

KOMISIJAS ĪSTENOŠANAS REGULA (ES) 2015/1833**(2015. gada 12. oktobris),****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 Eiropas Parlamenta un Padomes 2013. gada 17. decembra Regulu (ES) Nr. 1308/2013, ar ko izveido lauksaimniecības produktu tirgu kopīgu organizāciju un atceļ Padomes Regulas (EEK) Nr. 922/72, (EEK) Nr. 234/79, (EK) Nr. 1037/2001 un (EK) Nr. 1234/2007 ⁽¹⁾, un jo īpaši tās 91. panta pirmās daļas d) apakšpunktu un otro daļu,

tā kā:

- (1) Komisijas Regulā (EEK) Nr. 2568/91 ⁽²⁾ ir noteiktas olīveļļas un olīvu izspaidu eļļas fizikāli ķīmiskās un organoleptiskās īpašības, kā arī šādu īpašību novērtēšanas metodes. Šīs metodes tiek regulāri atjauninātas, pamatojoties uz ķīmijas ekspertu viedokli un ievērojot Starptautiskās Olīvu padomes (IOC) paveikto.
- (2) Lai nodrošinātu to, ka Savienības līmenī tiek ieviesti jaunākie starptautiskie standarti, kurus noteikusi IOC, būtu jāatjaunina dažas analīzes metodes, kas noteiktas Regulā (EEK) Nr. 2568/91.
- (3) Ņemot vērā pieredzi, šķiet, ka metode, ko lieto, lai noteiktu citu augu eļļu klātesību olīveļļā, var kļūdaini uzrādīt pozitīvus rezultātus. Tāpēc būtu jāsvīturo atsauces uz šo metodi.
- (4) Tādēļ būtu attiecīgi jāgroza Regula (EEK) Nr. 2568/91.
- (5) Šajā regulā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Lauksaimniecības tirgu kopīgās organizācijas komitejas atzinumu,

IR PIEŅĒMUSI ŠO REGULU.

1. pants

Regulu (EEK) Nr. 2568/91 groza šādi:

1) regulas 2. panta 1. punktu groza šādi:

a) pirmo daļu groza šādi:

i) daļas g) punktu aizstāj ar šādu:

“g) taukskābju sastāvu nosaka ar X pielikumā izklāstīto metodi;”;

ii) daļas l) punktu aizstāj ar šādu:

“l) alifātisko spirtu un triterpēnspirtu saturu nosaka ar XIX pielikumā izklāstīto metodi;”;

b) otro daļu svīturo;

2) pielikumu kopsavilkumu groza šādi:

a) atsauces uz XA un XB pielikumu, tostarp šo pielikumu nosaukumus, aizstāj ar šādu vienu atsauci:

“X pielikums Taukskābju metilesteru noteikšana ar gāzu hromatogrāfiju”;

⁽¹⁾ OV L 347, 20.12.2013., 671. 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.).

- b) atsaucē uz XIX pielikumu šā pielikuma nosaukumu aizstāj ar šādu:
“Alifātisko spirtu un triterpēnspirtu saturs noteikšana, izmantojot gāzu hromatogrāfiju ar kapilāro kolonnu”;
- c) atsauci uz XXa pielikumu svītros;
- 3) regulas Ib pielikuma 1. papildinājumu groza saskaņā ar šīs regulas I pielikumu;
- 4) regulas V pielikumu groza saskaņā ar šīs regulas II pielikumu;
- 5) regulas IX pielikumu aizstāj ar šīs regulas III pielikuma tekstu;
- 6) regulas XA un XB pielikumu aizstāj ar šīs regulas IV pielikuma tekstu;
- 7) regulas XII pielikumu groza saskaņā ar šīs regulas V pielikumu;
- 8) regulas XIX pielikumu groza saskaņā ar šīs regulas VI pielikumu;
- 9) regulas XXa pielikumu svītros.

2. pants

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

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

Briselē, 2015. gada 12. oktobrī

Komisijas vārdā –
priekšsēdētājs
Jean-Claude JUNCKER

I PIELIKUMS

Regulas (EEK) Nr. 2568/91 1b pielikuma 1. papildinājumā atbilstības tabulu groza šādi:

1) rindu par *trans*-izomēriem taukskābēs un rindu par taukskābju saturu aizstāj ar šādām:

“— <i>Trans</i> -izomēri taukskābēs	X pielikums	Taukskābju metilesteru noteikšana ar gāzu hromatogrāfiju
— Taukskābju saturs	X pielikums	Taukskābju metilesteru noteikšana ar gāzu hromatogrāfiju”

2) rindu par alifātiskajiem spirtiem aizstāj ar šādu:

“— Alifātiskie spirti un triterpēnspirti	XIX pielikums	Alifātisko spirtu un triterpēnspirtu satura noteikšana, izmantojot gāzu hromatogrāfiju ar kapilāro kolonnu”
--	---------------	---

II PIELIKUMS

Regulas (EEK) Nr. 2568/91 V pielikumā 6.2. punktu aizstāj ar šādu:

“6.2. Katra atsevišķā sterīna procentus aprēķina pēc attiecīgā smailes laukuma attiecības pret sterīnu smaīļu kopējo laukumu:

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

kur:

A_x = x smailes laukums,

$\sum A$ = sterīnu smaīļu kopējais laukums.”

III 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. Absorbēcija pie metodē noteiktajiem viļņa garumiem notiek oksidēšanās un/vai rafinēšanas procesā konjugētu diēnu un triēnu sistēmu klātbūtnes dēļ. Šo absorbēciju izsaka kā īpatnējo ekstinkciju $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (1 % (masas) tauku šķīduma ekstinkcija attiecīgā šķīdinātājā 10 mm kivetē), ko parasti apzīmē ar K (sauc arī par "ekstinkcijas koeficientu").

1. DARBĪBAS JOMA

Šajā pielikumā aprakstīta procedūra olīveļļas spektrofotometriskajai analīzei UV spektrā.

2. METODES PRINCIPS

Paraugu šķīdina vajadzīgajā šķīdinātājā un pie noteiktiem viļņa garumiem izmēra šķīduma absorbēciju attiecībā pret tīru šķīdinātāju.

Vielas koncentrācijai 1 % (masas) 10 mm kivetē aprēķina īpatnējo ekstinkciju pie 232 nm un 268 nm izooktānā vai 232 nm un 270 nm cikloheksānā.

3. IEKĀRTA

3.1. Spektrofotometrs mērījumiem ultravioletajā spektra daļā (starp 220 un 360 nm) ar iespēju nolasīt atsevišķas nanometru vienības. Ieteicams regulāri pārbaudīt spektrometra viļņa garuma un absorbēcijas skalu precizitāti un reproducējamību, kā arī izkliedēto gaismu.

3.1.1. *Viļņa garuma skala.* To var pārbaudīt, izmantojot references materiālu – optiskā stikla filtru, kas satur holmija oksīdu vai holmija oksīda šķīdumu (var būt hermētisks), kam ir izteiktas absorbēcijas joslas. References materiāli ir paredzēti, lai verificētu un kalibrētu viļņa garuma skalas spektrofotometriem, kuri darbojas redzamajā un ultravioletajā starojuma apgabalā un kuriem nominālais spektrālās joslas platums ir ne vairāk par 5 nm. Mērījumus salīdzina ar gaisa tukšo paraugu 640–240 nm viļņa garuma diapazonā, ievērojot references materiāliem pievienotās instrukcijas. Ikreiz, kad maina spraugas platumu, izdara bāzes līnijas korekciju ar baltas gaismas kūli. Attiecīgē viļņa garumi ir uzskaitīti standarta references materiāla sertifikātā.

3.1.2. *Absorbēcijas skala.* To var pārbaudīt, izmantojot komerciāli pieejamus hermētiskus references materiālus – paskābinātus kālija dihromāta šķīdumus noteiktās koncentrācijās un ar sertificētām absorbēcijas vērtībām pie λ_{max} (4 kālija dihromāta šķīdumi perhlorskābē, kas hermētiski ievietoti četrās UV paredzētās kvarca kivetēs, lai noteiktu linearitātes un fotometriskās pareizības referenci UV). Pēc bāzes līnijas korekcijas kālija dihromāta šķīdumus salīdzina ar tukšo izmantotās skābes paraugu, ievērojot references materiālam pievienotās instrukcijas. Attiecīgās absorbēcijas vērtības ir uzskaitītas references materiāla sertifikātā.

Alternatīvs veids, kādā pārbaudīt fotoelementa un fotomultiplikatora signālu, ir šāds: spektrofotometrijas veikšanai iesver 0,2000 g kālija hromāta un 1 000 ml mērkolbā to izšķīdina 0,05 N kālija hidroksīda šķīdumā, un uzpilda līdz zīmei. Ņem precīzi 25 ml iegūtā šķīduma, pārnes 500 ml mērkolbā un uzpilda līdz zīmei ar to pašu kālija hidroksīda šķīdumu.

Izmēra šādi iegūtā šķīduma ekstinkciju pie 275 nm, lietojot kālija hidroksīda šķīdumu kā references šķīdumu. Lietojot 1 cm kivetī, izmērītajai ekstinkcijai jābūt $0,200 \pm 0,005$.

3.2. Spektra UV daļas (220 līdz 360 nm) mērījumiem piemērotas taisnstūra kvarca kivetes ar vāciņiem, optiskais ceļš garums 10 mm. Ja kivetes piepildītas ar ūdeni vai citu piemērotu šķīdinātāju, tās savā starpā nedrīkst atšķirties par vairāk nekā 0,01 ekstinkcijas vienību.

- 3.3. Mērkolbas ar vienu zīmi, tilpums 25 ml, A klase.
- 3.4. Analītiskie svāri ar nolasījuma precizitāti līdz 0,0001 g.

4. REAKTĪVI

Ja nav noteikts citādi, veicot analīzi, lieto vienīgi atzītas analītiskas tīrības pakāpes reaktīvus un destilētu vai demineralizētu ūdeni vai vismaz līdzvērtīgas tīrības pakāpes ūdeni.

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

5. PROCEDŪRA

- 5.1. Paraugam jābūt pilnīgi homogēnam un bez suspendētiem piemaisījumiem. Pretējā gadījumā tas jāfiltrē caur filtrpapīru aptuveni 30 °C temperatūrā.
- 5.2. Rūpīgi iesver 0,25 g (ar precizitāti līdz 1 mg) šādi 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.

PIEZĪME. Neapstrādātu olīveļļu un neapstrādātu augstākā labuma olīveļļu absorbcijas mērīšanai pie 268 nm un 270 nm parasti pietiek ar 0,25–0,30 g materiāla. Mērījumiem pie 232 nm parasti ir vajadzīgs 0,05 g parauga, un visbiežāk gatavo divus atsevišķus šķīdumus. Olīvu izspaidu eļļu, rafinētu olīveļļu un eļļu, kam piejaukta olīveļļa, absorbcijas mērīšanai parasti vajadzīgs mazāks paraugs, piemēram, 0,1 g, jo šo eļļu absorbtspēja ir lielāka.

- 5.3. Ja vajadzīgs, abās kvarca kivetēs (parauga un standartšķīduma kivetē) bāzes līniju (220–290 nm) koriģē ar šķīdinātāju, tad piepilda parauga kvarca kiveti ar testa šķīdumu un izmēra ekstinkciju pie 232, 268 un 270 nm, šķīdinātāju izmantojot par standartšķīdumu.

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

- 5.4. Kad izmērīta absorbcija pie 268 vai 270 nm, mēra absorbciju pie $\lambda_{\max}$, $\lambda_{\max} + 4$ un $\lambda_{\max} - 4$. Šīs absorbcijas vērtības izmanto, lai noteiktu īpatnējās ekstinkcijas variāciju (ΔK).

PIEZĪME. Uzskata, ka $\lambda_{\max}$ izooktānam, ko izmanto par šķīdinātāju, ir 268 nm un ka cikloheksānam tas ir 270 nm.

6. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

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

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

kur:

$K\lambda$ = īpatnējā ekstinkcija pie viļņa garuma λ ;

$E\lambda$ = ekstinkcija, kas izmērīta pie viļņa garuma λ ;

c = šķīduma koncentrācija g/100 ml;

s = kvarca kivetes ceļa garums centimetros;

rezultātus izsaka ar precizitāti līdz divām zīmēm aiz komata.

6.2. Īpatnējās ekstinkcijas variācija (ΔK)

Ekstinkcijas absolūtās vērtības variāciju (ΔK) nosaka pēc šādas formulas:

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

kur K_m ir īpatnējā ekstinkcija pie maksimālajai absorbcijai atbilstošā viļņa garuma – 270 nm vai 268 nm atkarībā no izmantotā šķīdinātāja;

rezultātus izsaka ar precizitāti līdz divām zīmēm aiz komata.”

IV PIELIKUMS

"X PIELIKUMS

TAUKSKĀBJU METILESTERU NOTEIKŠANA AR GĀZU HROMATOGRĀFIJU

1. DARBĪBAS JOMA

Šajā pielikumā sniegti norādījumi par to, kā ar gāzu hromatogrāfiju noteikt brīvās un saistītās taukskābes augu taukos un eļļās pēc tam, kad šīs taukskābes pārvērstas taukskābju metilesteros (FAME).

Saistītās taukskābes no triacilglicerīdiem (TAG) un – atkarībā no esterifikācijas metodes – brīvās taukskābes (FFA) tiek pārvērstas taukskābju metilesteros (FAME), kurus nosaka ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfiju.

Šajā pielikumā aprakstītā metode ļauj kvantitatīvi noteikt FAME ar oglekļa atomu virknes garumu C_{12} - C_{24} , ieskaitot piesātināto, *cis*- un *trans*-mononepiesātināto un *cis*- un *trans*-polinepiesātināto taukskābju metilesterus.

2. PRINCIPS

FAME kvantitatīvajai analīzei izmanto gāzu hromatogrāfiju (GH). FAME sagatavo saskaņā ar A daļu. Pēc tam tos ievada un iztvaicē inžektorā. FAME izdalīšana notiek noteiktas polaritātes un garuma analītiskajās kolonnās. FAME noteikšanai izmanto liesmas jonizācijas detektoru (LJD). Analīzes nosacījumi ir izklāstīti B daļā.

FAME gāzu hromatogrāfijā, kuru veic ar LJD, par nesējgāzi var izmantot ūdeņradi vai hēliju (mobīlā fāze). Ūdeņradis palielina izdalīšanas ātrumu un dod izteiktākas smailes. Stacionārā fāze ir mikroskopiski plāns šķīduma slānis uz inertas cietas virsmas, kas izgatavota no kausēta kvarca.

Kad iztvaicētie savienojumi šķērso kapilāro kolonnu, analīzes procesā tie mijiedarbojas ar stacionāro fāzi, kura klāj kapilārās kolonnas iekšējo virsmu. Tā kā dažādiem savienojumiem šī mijiedarbība ir atšķirīga, tie eluējas atšķirīgā laikā, un to sauc par savienojuma aiztures laiku pie konkrētajiem analīzes parametriem. Dažādos savienojumus ir iespējams identificēt, salīdzinot to aiztures laikus.

A DAĻA

TAUKSKĀBJU METILESTERU SAGATAVOŠANA NO OLĪVEĻĻAS UN OLĪVU IZSPAIDU EĻĻAS

1. DARBĪBAS JOMA

Šajā daļā aprakstīta taukskābju metilesteru sagatavošana. Tā aptver metodes taukskābju metilesteru sagatavošanai no olīveļļām un olīvu izspaidu eļļām.

2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Taukskābju metilesteru sagatavošanu no olīveļļām un olīvu izspaidu eļļām veic, kālija hidroksīdu istabas temperatūrā transesterificējot ar metanola šķīdumu. Tas, vai paraugu pirms transesterifikācijas nepieciešams attīrīt, ir atkarīgs no brīvo taukskābju satura paraugā un no analītiskā rādītāja, kas jānosaka. Var izmantot šādu tabulu:

Eļļas kategorija	Metode
Neapstrādāta olīveļļa ar skābes saturu $\leq 2,0$ %	1. Taukskābes
Rafinēta olīveļļa	2. <i>trans</i> -taukskābes
Olīveļļa, kas sastāv no rafinētas olīveļļas un neapstrādātām olīveļļām	3. Δ ECN42 (pēc attīrīšanas ar silikagelu SPE)

Eļļas kategorija	Metode
Rafinēta olīvu izspaidu eļļa	
Olīvu izspaidu eļļa	
Neapstrādāta olīvēļļa ar skābes saturu > 2,0 % Neattīrīta olīvu izspaidu eļļa	1. Taukskābes (pēc attīrīšanas ar silikagelu SPE) 2. <i>trans</i> -taukskābes (pēc attīrīšanas ar silikagelu SPE) 3. ΔECN42 (pēc attīrīšanas ar silikagelu SPE)

3. METODIKA

3.1. Kālija hidroksīda transesterifikācija istabas temperatūrā ar metanola šķīdumu

3.1.1. *Princips*

Metilesteri veidojas kā starpposma produkts kālija hidroksīda transesterifikācijā ar metanola šķīdumu, pirms sākas pārziepjošanās.

3.1.2. *Reaktīvi*

3.1.2.1. Metanols, kas satur ne vairāk kā 0,5 % (masas daļa %) ūdens.

3.1.2.2. Heksāns, hromatogrāfijas kvalitātes.

3.1.2.3. Heptāns, hromatogrāfijas kvalitātes.

3.1.2.4. Dietilēteris, stabilizēts analīzes vajadzībām.

3.1.2.5. Acetons, hromatogrāfijas kvalitātes.

3.1.2.6. Eluēšanas šķīdinātājs eļļas attīrīšanai kolonnas/SPE hromatogrāfijā: heksāna/dietilētera maisījums 87/13 (tilpuma daļa %).

3.1.2.7. Kālija hidroksīds, aptuveni 2M šķīdums metanolā: 11,2 g kālija hidroksīda izšķīdina 100 mililitros metanola.

3.1.2.8. Silikagela kasetnes, 1 g (6 ml), cietās fāzes ekstrakcijai.

3.1.3. *Aparatūra*

3.1.3.1. 5 ml tilpuma mēģenes ar aizskrūvējamu aizbāzni, kuram ir politetrafluoretilēna apmale.

3.1.3.2. Mērpipetes vai automātiskās pipetes, 2 ml un 0,2 ml.

3.1.4. *Eļļas paraugu attīrīšana*

Ja vajadzīgs, paraugus attīra, laižot eļļu caur silikagela cietās fāzes ekstrakcijas kasetni. Silikagela kasetni (3.1.2.8.) ievieto vakuuma eluēšanas iekārtā un mazgā ar 6 ml heksāna (3.1.2.2.); mazgāšana tiek veikta bez vakuuma. Pēc tam kolonnā ievada eļļas (aptuveni 0,12 g) šķīdumu 0,5 ml heksānā (3.1.2.2.). Šķīdumu izvelk tai cauri un pēc tam eluē ar 10 ml heksāna/dietilētera (87:13, tilpuma daļa %) (3.1.2.6.). Apvienotus eluātus homogenizē un sadala divos aptuveni vienādos tilpumos. Vienu alikvotu ietvaicē sausu rotācijas ietvaicētājā pie samazināta spiediena un istabas temperatūrā. Atlikumu izšķīdina 1 mililitrā heptāna, un šķīdums ir gatavs taukskābju analizēšanai ar gāzu hromatogrāfiju. Otru alikvotu ietvaicē un atlikumu izšķīdina 1 mililitrā acetona, lai vajadzības gadījumā veiktu triglicerīdu analīzi ar HPLC.

3.1.5. *Procedūra*

5 ml tilpuma stikla mēģenē ar aizskrūvējamu aizbāzni (3.1.3.1.) iesver aptuveni 0,1 g eļļas parauga. Pievieno 2 ml heptāna (3.1.2.2.) un sakrata. Pievieno 0,2 ml kālija hidroksīda šķīduma metanolā (3.1.2.7.), aizdara ar aizbāzni, kuram ir politetrafluoretilēna apmale, stingri aizskrūvē un 30 sekundes enerģiski krata. Atstāj noslāņoties, līdz augšējais slānis kļūst dzidrs. Dekantē augšējo slāni, kurš satur metilesterus. Heptāna šķīdums ir gatavs ievadīšanai gāzu hromatogrāfā. Līdz gāzu hromatogrāfiskās analīzes uzsākšanai šķīdumu ieteicams glabāt ledusskapī. Šķīdumu nav ieteicams glabāt ilgāk par 12 stundām.

B DAĻA

TAUKSKĀBJU METILESTERU ANALIZĒŠANA AR GĀZU HROMATOGRĀFIJU

1. DARBĪBAS JOMA

Šī daļa ietver vispārīgus norādījumus par gāzu hromatogrāfijas pielietošanu, izmantojot kapilāro kolonnu, lai noteiktu tāda taukskābju metilesteru maisījuma kvalitatīvo un kvantitatīvo sastāvu, kas iegūts saskaņā ar A daļā norādīto metodi.

Šī daļa nav piemērojama polimerizētām taukskābēm.

2. REAKTĪVI

2.1. **Nesējgāze**

Inerta gāze (hēlijs vai ūdeņradis), kas ir rūpīgi izžāvēta un kas satur mazāk par 10 mg/kg skābekļa.

1. *piezīme.* Ūdeņradis var divkārt palielināt analīzes ātrumu, bet tas ir bīstams. Ir pieejamas drošības ierīces.

2.2. **Palīgāze**

2.2.1. Ūdeņradis (tīrība $\geq 99,9\%$), bez organiskiem piemaisījumiem.

2.2.2. Gaiss vai skābeklis, bez organiskiem piemaisījumiem.

2.2.3. Slāpeklis: (tīrība $> 99\%$).

2.3. **Salīdzināšanas standarts**

Tīru taukskābju metilesteru maisījums vai zināma sastāva tauku metilesteri, vēlams, līdzīgi analizējamās taukainās vielas sastāvam. Nepiesātināto skābju transizomēru noteikšanā noderīgi ir oktadecēn-, oktadekadiēn- un oktadekatriēnskābes metilesteru *cis*- un *trans*- izomēri.

Jāparūpējas par to, lai polinepiesātinātās taukskābes neoksidētos.

3. APARATŪRA

Šie norādījumi ir par parasto gāzu hromatogrāfijas aprīkojumu, kurā izmanto kapilārās kolonnas un liesmas jonizācijas detektoru.

3.1. **Gāzu hromatogrāfs**

Gāzu hromatogrāfa sastāvdaļas ir šādas.

3.1.1. Inžekcijas sistēma

Izmanto inžekcijas sistēmu ar kapilārajām kolonnām; šādā gadījumā inžekcijas sistēmai vajadzētu būt īpaši veidotai izmantošanai kopā ar šādām kolonnām. Inžekcijas sistēma var būt ar plūsmas dalīšanu vai ar virskolonnas inžekciju, bez plūsmas dalīšanas.

3.1.2. Krāsns

Krāsni jāspēj sildīt kapilāro kolonnu vismaz līdz 260 °C un uzturēt vēlamo temperatūru 0,1 °C robežās. Pēdējā prasība ir īpaši svarīga, ja lieto kvarca kolonnu.

Visos gadījumos ir ieteicams izmantot sildīšanu ar temperatūras programmēšanu, jo īpaši taukskābēm, kurās ir mazāk par 16 oglekļa atomiem.

3.1.3. Kapilārā kolonna

3.1.3.1. Caurule, izgatavota no materiāla, kas ir inerts pret analizējamām vielām (parasti stikls vai kvarcs). Iekšējais diametrs ir starp 0,20 un 0,32 mm. Iekšējo virsmu pirms pārklāšanas ar stacionāro fāzi attiecīgi apstrādā (piemēram, sagatavo virsmu, inaktivē). Taukskābju un taukskābju cis- un trans-izomēru gadījumā pietiekams garums ir 60 m.

3.1.3.2. Stacionārā fāze, piemērotas ir polāra polisiloksāna (ciānpropilsilikona) kolonnas ar ķīmiski piesaistītu stacionāro fāzi.

2. piezīme. Pastāv risks, ka polārie polisiloksāni varētu radīt grūtības ar linolēnskābes un skābju ar C₂₀ identifi-cēšanu un izdalīšanu.

Pārklājums ir plāns, t. i., 0,1 līdz 0,2 µm.

3.1.3.3. Kolonnas montēšana un kondicionēšana

Kapilāro kolonnu montēšanā, t. i., kolonnas ievietošanā krāsnī (atbalsts), pievienojumu montēšanā (hermētiskums), kolonnas galu ievietošanā inžektorā un detektorā (nelietderīgo tilpumu samazināšana) jāievēro parastā piesardzība. Kolonnu pievieno nesējgāzes plūsmai (piemēram, 0,3 bar (30 kPa) 25 m garai kolonnai ar iekšējo diametru 0,3 mm).

Kolonnu kondicionē, programmējot krāsns temperatūru 3 °C/min. no apkārtējās vides temperatūras līdz temperatūrai, kas ir par 10 °C zemāka nekā stacionārās fāzes sadalīšanās temperatūras robeža. Krāsni uztur šajā temperatūrā vienu stundu, līdz stabilizējas nulles līnija. Pēc tam atgriežas pie 180 °C un turpina darbu izotermiskos apstākļos.

3. piezīme. Pārdošanā ir pieejamas piemērotas iepriekš kondicionētas kolonnas.

3.1.4. Liesmas jonizācijas detektors un pārveidotājs-pastiprinātājs

3.2. Šļirce

Šļirces maksimālā ietilpība ir 10 µl, un tā ir graduēta 0,1 µl iedaļās.

3.3. Datu ieguves sistēma

Datu ieguves sistēma, kas tiešsaistē savienota ar detektoriem un tiek lietota kopā ar datorprogrammu, kura ir piemērota smaiļu integrēšanai un normalizēšanai.

4. PROCEDŪRA

Darbības, kas aprakstītas 4.1.–4.3. punktā, attiecas uz liesmas jonizācijas detektora lietošanu.

4.1. Testēšanas apstākļi

4.1.1. Optimālu kapilārās kolonnas darbības apstākļu izraudzīšanās

Kapilārās kolonnas efektivitāte un caurlaidība ir tāda, ka sastāvdaļu izdalīšana un analīzes ilgums lielā mērā ir atkarīgs no nesējgāzes plūsmas ātruma kolonnā. Tāpēc ir jāoptimizē darbības apstākļi, pielāgojot šo parametru (vai vienkārši kolonnas priekšgala zudumus) atkarībā no tā, vai mērķis ir uzlabot izdalīšanu vai paātrināt analīzi.

Turpmāk minētie apstākļi ir izrādījušies palīdzīgi FAME (C_4 – C_{26}) izdalīšanā. Hromatogrammu piemēri ir doti B papildinājumā.

Inžektora temperatūra:	250 °C
Detektora temperatūra:	250 °C
Krāsns temperatūra:	165 °C (8 min) līdz 210 °C, uzsilšanas ātrums 2 °C/min
Nesējgāze-ūdeņradis:	kolonnas priekšgala spiediens, 179 kPa
Kopējā plūsma:	154,0 ml/min
Dalīšanas attiecība:	1:100
Inžekcijas tilpums:	1 µl

4.1.2. Izšķirtspējas noteikšana (sk. A papildinājumu)

Izšķirtspēju R aprēķina no divām blakusesošām smailem I un II pēc šādas formulas:

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

vai

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

kur:

$d_{r(I)}$ ir I smailes aiztures attālums;

$d_{r(II)}$ ir II smailes aiztures attālums;

$t_{r(I)}$ ir I smailes aiztures laiks;

$t_{r(II)}$ ir II smailes aiztures laiks;

$\omega_{(I)}$ ir I smailes pamatnes platums;

$\omega_{(II)}$ ir II smailes pamatnes platums;

$\omega_{0,5}$ ir konkrētā savienojuma smailes platums, kuru mēra smailes augstuma puscelā.

Ja $\omega_{(I)} \approx \omega_{(II)}$, R aprēķina pēc šādas formulas:

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

kur:

σ ir standartnovirze (sk. A papildinājuma 1. attēlu).

Ja attālums d_r starp abām smailēm $d_{r(II)} - d_{r(I)}$ ir vienāds ar 4σ , izšķirtspējas koeficients $R = 1$,

Ja divas smailes ir nodalītas nepilnīgi, abu smaiļu pārliekuma punktos novilktais tangentes krustojas punktā C. Lai abas smailes atdalītu pilnībā, attālumam starp tām jābūt vienādam ar:

$d_{r(II)} - d_{r(I)} = 6\sigma$, attiecīgi $R = 1,5$ (sk. A papildinājuma 3. attēlu).

5. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

5.1. Kvalitatīvā analīze

Pēc B papildinājuma 1. attēla hromatogrammas paraugā identificē metilesteru smailes, vajadzības gadījumā interpolējot vai salīdzinot ar metilesteru standartmaisījumu (kā norādīts 2.3. punktā).

5.2. Kvantitatīvā analīze

5.2.1. Sastāva noteikšana

Aprēķina masas frakciju, w_i atsevišķajiem taukskābju metilesteriem, izsaka metilesteru masas procentos, un to dara šādi.

5.2.2. Aprēķina metode

5.2.2.1. Vispārīgs gadījums

Aprēķina un metilesteru masas procentos izsaka dotā komponenta i saturu, nosakot attiecīgās smailes laukumu procentos attiecībā pret visu smaiļu laukumu summu pēc šādas formulas:

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

kur:

A_i ir laukums zem individuālas taukskābes metilestera i smailes;

ΣA ir visu laukumu summa zem visu individuālo taukskābju metilesteru smailēm.

Rezultātus izsaka ar divām zīmēm aiz komata.

4. piezīme. Taukiem un eļļām taukskābju metilesteru masas frakcija ir vienāda ar triacilglicerīnu masas frakciju, izsakot gramos uz 100 g. Ja šis pieņēmums nav pieļaujams, sk. 5.2.2.2. punktu.

5.2.2.2. Korekcijas koeficientu lietošana

Dažos gadījumos, piemēram, tādu taukskābju klātbūtnē, kas satur mazāk par astoņiem oglekļa atomiem, vai tādu skābju klātbūtnē, kam ir otrējās grupas, laukumus koriģē ar īpašiem korekcijas koeficientiem (Fci). Šos koeficientus nosaka katram instrumentam atsevišķi. Šim nolūkam izmanto piemērotus references materiālus, kuriem ir sertificēts taukskābju sastāvs attiecīgajā spektrā.

5. piezīme. Šie korekcijas koeficienti atšķiras no teorētiskajiem FID korekcijas koeficientiem, kas norādīti A papildinājumā, jo tie aptver arī inžekcijas sistēmas darbību u. c. Tomēr lielāku atšķirību gadījumā būtu jāpārbauda visas sistēmas darbība.

Šim standartmaisījumam taukskābes metilestera i masas procentus apraksta formula:

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

kur:

m_i ir taukskābes metilestera i masa standartmaisījumā;

Σm ir dažādo komponentu, izteiktu kā taukskābes metilesteri, masas summa standartmaisījumā.

No standartmaisījuma hromatogrammas aprēķina taukskābes metilesteru i procentuālo laukumu:

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

kur:

A_i ir taukskābes metilesteru i laukums standartmaisījumā;

ΣA ir visu taukskābes metilesteru laukumu summa standartmaisījumā.

Tad korekcijas koeficients F_c ir:

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

Paraugā masas procenti katram taukskābes metilesteram i ir:

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

Rezultātus izsaka ar divām zīmēm aiz komata.

6. *piezīme.* Aprēķinātā vērtība atbilst tādas individuālas taukskābes masas procentiem, kas aprēķināta kā triacilglicerīni uz 100 g tauku.

5.2.2.3. Iekšējā standarta lietošana

Dažās analizēs (piemēram, ja visas taukskābes nav kvantitatīvi jānosaka, kā tas ir gadījumā, ja skābes ar četriem vai sešiem oglekļa atomiem ir kopā ar skābēm, kurās ir 16 un 18 oglekļa atomi, vai ja ir jānosaka taukskābes absolūtais daudzums paraugā) ir jālieto iekšējais standarts. Bieži lieto taukskābes ar 5, 15 vai 17 oglekļa atomiem. Būtu jānosaka iekšējā standarta korekcijas koeficients (ja tāds ir vajadzīgs).

Komponenta i masas procentus, izteiktus kā metilesterus, iegūst pēc formulas:

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

kur:

A_i ir taukskābes metilesteru i laukums;

A_{IS} ir iekšējā standarta laukums;

F_i ir taukskābes i , kas izteikta kā taukskābes metilesteris, korekcijas koeficients;

F_{IS} ir iekšējā standarta korekcijas koeficients;

m ir analizējamā parauga masa miligramos;

m_{IS} ir iekšējā standarta masa miligramos.

Rezultātus izsaka ar divām zīmēm aiz komata.

6. TESTĒŠANAS PĀRSKATS

Testēšanas pārskatā norāda metilesteru sagatavošanā un gāzu hromatogrāfijā lietotās metodes. Tajā norāda arī visus datus par darbu, kas nav norādīti šajā standartmetodē vai tiek uzskatīti par neobligātiem, kā arī datus par incidentiem, kuri varētu būt ietekmējuši rezultātus.

Testēšanas pārskatā iekļauj visu informāciju, kas vajadzīga, lai pilnībā identificētu paraugu.

7. PRECIZITĀTE

7.1. Starplaboratoriju salīdzinošās testēšanas rezultāti

Sīkāka informācija par starplaboratoriju salīdzinošo testēšanu, kurā testēta metodes precizitāte, ir izklāstīta standartā IOC/T.20/Doc. Nr. 33 un konkrēti tā C pielikumā. Vērtības, kas iegūtas šajā starplaboratoriju salīdzinošajā testēšanā, drīkst piemērot tikai šeit minētajiem analizējamu vielu koncentrācijas diapazoniem un matricēm.

7.2. Atkārtojamība

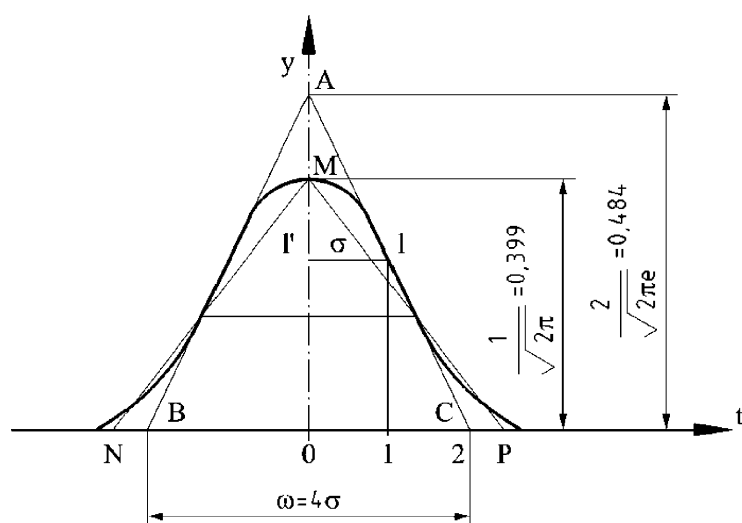
Absolūtā starpība starp diviem neatkarīgiem viena testa rezultātiem, kas iegūti, izmantojot to pašu metodi un identisku testa materiālu, tajā pašā laboratorijā, tam pašam operatoram izmantojot to pašu iekārtu neilgā laika posmā, ne vairāk kā 5 % gadījumu drīkst pārsniegt r vērtību, kas norādīta standartā IOC/T.20/Doc. Nr. 33 un konkrēti tā C pielikuma 1.–14. tabulā.

7.3. Reproducējamība

Absolūtā starpība starp diviem viena testa rezultātiem, kas iegūti, izmantojot to pašu metodi un identisku testa materiālu, dažādās laboratorijās, dažādiem operatoriem izmantojot dažādas iekārtas, ne vairāk kā 5 % gadījumu drīkst pārsniegt R vērtību, kas norādīta standartā IOC/T.20/Doc. Nr. 33 un konkrēti tā C pielikuma 1.–14. tabulā.

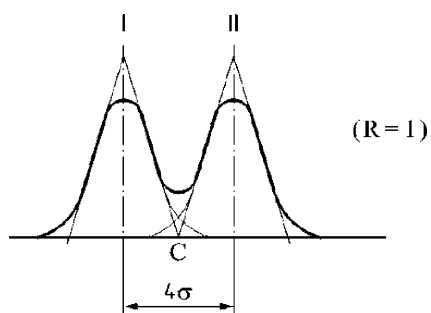
A pielikums

1. attēls

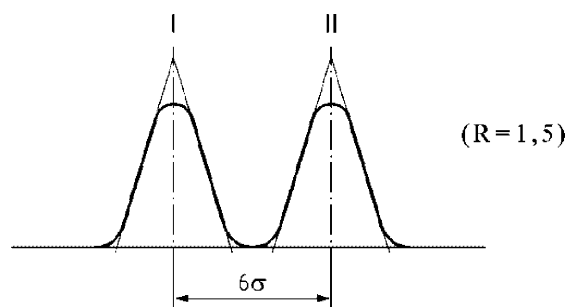


$\omega_{0,5}$ platums trijstūra ABC augstuma pusceļā un b platums trijstūra NPM augstuma pusceļā.

2. attēls



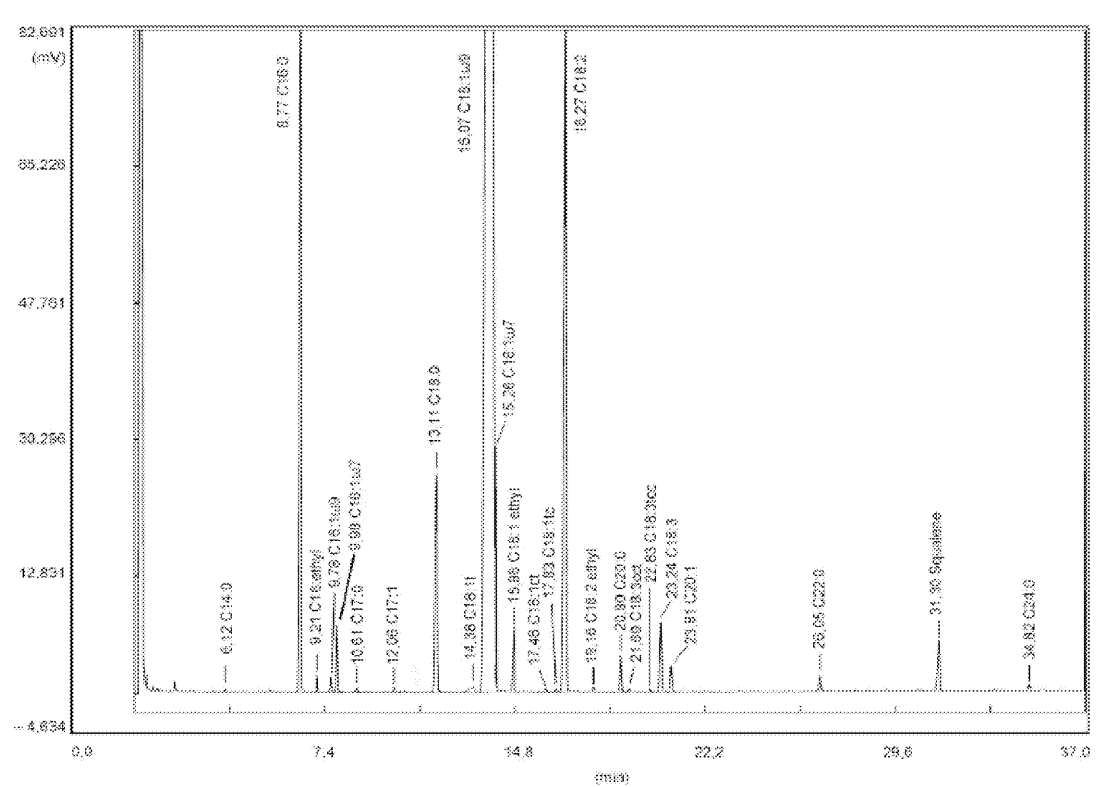
3. attēls



B papildinājums

1. attēls

Gāzu hromatogrāfijas profils, kas ar auksto metilona metodi iegūts no olīvu izspaidu eļļas parauga



Ja nav norādīts citādi, hromatogrāfiskās smailes atbilst metilesterim un etilesterim.”

V PIELIKUMS

Regulas (EEK) Nr. 2568/91 XII pielikumu groza šādi:

1) pielikuma 1. punktu aizstāj ar šādu:

“1. MĒRĶIS UN DARBĪBAS JOMA

Šajā pielikumā aprakstītās starptautiskās metodes mērķis ir noteikt kārtību, kādā novērtē organoleptiskās īpašības neapstrādātai olīveļļai Eiropas Parlamenta un Padomes Regulas (ES) Nr. 1308/2013 (*) VII pielikuma VIII daļas 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 neapstrādātām olīveļļām un šādu eļļu klasificēšanu vai marķēšanu atkarībā no konstatēto defektu un augļainuma intensitātes, ko nosaka atlasītu, kvalificētu un uzraudzītu degustētāju grupa jeb žūrija.

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

(*) Eiropas Parlamenta un Padomes 2013. gada 17. decembra Regula (ES) Nr. 1308/2013, ar ko izveido lauksaimniecības produktu tirgu kopīgu organizāciju un atceļ Padomes Regulas (EEK) Nr. 922/72, (EEK) Nr. 234/79, (EK) Nr. 1037/2001 un (EK) Nr. 1234/2007 (OV L 347, 20.12.2013., 671. lpp.).”;

2) pielikuma 3.2., 3.3. un 3.4. punktu aizstāj ar šādiem:

“3.1.1. *Citas negatīvas pazīmes*

<i>Pārkarsēšana vai piedegums:</i>	raksturīga eļļas buķete, ko rada pārlieku stipra un/vai ilgstoša sildīšana ieguves laikā, jo īpaši olīvu pastas termomaisīšanas gadījumā, ja to veic nepiemērotos temperatūras apstākļos.
<i>Siens/koksne:</i>	buķete, kas raksturīga dažām eļļām, kuras iegūtas no sažuvušām olīvām.
<i>Raupjums:</i>	biezuma un mīklveidīguma sajūta, kas rodas, pagaršojot dažas vecas eļļas.
<i>Smēreļļas:</i>	buķete, kas atgādina dīzeļdegvielu, ziezeļļas vai minerāleļļu.
<i>Izspaidu ūdens:</i>	buķete, kas raksturo eļļu, kura pārāk ilgi bijusi saskarē ar izspaidu ūdeni, kurā notikusi rūgšana.
<i>Sālījums:</i>	buķete, kas raksturo no sāls šķīdumā iekonservētām olīvām iegūtu eļļu.
<i>Metāls:</i>	metālu atgādinoša buķete. Pārsvārā raksturīga eļļām, kas drupināšanas, maisīšanas, spiešanas vai glabāšanas laikā ilgstoši bijušas saskarē ar metāla virsmām.
<i>Esparto:</i>	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.
<i>Kāpuri:</i>	tādu eļļu buķete, kas iegūtas no olīvām, kuras stipri bojājuši o līvu mušu (<i>Bactrocera oleae</i>) kāpuri.
<i>Gurķi:</i>	raksturīga buķete, kas rodas, eļļu pārāk ilgi glabājot hermētiski noslēgtos traukos, jo īpaši skārda tvertnēs, kā dēļ veidojas 2,6-nonadienāls.

3.2. **Pozitīvās pazīmes**

<i>Augļainums:</i>	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.
<i>Rūgtums:</i>	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.
<i>Pikantums:</i>	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.

3.3. **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.

Maīga eļļa: eļļa, kuras rūgtuma un pikantuma pazīmes mediāna ir 2 vai mazāka.”;

3) pielikuma 7. punktā pēc 7.1. punkta iekļauj šādu punktu:

“7.1.1. *Žūrijas priekšsēdētāja vietnieks*

Pamatotos gadījumos žūrijas priekšsēdētāju drīkst aizstāt viņa vietnieks, kurš pilda ar testu veikšanu saistītos žūrijas priekšsēdētāja pienākumus. Šim vietniekam ir jābūt ar visām žūrijas priekšsēdētājam vajadzīgajām prasmēm.”;

4) pielikuma 7.2. punktu aizstāj ar šādu:

“7.2. **Degustētāji**

Cilvēkiem, kas kā degustētāji piedalās olīveļļu organoleptiskajos testos, tas jā dara brīvprātīgi. 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 savu personīgo gaumi un aprakstot vienīgi tās izjūtas, ko viņi ir uztvēruši. Lai to paveiktu, žūrijas locekļiem ir jāstrādā klusumā, atbrīvoti un nesteidzīgi, pievēršot maksimālu sensoro uzmanību degustētajam paraugam.

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

5) pielikuma 9.3. punktu aizstāj ar šādu:

“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 katra 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. punktu 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.

Klasifikāciju 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 atkārtotamības indeksu un novirzes indeksu, lai pārbaudītu degustētāju darbības rezultātus (IOC/T.20/Doc. Nr. 14, 6. nodaļa).";

6) pielikuma 9.4. punktu aizstāj ar šādu:

"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.

Eļļas šķiru nosaka, defektu mediānu un augļainuma mediānu salīdzinot ar turpmāk norādītajiem atsaucē 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.

Ja novērtējums vajadzīgs, lai pārbaudītu eļļas atbilstību standartiem, ir jāveic vienreizēja eļļas testēšana. Kontrolnovērtējumu gadījumā žūrijas priekšsēdētājs nodrošina to, ka novērtējumu veic divos savstarpēji nesaistītos atkārtojumos; pazīmju mediānu aprēķina, pamatojoties uz visiem profila lapas datiem no abiem testiem.";

7) pielikuma 1. attēlu aizstāj ar šādu:

“1. attēls

NEAPSTRĀDĀTAS OLĪVEĻAS PROFILA LAPA

Konstatēto defektu intensitāte

Asa smarža un garša/duļķes

Pelējums/mitra zeme

Vīns/etiķis/
skābums

Apsalušas olīvas
(mitra koksne)

Sasmakums

Citas negatīvas pazīmes:

Apraksts:

Metāls ☐ Siens ☐ Kāpuri ☐ Raupjums ☐

Sālījums ☐ Pārkarsēšana vai piedegums ☐ Izspaidu ūdens ☐

Esparto ☐ Gurķi ☐ Smēreļļas ☐

Konstatēto pozitīvo pazīmju intensitāte

Augļainums

Zaļi augļi ☐

Gatavi augļi ☐

Rūgtums

Pikantums

Degustētāja vārds, uzvārds:

Degustētāja kods:

Parauga kods:

Datums:

Paraksts:

Piezīmes:”

VI PIELIKUMS

Regulas (EEK) Nr. 2568/91 XIX pielikumu groza šādi:

1) nosaukumu aizstāj ar šādu:

“ALIFĀTISKO SPIRTU UN TRITERPĒNSPIRTU SATURA NOTEIKŠANA, IZMANTOJOT GĀZU HROMATOGRĀFIJU AR KAPILĀRO KOLONNU”;

2) pielikuma 1. punktu aizstāj ar šādu:

“1. PRIEKŠMETS

Šajā pielikumā aprakstīta metode alifātisko spirtu un triterpēnspiirtu satura noteikšanai eļļās un taukos.”;

3) pielikuma 4.11. punktu aizstāj ar šādu:

“4.11. Standartšķīdums plānslāņa hromatogrāfijā: C₂₀–C₂₈ spirtu 0,5 % šķīdums hloroformā vai spirtu frakcija, kas iegūta no olīvu izspaidu eļļas nepārziepjojamās vielas, kā norādīts 5.2. punktā.”;

4) pielikuma 5.2.5. un 5.2.6. punktu aizstāj ar šādiem:

“5.2.5. Kad plati apskata ultravioletajā gaismā, to viegli un vienmērīgi apsmidzina ar 2',7'-dihlorfluoresceīna šķīdumu. Alifātisko spirtu josla ir tā, kas atrodas vienā līmenī ar standartšķīdumam atbilstošo plankumu: joslas robežas apzīmē ar melnu zīmuli, alifātisko spirtu joslu un nākamo joslu tieši virs tās – terpēnspiirtu joslu – atzīmējot kopā (sk. 4. piezīmi).

4. piezīme. Alifātisko spirtu un terpēnspiirtu joslas jāgrupē tādēļ, lai ņemtu vērā dažu alifātisko spirtu iespējamo migrāciju uz triterpēnspiirtu joslu. Ar plānslāņa hromatogrāfiju veiktas izdalīšanas piemērs sniegts papildinājuma 1. attēlā.

5.2.6. Ar metāla lāpstiņu no iezīmētā laukuma noņem silikagelu. Sīki sasmalcinātu no plates noņemto materiālu pārvieto uz filtrtūgeli (3.7. punkts). Pievieno 10 ml karsta hloroforma, rūpīgi samaisa ar metāla lāpstiņu un vakuumā filtrē, filtrātu uztver filtrtūgelim pievienotajā koniskajā kolbā (3.8. punkts)

Silikagelu kolbā trīs reizes mazgā ar etilēteri (katru reizi aptuveni 10 ml), filtrātu savācot tajā pašā filtram pievienotajā kolbā. Filtrātu ietvaicē no 4 līdz 5 ml tilpumam, atlikušo šķīdumu pārnēs iepriekš nosvērtā 10 ml mēģenē (3.9. punkts), uzmanīgi sildot, lēnā slāpekļa plūsmā ietvaicē sausu, izšķīdina, vēlreiz pievienojot dažus pilienus acetona, atkal ietvaicē sausu, aptuveni uz 10 minūtēm ievieto krāsnī 105 °C temperatūrā, tad atdzesē eksikatorā un nosver.

Mēģenē iegūtais atlikums ir spirtu frakcija.”;

5) pielikuma 5.4.4. punktu aizstāj ar šādu:

“5.4.4. *Smaiļu identificēšana*

Individuālu smaiļu identificēšana notiek pēc to aiztures laika un salīdzinot ar standarta TMSE maisījumu, kuru analizē tādos pašos apstākļos.

Rafinētas olīveļļas spirtu frakcijas hromatogrammas piemēri sniegti papildinājuma 2. un 3. attēlā.”;

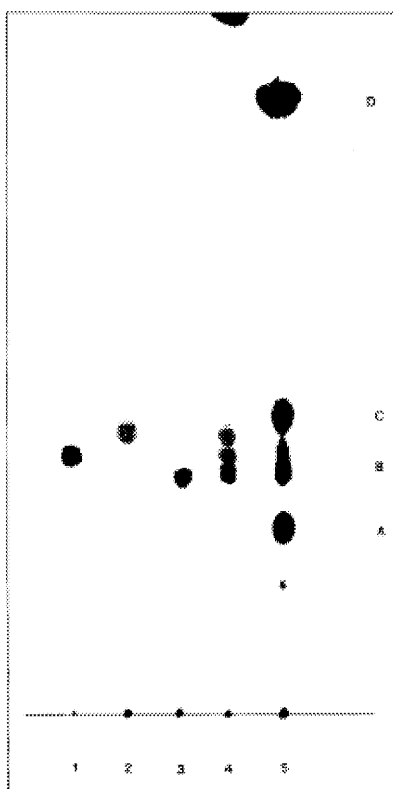
6) papildinājumu aizstāj ar šādu:

“Papildinājums

Izdalīšanas piemērs plānslāņa hromatogrāfijā un hromatogrammu piemēri

1. attēls

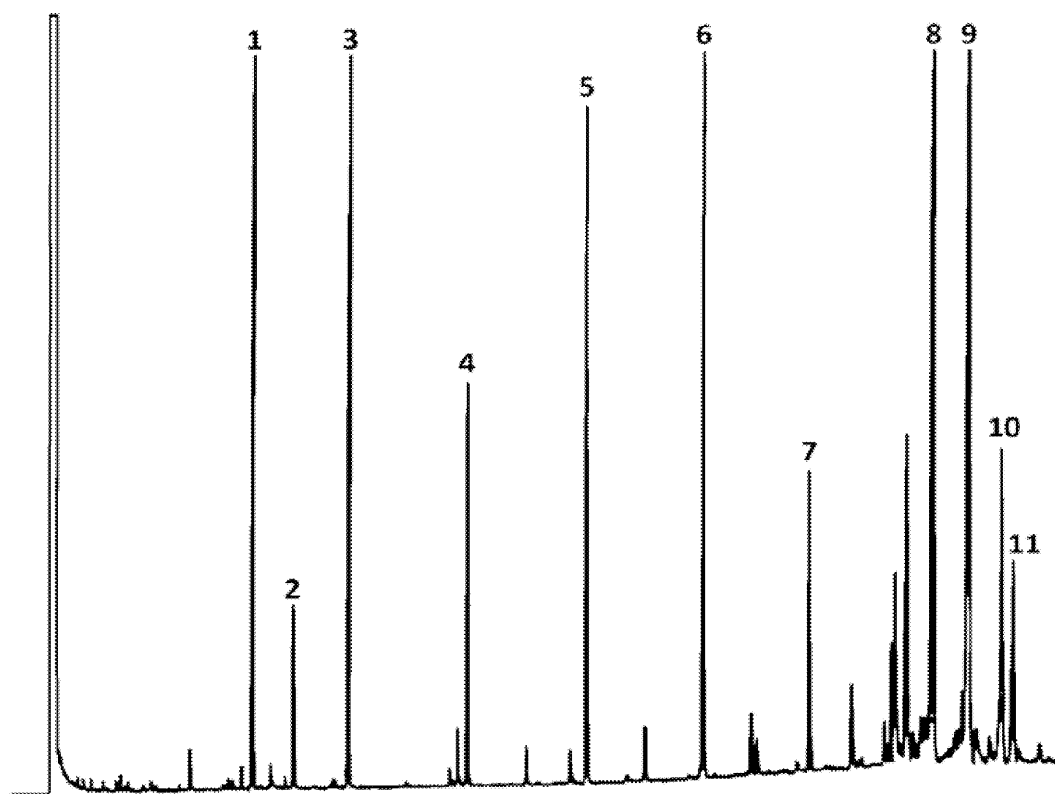
Plānslāņa hromatogrāfijas plate ar nepārziepjamo olīveļļas frakciju, kas eluēta ar heksānu/etilēteri (65/35)



- | | | | |
|---|--|---|--------------------|
| 1 | C ₂₆ spirts | A | Sterīni |
| 2 | C ₃₀ spirts | B | Alifātiskie spirti |
| 3 | C ₂₀ spirts | C | Triterpēns spirti |
| 4 | C ₂₀₋₂₂₋₂₆₋₃₀ spirtu maisījums | D | Skvalēns |
| 5 | Neapstrādātas augstākā labuma olīveļļas nepārziepjamo frakcija | | |

2. attēls

Rafinētas olīveļļas spirtu frakcijas hromatogramma



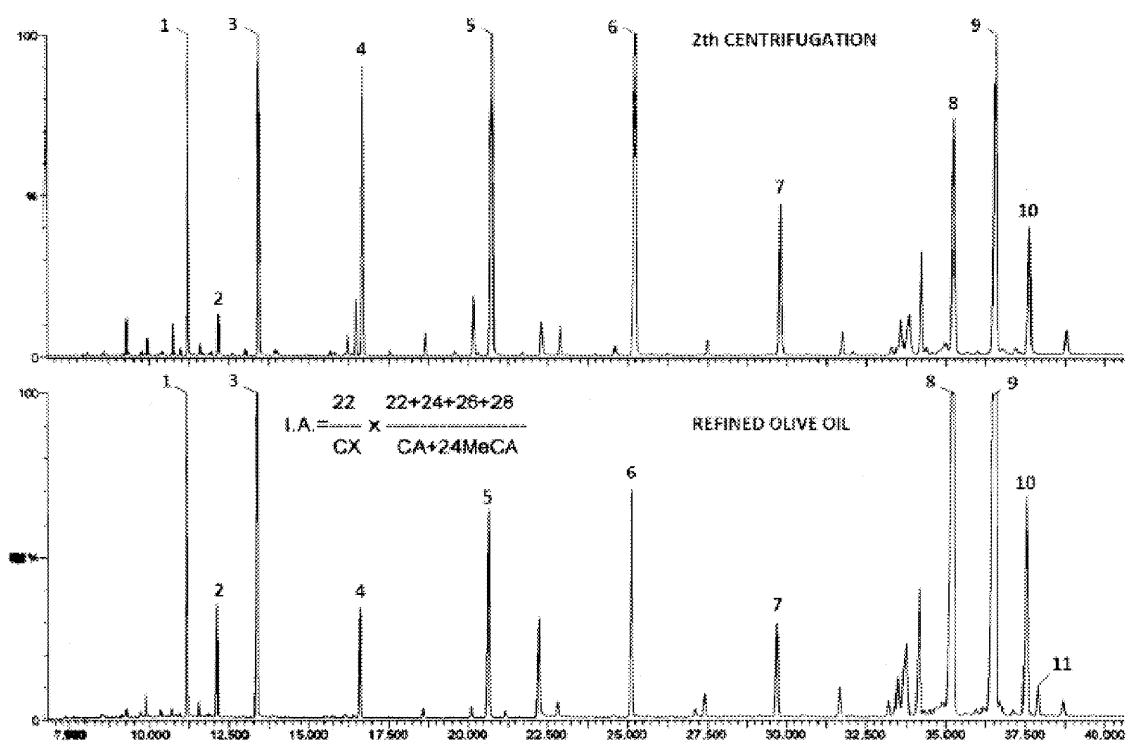
1 = fitols
2 = geranilgeraniols
3 = C₂₀ spirts (IS)
4 = C₂₂ spirts

5 = C₂₄ spirts
6 = C₂₆ spirts
7 = C₂₈ spirts
8 = cikloartenols

9 = 24-metilēncikloartenols
10 = citrostadienols
11 = ciklobranols

3. attēls

Rafinētas olīveļļas un otrās centrifugēšanas olīveļļas alifātiskie spirti un triterpēnspirti



1 = fitols

2 = geranilgeraniols (CX)

3 = C₂₀ spirts4 = C₂₂ spirts5 = C₂₄ spirts6 = C₂₆ spirts7 = C₂₈ spirts

8 = cikloartenols (CA)''

9 = 24-metilēncikloartenols (24MeCA)

10 = citrostadienols

11 = ciklobranols