laboratorijā, kā arī par to glabāšanu pēc testēšanas. Pildot šo pienākumu, žūrijas priekšsēdētājs vienmēr nodrošina, ka paraugi saglabā anonimitāti un tiek pienācīgi uzglabāti; šim nolūkam žūrijas priekšsēdētājam ir jāizstrādā rakstiskas procedūras, lai nodrošinātu, ka viss process ir izsekojams un sniedz garantijas.

Turklāt žūrijas priekšsēdētājs ir atbildīgs par paraugu sagatavošanu, kodēšanu un pasniegšanu degustētājiem saskaņā ar attiecīgo testa struktūru atbilstīgi iepriekš noteiktiem protokoliem, kā arī par degustētāju iegūto datu apkopošanu un statistisko apstrādi.

Žūrijas priekšsēdētājs ir atbildīgs par jebkādu citu procedūru izstrādi un sagatavošanu, kuras varētu būt vajadzīgas, lai papildinātu šo standartu un nodrošinātu žūrijas pienācīgu darbību.

Žūrijas priekšsēdētājam ir jācenšas rast veidus, kā salīdzināt žūrijas rezultātus ar citu žūriju rezultātiem, kuras analizē nepastrādātu olīveļļu, lai noskaidrotu, vai žūrija pienācīgi darbojas.

Žūrijas priekšsēdētāja pienākums ir motivēt žūrijas locekļus, rosinot viņos interesi, zinātkāri un sacensību garu. Lai to panāktu, žūrijas priekšsēdētājam noteikti iesaka nodrošināt vienmērīgu divvirzienu informācijas plūsmu ar žūrijas locekļiem, sniedzot viņiem informāciju par visiem viņu veiktajiem uzdevumiem un iegūtajiem rezultātiem. Turklāt žūrijas priekšsēdētājs nodrošina, ka viņa viedoklis nav zināms, un nepieļauj, ka kāds vadošais loceklis, iespējams, uzspiež savus kritērijus citiem degustētājiem.

Žūrijas priekšsēdētājs degustētājiem laikus ziņo par degustāciju un atbild uz jautājumiem par testu veikšanu, bet atturas izteikt viedokli par paraugiem.

7.2. Degustētāji

Cilvēkiem, kas kā degustētāji piedalās olīveļļu organoleptiskajos testos, tas jā dara brīvprātīgi, rēķinoties ar visām šādas brīvprātīgas rīcības sekām saistībā ar pienākumiem un finansiālas atbildības neesību. Tādēļ kandidātiem ir ieteicams iesniegt rakstisku pieteikumu. Kandidātus atlasa, māca un uzrauga žūrijas priekšsēdētājs atkarībā no kandidātu prasmes noteikt atšķirības starp līdzīgiem paraugiem; jāpatur prātā, ka kandidātu precizitāte mācību gaitā uzlabosies.

Degustētājiem ir jādarbojas kā faktiskiem sensoriskajiem novērotājiem, neņemot vērā savas personīgo gaumi un aprakstot vienīgi tās izjūtas, ko viņi ir uztvēruši. Lai to paveiktu, žūrijas locekļiem ir jāstrādā klusumā, atbrīvoti no nesteidzīgi, pievērsot maksimālu sensoro uzmanību degustētajam paraugam.

Katram testam ir vajadzīgi 8–12 degustētāji, lai gan ir ieteicams nodrošināt papildu degustētājus, lai vajadzības gadījumā aizvietotu neieradušos locekļus.

8. TESTA NOSACĪJUMI

8.1. Parauga pasniegšana

Analizēšanai paredzēto eļļas paraugu pasniedz standartizētā degustācijas glāzē, kas atbilst standartam IOC/T.20/Doc. Nr. 5 "Eļļas degustēšanas glāze".

Glāzē ir 14–16 ml eļļas (vai 12,8–14,6 g eļļas, ja paraugus sver), un tā ir pārsegta ar pulksteņstiklu.

Katru glāzi marķē ar kodu, kas sastāv no nejausi izvēlētiem cipariem vai burtu un ciparu kombinācijas. Marķēšanai izmanto nesmaržīgu līdzekli.

8.2. Testa un parauga temperatūra

Degustēšanai paredzētos eļļas paraugus visā testa laikā tur glāzēs $28\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ temperatūrā. Šāda temperatūra ir izvēlēta tādēļ, ka tā atvieglo organoleptisko atšķirību noteikšanu istabas temperatūrā un ka zemākā temperatūrā šīm eļļām raksturīgajiem aromātiskajiem savienojumiem ir vāja iztvaikošanas spēja, savukārt augstākā temperatūrā veidojas gaistoši savienojumi, kas ir raksturīgi karsētām eļļām. Saistībā ar metodi, ko izmanto glāzēs esošu paraugu uzsildīšanai, skatīt standartu IOC/T.20/Doc. Nr. 5 "Eļļas degustēšanas glāze".

Degustācijas telpas temperatūrai jābūt $20\text{--}25\text{ °C}$ (skatīt IOC/T.20/Doc. Nr. 6).

8.3. Testēšanas laiki

Labākais eļļu degustēšanas laiks ir rīts. Ir pierādīts, ka dienas gaitā ir periodi, kuros garšas un smaržas uztvere ir optimāla. Ožas un garšas uztvere pirms maltītēm pastiprinās, savukārt pēc tam šī uztveres spēja samazinās.

Tomēr ar šo kritēriju nevajadzētu pārspīlēt, jo izsalkums var traucēt degustētāju darbā, tādējādi pazeminot viņu izšķiršanas spēju; tāpēc degustēšanu ir ieteicams veikt laikā no plkst. 10.00 līdz 12.00.

8.4. Degustētāji – vispārīgs rīcības kodekss

Degustētāju rīcībai darba laikā piemēro turpmāk izklāstītos ieteikumus.

Pēc žūrijas priekšsēdētāja uzaicinājuma piedalīties organoleptiskā testēšanā, degustētājiem jāspēj ierasties iepriekš noteiktajā laikā un jāievēro šādi nosacījumi:

- viņi nesmēķē un nedzer kafiju vismaz 30 minūtes pirms noteiktā testa laika;
- viņi nedrīkst lietot smaržas, kosmētiku vai ziepes, kuru smarža saglabātos līdz testa laikam. Roku mazgāšanai viņiem ir jāizmanto nesmaržīgas ziepes, rokas noskalojot un noslaukot tik daudz reižu, cik vajadzīgs, lai likvidētu jebkādas smaržas;
- viņi neēd vismaz vienu stundu pirms degustācijas;
- ja degustētāji jūtas slikti, jo īpaši gadījumā, ja ir ietekmēta viņu ožas vai garšas spēja, vai ja viņi ir psiholoģiskā noskaņojumā, kas viņiem neļauj koncentrēties darbam, degustētāji nepiedalās degustēšanā un attiecīgi informē žūrijas priekšsēdētāju;
- ja degustētāji ir ievērojuši iepriekš izklāstītos nosacījumus, viņi kārtīgi un klusi ieņem savu vietu norādītajā kabīnē;
- viņi rūpīgi izlasa profila lapā dotos norādījumus un nesāk izmeklēt paraugu, līdz nav pilnīgi sagatavojušies veicamajam uzdevumam (atbrīvoti un nesteidzīgi). Šaubu gadījumā viņi privāti apspriežas ar žūrijas priekšsēdētāju;
- uzdevuma izpildes laikā viņiem ir jāievēro klusums;
- lai netraucētu koncentrēšanos un kolēģu darbu, mobilajiem tālruniem visu laiku jābūt izslēgtiem.

9. NEAPSTRĀDĀTAS OLĪVEĻĻAS ORGANOLEPTISKĀS NOVĒRTĒŠANAS UN KLASIFICĒŠANAS PROCEDŪRA

9.1. Degustēšanas metode

9.1.1. Degustētāji paceļ glāzi, nenoņemot no tās pulksteņstiklu, un to nedaudz sasver; pēc tam viņi glāzi šādā pozīcijā pilnīgi apgriež riņķī, lai pēc iespējas vairāk saslapinātu glāzes iekšējās malas. Kad šis posms ir pabeigts, degustētāji noņem pulksteņstiklu un pasmaržo paraugu, lēnām un dziļi ievēlot elpu, lai novērtētu eļļu. Smaržošana nedrīkst pārsniegt 30 sekundes. Ja šajā laikā nav izdarīti nekādi secinājumi, pirms nākamā mēģinājuma viņi neilgu laiku atpūšas.

Kad ožas tests ir paveikts, degustētāji novērtē mutes izjūtas (vispārējās retronazālās, garšas un taustes izjūtas). Šim nolūkam viņi iemalko aptuveni 3 ml eļļas. Ir ļoti svarīgi izplatīt eļļu visā mutes dobumā no mutes priekšējās daļas, mēles, mutes malām un aizmugurējās daļas līdz aukslējām un rīklei, jo, kā ir zināms, garšu un taustes izjūtu intensitāte atšķiras atkarībā no mēles, aukslēju un rīkles zonas.

Jāuzsver, ka ir būtiski, lai pietiekams daudzums eļļas tiktu ļoti lēnām izplatīts pāri mēlei aukslēju un rīkles virzienā, kamēr degustētājs koncentrējas uz secību, kādā parādās rūgta un pikanta garša. Ja tas netiek darīts, dažos eļļu veidos šīs abas izjūtas var palikt nepamanītas vai arī rūgtumu var pārmākt pikantums.

Īsi, secīgi elpas vilcieni, ievēkot gaisu caur muti, ļauj degustētājam ne tikai paraugu plaši izplatīt pa visu muti, bet arī retronazāli uztvert gaistošos aromātiskos savienojumus, piespiežot sevi izmantot šo kanālu.

Jāņem vērā pikantuma iedarbība uz taustes sajūtām. Šim nolūkam ir ieteicams eļļu norīt.

- 9.1.2. Veicot neapstrādātas olīveļļas organoleptisko novērtējumu, ir ieteicams katrā testēšanas sesijā novērtēt ne vairāk kā ČETRUS PARAGUS un dienā veikt ne vairāk kā trīs testēšanas sesijas, lai izvairītos no kontrasta efekta, ko varētu radīt citu paraugu tūlītēja degustēšana.

Tā kā secīga degustēšana var izraisīt jūtīguma samazināšanos vai zudumu, ko rada iepriekšējie paraugi, ir jāizmanto produkts, kas likvidē no iepriekšējās degustēšanas mutē atlikušo eļļu.

Ir ieteicams izmantot nelielu šķēli ābola, ko pēc sakošļāšanas var izmest sļaujamtraukā. Pēc tam muti izskalo ar nelielu daudzumu istabas temperatūras ūdens. Starp vienas sesijas beigām un nākamās sākumam jāpaiet vismaz 15 minūtēm.

9.2. Degustētāju profila lapas izmantošana

Degustētājiem paredzētā profila lapa ir norādīta šā pielikuma 1. attēlā.

Katrs žūrijā ietilpstošais degustētājs vispirms nosaka vērtējamās eļļas smaržu, tad garšu⁽¹⁾. Pēc tam degustētāji reģistrē intensitāti, ar kādu viņi uztver katru no negatīvajām un pozitīvajām pazīmēm, izmantojot 10 cm skalu, kas sniegta norādītajā profila lapā.

Ja degustētāji konstatē negatīvas pazīmes, kas nav norādītas 4. iedaļā, viņi tās reģistrē sadaļā "Citas", izmantojot terminu vai terminus, kuri visprecīzāk apraksta pazīmes.

9.3. Žūrijas priekšsēdētāja rīcība ar datiem

Žūrijas priekšsēdētājs savāc degustētāju aizpildītās profila lapas un pārskata dažādām pazīmēm norādīto intensitāti. Ja tiek konstatētas neatbilstības, žūrijas priekšsēdētājs lūdz attiecīgo degustētāju vēlreiz pārbaudīt profila lapu un, ja vajadzīgs, atkārtot testu.

Žūrijas priekšsēdētājs katru žūrijas locekļa novērtējumu datus ievada datorprogrammā, piemēram, datorprogrammā, kāda paredzēta standartā IOC/T.20/Doc. Nr. 15, lai statistiski aprēķinātu analīzes rezultātus, pamatojoties uz to mediānu aprēķiniem. Skatīt šā pielikuma 9.4. iedaļu un papildinājumu. Konkrēta parauga datus ievada, izmantojot matricu ar 9 slejām, kurās ieraksta 9 sensorās pazīmes, un n rindām, kur "n" ir žūrijā ietilpstošo degustētāju skaits.

Ja vismaz 50 % žūrijas locekļu ir konstatējuši defektu un reģistrējuši to sadaļā "Citas", žūrijas priekšsēdētājs aprēķina šā defekta mediānu un izsecina atbilstīgo klasifikāciju.

Klasifikācijas noteicošā noturīgā variāciju koeficienta vērtība (defekts ar spēcīgāko intensitāti un augļainums) nedrīkst pārsniegt 20 %.

Pretējā gadījumā žūrijas priekšsēdētājam ir jāatkārto konkrētā parauga novērtējums vēl vienā degustēšanas sesijā.

Ja šāda situācija bieži atkārtojas, žūrijas priekšsēdētājam ir ieteicams nodrošināt degustētājiem konkrētas papildu mācības (IOC/T.20/Doc. Nr. 14, 5. nodaļa) un izmantot atkārtojāmības indeksu un novirzes indeksu, lai pārbaudītu žūrijas darbības rezultātus (IOC/T.20/Doc. Nr. 14, 6. nodaļa).

9.4. Eļļas klasificēšana

Eļļas šķiru nosaka, ņemot vērā defektu mediānu un augļainuma mediānu. Defektu mediāna ir intensīvākā konstatētā defekta mediāna. Defektu *mediānu* un augļainuma mediānu norāda ar vienu zīmi aiz komata.

(1) Degustētāji var negaršot eļļu, ja ar tiešiem ožas paņēmieniem tiek konstatēta ārkārtīgi spēcīga negatīvā pazīme, un tādā gadījumā viņi šo ārkārtējo apstākli reģistrē profila lapā.

Eļļas šķiru nosaka, defektu mediānu un augļainuma mediānu salīdzinot ar turpmāk norādītajiem atsauces intervāliem. Intervālu robežas ir noteiktas, ņemot vērā metodes kļūdu, un tāpēc tiek uzskatītas par absolūtām. Attiecīgs programmatūras nodrošinājums ļauj iedalījumu šķirās attēlot statistikas datu tabulas vai grafika veidā.

- (a) Neapstrādāta augstākā labuma olīveļļa: defektu mediāna ir 0, augļainuma mediāna ir lielāka par 0.
- (b) Neapstrādāta olīveļļa: defektu mediāna ir lielāka par 0, bet nav lielāka par 3,5, augļainuma mediāna ir lielāka par 0.
- (c) Spīdīgā olīveļļa: defektu mediāna ir lielāka par 3,5, vai arī defektu mediāna ir mazāka par vai vienāda ar 3,5 un augļainuma mediāna ir 0.

1. piezīme.

Ja rūgtuma un/vai pikantuma mediāna ir lielāka par 5,0, žūrijas priekšsēdētājs to norāda eļļas testa sertifikātā.

1. attēls

PROFILA LAPA NEAPSTRĀDĀTAI OLĪVEĻLAI

Konstatēto defektu intensitāte	
Asa smarža un garša/ duļķes (*)	
Pelējums/mitra zeme (*)	
Vīns/etiķis/ skābums (*)	
Apsalušas olīvas (mitra koksne)	
Sasmakums	
Citas negatīvas pazīmes:	
Apraksts:	Metāls <input type="checkbox"/> Siens <input type="checkbox"/> Kāpuri <input type="checkbox"/> Raupjums <input type="checkbox"/> Sāļjums <input type="checkbox"/> Pārkarsēšana vai piedegums <input type="checkbox"/> Izspaidu ūdens <input type="checkbox"/> Esparto <input type="checkbox"/> Gurķi <input type="checkbox"/> Smēreļļas <input type="checkbox"/>
(*) Lieko svītrot	
Konstatēto pozitīvo pazīmju intensitāte	
Augļainums	
	Zaļi augļi <input type="checkbox"/> Gatavi augļi <input type="checkbox"/>
Rūgtums	
Pikantums	
Degustētāja vārds, uzvārds:	Degustētāja kods:
Parauga kods:	Paraksts:

Papildinājums

Mediānas un ticamības intervālu aprēķināšana**Mediāna**

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

Mediāna ir reālais skaitlis X_m , kuru raksturo tas, ka varbūtība (p), ka sadalījuma vērtības (X) ir mazākas par šo skaitli (X_m), nepārsniedz 0,5, un vienlaikus varbūtība (p), ka sadalījuma vērtības (X) ir mazākas vai vienādas ar X_m , ir vienāda ar 0,5 vai lielāka par to. Saskaņā ar praktiskāku definīciju mediāna ir 50. procentile sadalījumā, kurā skaitļi ir sakārtoti augošā secībā. Vienkāršāk sakot, tā ir tādas sakārtotas rindas viduspunkts, kurā ir nepāra skaits skaitļu, vai arī tādas sakārtotas rindas divu viduspunktu vidējais, kurā ir pāra skaits skaitļu.

Robustā standartnovirze

Lai ticami novērtētu variānsu izkliedi ap vidējo vērtību, ir jāizmanto Stjuarta un Kendela (4) metode robustās standartnovirzes noteikšanai. Pēc turpmāk norādītās formulas aprēķina asimptotisko standartnovirzi, proti, apskatāmo datu variācijas robusto novērtējumu, kur N ir novērojumu skaits un IQR ir interkartilais intervāls, kurš atbilst tieši 50 % gadījumam, lai kāds būtu varbūtības sadalījums:

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

Interkartilo intervālu iegūst, aprēķinot novirzes lielumu intervālā starp 75. un 25. procentili.

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

Kur procentile ir vērtība X_{pc} , kuru raksturo tas, ka varbūtība (p), ka sadalījuma vērtības ir mazākas par X_{pc} , nepārsniedz noteiktu simtdaļu, un vienlaikus varbūtība (p), ka sadalījuma vērtības ir lielākas par vai vienādas ar X_{pc} , ir vienāda minēto simtdaļu vai pārsniedz to. Attiecīgā simtdaļa norāda izvēlēto sadalījuma fraktīli. Mediānas gadījumā tā ir 50/100.

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

Praktisku apsvērumu dēļ procentile ir sadalījuma vērtība, kas atbilst noteiktam apgabalam, kurš atlikts uz sadalījuma jeb blīvuma līknes. Piemēram, 25. procentile atbilst sadalījuma vērtībai, kuru raksturojošais apgabals ir vienāds ar 0,25 jeb 25/100.

Šīs metodes ietvaros procentiles aprēķina, pamatojoties uz faktiskajām vērtībām, ko iegūst no datu matricas (procentiļu aprēķināšanas procedūra).

Robustais variāciju koeficients (%)

CV_r % ir tikai skaitlis, kas procentuāli izsaka analizētas skaitļu rindas variabilitāti. Šā iemesla dēļ šis koeficients lieti noder, kad jāpārlicinās par to, vai zūrijas locekļu spriedumam var uzticēties.

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

Ticamības intervālu atbilstība 95 % no mediānas intervāla

Ticamības intervāls, kas atbilst 95 % (pirmās pakāpes kļūdas vērtība ir 0,05 jeb 5%), ir tas, kurā mediānas vērtība mainītos, ja testu atkārtotu bezgalīgi daudz reižu. Praksē ar šo intervālu izsaka variācijas intervālu, kāds tas būtu konkrētajam testam izraudzītajos apstākļos, ja minēto testu varētu atkārtot vairākkārt. Tāpat kā CV_r % gadījumā, ar šā intervāla palīdzību var novērtēt testa rezultātu ticamību.

$$C.I._{upper} = Me + (c \times s^*)$$

$$C.I._{lower} = Me - (c \times s^*)$$

kur $C = 1,96$, ja ticamības intervāls ir 95 %.

Aprēķinu lapas piemērs ir sniegts standarta IOC/T 20/Doc. Nr. 15 I pielikumā.

Atsauces

- (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. Nr. 14.
 - (8) IOC/T.20/Doc. Nr. 15.
 - (9) ISO/IEC 17025:05.”
-

VI PIELIKUMS

"XXa PIELIKUMS

METODE CITU EĻĻU NOTEIKŠANAI OLĪVEĻĻĀS

1. DARBĪBAS JOMA

Šo metodi izmanto, lai noteiktu citu augu eļļu klātbūtni olīveļļās. Olīveļļās var noteikt augu eļļas ar augstu linolskābes saturu (sojas, rapšu, saulespuķu eļļa utt.) un dažas augu eļļas ar augstu oleīnskābes saturu, piemēram, lazdu riekstu eļļu, saulespuķu un olīvu izspaidu eļļu ar augstu oleīnskābes saturu. Noteiktais līmenis ir atkarīgs no šīs citas eļļas veida un olīvu šķirnes. Attiecībā uz lazdu riekstu eļļu noteikšanas līmenis parasti ir 5–15 %. Ar šo metodi nav iespējams identificēt noteiktās citas eļļas veidu, un tā norāda vienīgi to, vai olīveļļa ir vai nav tīra.

2. PRINCIPS

Eļļu attīra ar cietās fāzes ekstrakciju (SPE) uz silikagēlu kasetnēm. Triacilglicerīnu (TAG) sastāvu nosaka ar apgrieztais fāzes augstas izšķirtspējas šķidrums hromatogrāfiju, izmantojot refrakcijas koeficienta mēriekārtu un par kustīgo fāzi izmantojot propionitrilu. Tauskābju metilesterus (FAME) pagatavo no attīrītas eļļas, izmantojot metilēšanu ar aukstu KOH šķīdumu metanolā (XB pielikums), un pēc tam esterus analizē ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfiju, izmantojot augstas polārās kolonnas (XA pielikums). Teorētisko triacilglicerīna sastāvu aprēķina no taukskābju sastāva, izmantojot datorprogrammu un pieņemot 1,3-nejaušu, 2-nejaušu taukskābju izplatību triacilglicerīnā ar piesātināto taukskābju ierobežojumiem 2. pozīcijā. Aprēķināšanas metode ir XVIII pielikumā aprakstītās metodes variants. Vairākus matemātiskos algoritmus aprēķina no teorētiskā un eksperimentālā (HPLC) triacilglicerīna sastāva un iegūtās vērtības salīdzina ar datubāzē esošajām vērtībām, kas iegūtas no tīrām olīveļļām.

3. MATERIĀLI UN REAĢENTI

3.1. Eļļas attīrīšana

3.1.1. Koniskas 25 ml tilpuma kolbas.

3.1.2. 5 ml tilpuma stikla mēģenes ar aizskrūvējamu aizbāzni no politetrafluoretilēna.

3.1.3. Silikagēla kasetnes, 1 g (6 ml), cietās fāzes ekstrakcijai (piemēram, Waters, Masačūsetsa, ASV).

3.1.4. N-heksāns, analītiskas tīrības.

3.1.5. Heksāna/dietilētera šķīdumu maisījums (87:13, tilpums/tilpums).

3.1.6. N-heptāns, analītiskas tīrības.

3.1.7. Acetons, analītiskas tīrības.

3.2. Triacilglicerīnu HPLC analīze

3.2.1. Mikrošļirces (50 µL) un adatas ievadīšanai HPLC.

3.2.2. Propionitrils, izcilas tīrības vai HPLC tīrības (piemēram, ROMIL, Kembridža, Apvienotā Karaliste), ko izmanto kā kustīgo fāzi.

3.2.3. HPLC kolonna (25 cm x 4 mm iekšējais diametrs), kurā iepildīta RP-18 fāze (daļiņu lielums 4 µm).

3.3. Tauskābju metilesteru sagatavošana

(skatīt XB pielikumu)

3.3.1. Metanols, kas satur ne vairāk par 0,5 % ūdens.

3.3.2. Heptāns, analītiskas tīrības.

3.3.3. 2N kālija hidroksīda šķīdumā metanolā. Izšķīdina 1,1 g kālija hidroksīda 10 ml metanola.

3.3.4. 5 ml tilpuma stikla mēģenes ar aizskrūvējamu aizbāzni no politetrafluoretilēna.

3.4. FAME gāzu hromatogrāfijas analīze

(Skatīt XA pielikumā izklāstīto *trans*-nepiesātināto taukskābju noteikšanu ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfijas metodi).

3.4.1. Mikrošļirces (5 µL) un adatas ievadīšanai gāzu hromatogrāfijā.

3.4.2. Ūdeņradis vai hēlijs kā nesējgāze.

- 3.4.3. Ūdeņradis un skābeklis liesmas jonizācijas detektoram.
- 3.4.4. Slāpeklis vai hēlijs kā papildu nesējgāze.
- 3.4.5. Kvarca kapilārā kolonna (50–60 m x 0,25–0,30 mm iekšējo diametru), pārklāta ar sianopropilpolisiloksāna vai sianopropilfenilsiloksāna fāzēm (SP-2380 vai līdzīgām), kuru slāņa biezums ir 0,20–0,25 μm.

4. APARATŪRA

- 4.1. Vakuuma iekārta cietās fāzes ekstrakcijai.
- 4.2. Rotācijas ietvaicētājs.
- 4.3. HPLC aprīkojums, kas sastāv no:
 - 4.3.1. atgāzētāja kustīgajai fāzei;
 - 4.3.2. reodīna inžektora vārsta ar 10 μl cilpu;
 - 4.3.3. augstspiediena sūkņa;
 - 4.3.4. termostata žāvēšanas skapja HPLC kolonnai, kurš spēj uzturēt temperatūru, kas zemāka par apkārtējās vides temperatūru (15–20 °C) (piemēram, Peltier tipa);
 - 4.3.5. refrakcijas koeficienta detektora;
 - 4.3.6. datorizētu datu ieguves sistēmas ar integrēšanas programmu.
- 4.4. XA pielikumā aprakstītais kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfijas aprīkojums ar:
 - 4.4.1. plūsmas dalījuma inžektoru;
 - 4.4.2. liesmas jonizācijas detektoru;
 - 4.4.3. žāvēšanas skapi ar programmējamu temperatūru;
 - 4.4.4. datorizētu datu ieguves sistēmu ar integrēšanas programmu.
- 4.5. Dators ar Microsoft EXCEL programmu.

5. ANALĪTISKĀ PROCEDŪRA

5.1. Eļļas attīrīšana

SPE silikagēla kasetni ievieto vakuuma eluēšanas iekārtā un mazgā vakuumā ar 6 ml heksāna. Vakuumu atbrīvo, lai neļautu kolonnai izžūt, un zem kasetnes novieto konisko kolbu. Eļļas (aptuveni 0,12 g) šķīdumu 0,5 ml heksāna ievada kolonnā, šķīdumu izvelk cauri un pēc tam eluē ar 10 ml heksāna/dietilētera šķīdumu maisījuma (3.1.5. punkts) (87:13, tilpums/tilpums) vakuuma apstākļos. Eluēto šķīdinātāju homogenizē un aptuveni pusi tilpuma ielej citā koniskajā kolbā. Abus šķīdumus atsevišķi iztvaicē sausus rotācijas ietvaicētājā pazemināta spiediena apstākļos istabas temperatūrā. Triacilglicerīna analizēšanai vienu no atlikumiem izšķīdina 1 ml acetona (skatīt 5.2. punkta pirmo daļu) un ielej aizskrūvējamā 5 ml stikla mēģenē. Otru atlikumu izšķīdina 1 ml *n*-heptāna un ielej citā 5 ml aizskrūvējamā stikla mēģenē, lai sagatavotu taukskābju metilesterus.

Piezīme. Eļļu var attīrīt, izmantojot silikagēla kolonnu, kā aprakstīts IUPAC metodē 2.507.

5.2. Triacilglicerīnu HPLC analīze

Uzstāda HPLC sistēmu, uzturot kolonnas temperatūru pie 20 °C un izmantojot propionitrilu kā kustīgo fāzi ar plūsmas ātrumu 0,6 ml/min. Kad nulles līnija ir stabila, ievada šķīdinātāju. Ja nulles līnija šķiet traucēta 12–25 min reģionā, izmanto cita veida acetonu vai propionitrila/acetona maisījumu (25:75), lai izšķīdinātu paraugu.

Piezīme. Daži acetona veidi iztraucē nulles līniju iepriekš minētajā reģionā.

Ievada 10 μl alikvotu attīrītas eļļas šķīduma acetona (5 %). Cikls ilgst aptuveni 60 min. Žāvēšanas skapja temperatūra un/vai plūsmas ātrums ir jāpielāgo, lai panāktu 1. attēlā redzamajai hromatogrammai līdzīgu hromatogrammu, kur trilinoleīns (1. smaile) eluējas 15,5. minūtē un starp LLL/OLLn (1. un 2. smaile) un OLL/OOLn (4. un 5. smaile) ir laba izšķirtspēja.

2. smailes augstumam (OLLn+PoLL) ir jāsasniedz vismaz 3 % no pilnas skalas.

5.3. Tauskābju metilesteru sagatavošana

0,1 ml 2N kālija hidroksīda šķīduma metanolā pievieno attīrītas eļļas šķīdumam 1 mL *n*-heptāna. Mēģeni aiztaisa un cieši aizskrūvē. Mēģeni spēcīgi krata 15 sekundes un atstāj noslāņoties, līdz augšējās slānis kļūst dzidrs (5 minūtes). *N*-heptāna šķīdums ir gatavs ievadīšanai gāzu hromatogrāfā. Šķīdumu var atstāt istabas temperatūrā ne ilgāk kā uz 12 stundām.

5.4. Tauskābju metilesteru gāzu hromatogrāfijas analīze

Jāizmanto procedūras, kas aprakstītas *trans*-nepiesātināto taukskābju noteikšanas metodē (skatīt XA pielikumu).

Gāzu hromatogrāfijas sistēmas žāvēšanas skapī iestata 165 °C temperatūru. Žāvēšanas skapja ieteicamā temperatūra ir izotermiska pie 165 °C 10 minūtes, pēc tam to paaugstina līdz 200 °C par 1,5 °C/min. Inžektora ieteicamā temperatūra no 220 °C līdz 250 °C, lai pēc iespējas mazinātu *trans*-taukskābju veidošanos (skatīt XA pielikumu). Detektora temperatūra ir 250 °C. Kā nesējgāze ir jāizmanto ūdeņradis vai hēlijs pie kolonnas priekšgala spiediena aptuveni 130 kPa. Ievadītais tilpums ir 1 µl, ja veic ievadīšanu plūsmas dalīšanas režīmā.

Jāiegūst 2. attēlā redzamajam līdzīgs gāzu hromatogrāfijas profils. Īpaša uzmanība ir jāpievērš izšķirtspējai starp C18:3 un C20:1 (C18:3 smailei ir jāparādās pirms C20:1). Lai panāktu šādus apstākļus, jāoptimizē sākotnējā temperatūra un/vai kolonnas priekšgala spiediens. Inžektora apstākļus (temperatūru, dalīšanas attiecību un tilpuma ievadīšanu) noregulē, lai pēc iespējas samazinātu palmitīnskābes un palmitoleīnskābes nošķiršanu.

C20:0 smailes augstumam jābūt aptuveni 20 % no pilnas skalas, lai kvantificētu *trans*-izomērus. Ja šķiet, ka C18:0 smaile ir izkropļota, samazina parauga lielumu.

6. HROMATOGRĀFISKO SMAIĻU INTEGRĒŠANA

6.1. HPLC hromatogramma

1. attēlā ir parādīta attīrītas olīveļļas triacilglicerīnu tipiska HPLC hromatogramma. Lai integrētu smailes, ir jāizseko trīs nulles līnijas: pirmā starp 1. smailes sākumu un 3. smailes beigām; otrā starp 4. smailes sākumu un ieleju pirms 8. smailes; trešā starp ieleju pirms 8. smailes un 18. smailes beigām.

Kopējais laukums ir visu smaiļu (noteikto un nenoteikto) (no 1. smailes līdz 18. smailei) laukumu summa. Katras smailes procentuālo daļu nosaka šādi:

$$\text{TAG}_x (\%) = 100 (A_x + A_T)$$

Procenti jānorāda ar divām zīmēm aiz komata.

6.2. Gāzu hromatogramma

Turpmāk 2. attēlā ir parādīta no attīrītas olīveļļas iegūtu taukskābju alkilesteru gāzu hromatogramma. Ir jāaprēķina turpmāk uzskaitīto taukskābju īpatsvari.

Palmitīnskābe	P (C16:0)	=	metilesteris + etilesteris
Stearīnskābe	S (C18:0)	=	metilesteris
Palmitoleīnskābe	Po (C16:1)	=	divu <i>cis</i> -izomēru metilesteru summa
Oleīnskābe	O (C18:1)	=	divu <i>cis</i> -izomēru metilesteru + etilesteru + <i>trans</i> -izomēru summa
Linolskābe	L (C18:2)	=	metilesteris + etilesteris + <i>trans</i> -izomēri
Linolēnskābe	Ln (C18:3)	=	metilesteris + <i>trans</i> -izomēri
Arahīnskābe	A (C20:0)	=	metilesteris
Eikozānskābe (gondoīnskābe)	G (C20:1)	=	metilesteris

Etilesteru un *trans*-izomēru esteru hromatogrammā var nebūt.

Kopējais lauks ir visu hromatogrammā redzamo smaiļu summa no C14:0 līdz C24:0, izņemot to, kas atbilst skvalēnam. Katras smailes īpatsvaru aprēķina šādi:

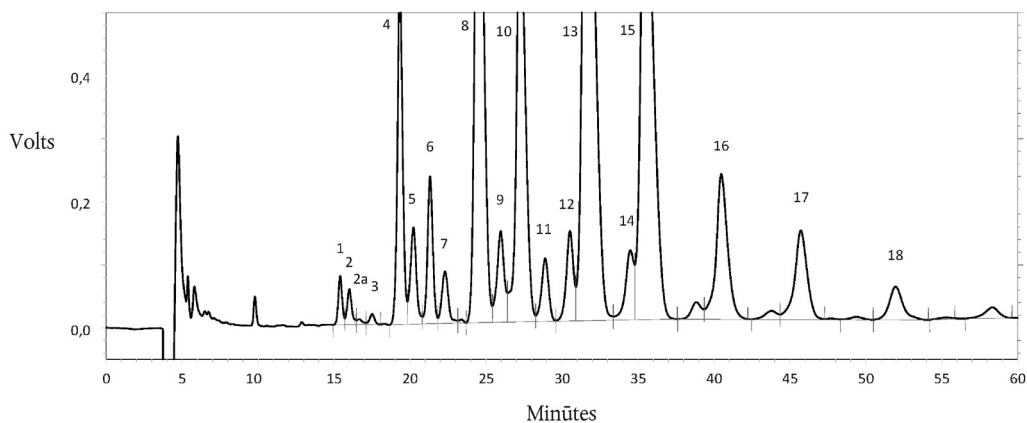
$$\text{FA}_x (\%) = 100 (A_x + A_T)$$

Rezultāti jānorāda ar divām zīmēm aiz komata.

Datorprogrammu aprēķiniem nav jānormalizē līdz 100, jo tas notiek automātiski.

1. attēls

“Chamlali” neapstrādātas olīveļļas TAG HPLC hromatogramma. Hromatogrāfisko smaīļu galvenie komponenti



- (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. tabula

Neapstrādātas olīveļļas TAG noteikšanas atkārtojamība, ja izmanto HPLC, kurā kolonnas temperatūra ir 20 °C un par kustīgo fāzi izmanto propionitrilu

ECN	HPLC smaīles	TAG	1. paraugs		2. paraugs		3. paraugs		4. paraugs		5. paraugs	
			Vidējais (%)	RSD _r (%)	Vidējais (%)	RSD _r (%)	Vidējais (%)	RSD _r (%)	Vidējais (%)	RSD _r (%)	Vidējais (%)	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

7. CITU EĻĻU NOTEIKŠANA OLĪVEĻĻĀS

Standarta IOC/T.20/Doc. Nr. 25 I pielikumā ir izklāstīta aprēķināšanas metode, ko izmanto, lai olīveļļās noteiktu citas eļļas, salīdzinot matemātiskus algoritmus ar datubāzi, kurā pieejami dati par tūrām olīveļļām.”
