

II

(Atti mhux legiżlattivi)

REGOLAMENTI

REGOLAMENT TAL-KUMMISSJONI (UE) Nru 61/2011

tal-24 ta' Jannar 2011

li jemenda r-Regolament (KEE) Nru 2568/91 dwar il-karatteristiċi taż-żejt taż-żebbuġa u ż-żejt tal-fdal taż-żebbuġa u dwar il-metodi ta' analiżi rilevanti

IL-KUMMISSJONI EWROPEA,

għaċ-ċirkulazzjoni hielsa qabel dik id-data, ikunu jistgħu jiġu kummerċjalizzati sakemm jispicċaw il-hażniet kollha.

Wara li kkunsidrat t-Trattat dwar il-Funzjonament tal-Unjoni Ewropea,

(4) Ir-Regolament (KEE) Nru 2568/91 għandu għaldaqstant jiġi emendat skont dan.

Wara li kkunsidrat ir-Regolament tal-Kunsill (KE) Nru 1234/2007 tat-22 ta' Ottubru 2007 li jistabbilixxi organizzazzjoni komuni ta' swieq agrikoli u dwar dispożizzjonijiet speċifiċi għal ċerti prodotti agrikoli (ir-Regolament Wahdieni dwar l-OKS) ⁽¹⁾, u b'mod partikolari l-Artikoli 113(1)(a) u 121(h), flimkien mal-Artikolu 4, tiegħu,

(5) Il-miżuri pprovduti f'dan ir-Regolament huma skont l-opinjoni tal-Kumitat ta' Ġestjoni għall-Organizzazzjoni Komuni tas-Swieq Agrikoli,

ADOTTAT DAN IR-REGOLAMENT:

Artikolu 1

Billi:

Ir-Regolament (KEE) Nru 2568/91 għandu jiġi emendat kif ġej:

(1) Ir-Regolament tal-Kummissjoni (KEE) Nru 2568/91 ⁽²⁾ jiddefinixxi l-karatteristiċi fiżiċi u kimiċi taż-żjut taż-żebbuġa u ż-żjut tal-fdal taż-żebbuġa u l-metodi tal-analiżi ta' dawk il-karatteristiċi. Jehtieg li jiġu aġġornati dawk il-metodi u l-valuri tal-limiti għall-karatteristiċi taż-żjut abbażi tal-opinjoni ta' esperti kimiċi u skont il-hidma mwettqa fi hdan il-Kunsill Internazzjonali taż-Żebbuġ.

1) Fl-Artikolu 2(1), jiżdied l-inciz li ġej:

“ — biex jiġi determinat il-kontenut ta' xema', esteri metiliċi tal-aċidi xahmin, u esteri etiliċi tal-aċidi xahmin permezz ta' kromatografija b'fazi gassuża f'kolonna kapillari, il-metodu stipulat fl-Anness XX”

(2) B'mod partikolari, billi l-esperti kimiċi kkonkludew li l-kontenut ta' esteri etiliċi tal-aċidi xahmin (FAEEs) u ta' esteri metiliċi tal-aċidi xahmin (FAMES) huwa parametru utli ta' kwalità għaž-żjut taż-żebbuġa extra vergni, huwa xieraq li jiġu inklużi valuri tal-limiti għal dawk l-esteri kif ukoll metodu biex ikun determinat il-kontenut tagħhom.

2) Fis-sommarju tal-Annessi, għandu jiddahhal dan li ġej:

“Anness XX: Metodu biex jiġi determinat il-kontenut ta' xema', esteri metiliċi tal-aċidi xahmin, u esteri etiliċi tal-aċidi xahmin permezz ta' kromatografija b'fazi gassuża f'kolonna kapillari”

(3) Sabiex jithalla perjodu ta' żmien ta' aġġustament għall-istandards il-godda, jingħata żmien għad-dhul tal-mezzi għall-applikazzjoni tagħhom u sabiex tiġi evitata d-disturbanza tat-tranzazzjonijiet kummerċjali, l-emendi għal dan ir-Regolament għandhom japplikaw mill-1 ta' April 2011. Għall-istess raġunijiet, għandhom isiru dispożizzjonijiet biex iż-żejt taż-żebbuġa u ż-żjut tal-fdal taż-żebbuġa li jiġu manifatturati legalment u ttikkettjati fl-Unjoni, jew importati legalment fl-Unjoni u mqieghda

3) L-Anness I għandu jinbidel bit-test tal-Anness I għal dan ir-Regolament.

4) L-Anness XX huwa miżjud, skont kif stipulat fl-Anness II għal dan ir-Regolament.

Artikolu 2

Madankollu, prodotti li ġew manifatturati u ttikkettjati legalment fl-Unjoni jew importati legalment fl-Unjoni u mqieghda f'ċirkulazzjoni hielsa qabel l-1 ta' April 2011 jistgħu jibqgħu jiġu kummerċjalizzati sakemm jispicċaw il-hażniet kollha.

⁽¹⁾ ĠU L 299, 16.11.2007, p. 1.⁽²⁾ ĠU L 248, 5.9.1991, p. 1.

Artikolu 3

Dan ir-Regolament għandu jidhol fis-seħh fit-tielet jum wara l-pubblikazzjoni tiegħu f'Il-Ġurnal Uffiċjali tal-Unjoni Ewropea.

Għandu jibda japplika mill-1 ta' April 2011.

Dan ir-Regolament għandu jorbot fl-intier tiegħu u huwa direttament applikabbli fl-Istati Membri kollha.

Magħmul fi Brussell, l-24 ta' Jannar 2011.

Għall-Kummissjoni
Il-President
José Manuel BARROSO

KARATTERISTIĊI TAŻ-ŻEJT TAŻ-ŻEBBUĠA

Kategorija	Esteri metiliċi ta' aċidu xahmi (FAMES) u esterii etiliċi tal-aċidu xahmi (FAEEs)	Aċidità (%) (*)	Valurta' peiossidu mEq O ₂ /kg (*)	Xema' mg/kg (**)	2 glicerilmonopalmitat (%)	Stigmas-tadjen mg/kg (1)	Differenza ECN42 HPLC- u ECN42 (Kalkolu teoretiku)	K ₂₃₂ (*)	K ₂₇₀ (*)	Delta-K (*)	Evalwazzjoni organolettika - Medjan tad-difett (*)	Evalwazzjoni organolettika Medjan tattoghma tal-frott (Mf) (*)
1. Żejt taż-żebbuġa extravergni	Σ FAME + FAEE \leq 75 mg/kg jew 75 mg/kg < Σ FAME + FAEE \leq 150 mg/kg u [FAEE/FAME] \leq 1,5	\leq 0,8	\leq 20	\leq 250	\leq 0,9 jekk % Aċidu p almitiku totali \leq 14 % \leq 1,0 jekk % Aċidupalmitikutotali > 14 %	\leq 0,10	\leq 0,2	\leq 2,50	\leq 0,22	\leq 0,01	Md = 0	Mf > 0
2. Żejt taż-żebbuġa vergni	—	\leq 2,0	\leq 20	\leq 250	\leq 0,9 jekk % Aċidu palmitiku totali \leq 14 % \leq 1,0 jekk % Aċidupalmitikutotali > 14 %	\leq 0,10	\leq 0,2	\leq 2,60	\leq 0,25	\leq 0,01	Md \leq 3,5	Mf > 0
3. Żejt taż-żebbuġa lantpanti	—	> 2,0	—	\leq 300 (3)	\leq 0,9 jekk % Aċidu p almitiku totali \leq 14 % \leq 1,1 jekk % Aċidupalmitikutotali > 14 %	\leq 0,50	\leq 0,3	—	—	—	Md > 3,5 (2)	—
4. Żejt taż-żebbuġa raffinat	—	\leq 0,3	\leq 5	\leq 350	\leq 0,9 jekk % Aċidu p almitiku totali \leq 14 % \leq 1,1 jekk % Aċidupalmitikutotali > 14 %	—	\leq 0,3	—	\leq 1,10	\leq 0,16	—	—
5. Żejt taż-żebbuġa ntagħmul ntinn żjut taż-żebbuġa raffinati u vergni	—	\leq 1,0	\leq 15	\leq 350	\leq 0,9 jekk % Aċidu p almitiku totali \leq 14 % \leq 1,0 jekk % Aċidupalmitikutotali > 14 %	—	\leq 0,3	—	\leq 0,90	\leq 0,15	—	—
6. Żejt tal-fdal taż-żebbuġa mhux raffinat	—	—	—	> 350 (4)	\leq 1,4	—	\leq 0,6	—	—	—	—	—
7. Żejt tal-fdal taż-żebbuġa raffinat	—	\leq 0,3	\leq 5	> 350	\leq 1,4	—	\leq 0,5	—	\leq 2,00	\leq 0,20	—	—
8. Żejt tal-fdal taż-żebbuġa	—	\leq 1,0	\leq 15	> 350	\leq 1,2	—	\leq 0,5	—	\leq 1,70	\leq 0,18	—	—

(1) Total tal-isomeri li jistghu jinfirdu (jew le) b'kolonna kapillari.

(2) Jew meta 1-medjantad-difetti huwa daqs jew inqas minn 3,5, u 1-medjan tat-toghma tal-frott huwa 0.

(3) Iż-żjut b'kontenut ta' xema' ta' bejn 300 mg/kg u 350 mg/kg jitqiesu bhala żejt taż-żebbuġa lantpanti jekk it-total ta' alkohol alifatiku huwa daqs jew inqas minn 350 mg/kg jew jekk il-perċentwal ta' eritrodjol u uvaol huwa daqs jew inqas minn 3,5 %.

(4) Iż-żjut b'kontenut ta' xema' ta' bejn 300 mg/kg u 350 mg/kg jitqiesu bhala żejt tal-fdal taż-żebbuġa mhux raffinat jekk it-total ta' alkohol alifatiku huwa aktar minn 350 mg/kg u jekk il-perċentwal ta' eritrodjol u uvaol huwa aktar minn 3,5 %.

Kategorija	Kontenut ta' aċidu ⁽¹⁾						Total tal-isomeri tranżlino-lejċi (%)	Total tal-isomeri tranżlino-lejċi + tranżlino-lenċi (%)	Il-kompożizzjoni tal-Isteroli						Steroli totali (mg/kg)	Eritrodjol u uvaol (%) (**)
	Miristiku (%)	Linoleniku (%)	Arakidiku (%)	Ejkose-nojku (%)	Behe niku (%)	Linjoċeriku (%)			Kolesterol (%)	Brassikas-terol (%)	Kampesterol (%)	Stigmas-terol (%)	Betasitos-terol (%) ⁽²⁾	Delta-7-stigma-stenol (%)		
1. Żejt taż-żebbuġa extra verġni	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
2. Żejt taż-żebbuġa verġni	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
3. Żejt taż-żebbuġa lampanti	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,10	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5 ⁽³⁾
4. Żejt taż-żebbuġa raffinat	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
5. Żejt taż-żebbuġa magnmul minn żjut taż-żebbuġa raffinati u verġni	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
6. Żejt tal-fdal taż-żebbuġa mhux raffinat	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 2 500	> 4,5 ⁽⁴⁾
7. Żejt tal-fdal taż-żebbuġa raffinat	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 800	> 4,5
8. Żejt tal-fdal taż-żebbuġa	≤ 0,05	≤ 1,0	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Camp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 600	> 4,5

⁽¹⁾ Kontenut ta' aċidi xahmin oħra (%): palmitiku: 7,5 - 20,0; palmitolejku: 0,3 - 3,5; heptadekanojku: ≤ 0,3; heptadekenoiku: ≤ 0,3; steariku: 0,5 - 5,0; olejku: 55,0 - 83,0; linolejku: 3,5 - 21,0

⁽²⁾ Total ta': Delta-5,23-stigmastadienol+klerosterol+beta-sitosterol+sitostanol+delta-5-avenasterol+delta-5,24-stigmastadienol.

⁽³⁾ Iż-żjut b'kontenut ta' xema' ta' bejn 300 mg/kg u 350 mg/kg jitqiesu bhala żejt taż-żebbuġa lampanti jekk it-total ta' alkohol alifatiku huwa inqas jew daqs 350 mg/kg jew jekk il-perċentwal ta' eritrodjol u uvaol huwa daqs jew inqas minn 3,5 %.

⁽⁴⁾ Iż-żjut b'kontenut ta' xema' ta' bejn 300 mg/kg u 350 mg/kg jitqiesu bhala żejt tal-fdal taż-żebbuġa mhux raffinat jekk it-total ta' alkohol alifatiku huwa aktar minn 350 mg/kg u jekk il-perċentwal ta' eritrodjol u uvaol huwa aktar minn 3,5 %.

Noti:

- Ir-rizultati tal-analiżi għandhom ikunu espressi bl-istess għadd ta' decimali bhal dawk previsti għal kull karatteristika. L aħhar ċifra għandha tiżdied b'unità jekk iċ-ċifra ta' wara hija akbar minn 4.
- Karatteristika wahda biss mhix konformi mal-valuri indikati hija biżżejjed biex iż-żejt jibdel minn kategorija għal oħra jew jiġi ddikjarat mhux konfoni mal-purità għall-għanijiet ta' dan ir-Regolament.
- Il-karatteristiċi indikati bi stilla (*), b'referenza għall-kwalità taż-żejt, jimplikaw li:
 - għaž-żejt taż-żebbuġa lamp anti, iż-żewġ-limiti relattivi jistgħu ma jikkonkorru mal-valuri ddikjarati fl-istess waqt;
 - għaž-żjut taż-żebbuġa verġni, in-nuqqas ta' osservanza ta' talanqas wiehed minn dawn il-limiti jwassal għal bidla fil-kategorija, iżda dejjem jibqa' kklasifikat fwiehed mit-tipi taż-żejt taż-żebbuġa verġni.
- Il-karatteristiċi indikati b'żewġ stile (**), b'referenza għall-kwalità taż-żejt, jimplikaw li għaž-żjut kollha tal-fdal taż-żebbuġa, il-limiti relattivi jistgħu ma jikkonkorru mal-valuri ddikjarati fl-istess waqt."

ANNEX II

"ANNEX XX

Metodu biex jiġi determinat il-kontenut ta' xema', ester metilici tal-aċidi xahmin, u ester etilici tal-aċidi xahmin permezz ta' kromatografija b'fażi gassuża f'kolonna kapillari

1. L-GHAN

Dan il-metodu huwa biex jiddetermina l-kontenut ta' xema', ester metilici tal-aċidi xahmin, u ester etilici tal-aċidi xahmin fiż-żjut taż-żebbuġa. Ix-xemgħat u l-esteri alkilici individwali huma separati skont l-għadd ta' atomi tal-karbonju. Il-metodu huwa rakkomandat bħala għodda biex tiddistingwixxi bejn żejt taż-żebbuġa u żejt mir-residwi taż-żebbuġa u bħala parametru ta' kwalità għaž-żjut taż-żebbuġa extra verġni, billi jippermetti li jinstabu tahliliet frodulenti ta' żjut taż-żebbuġa extra verġni ma' żjut ta' kwalità inferjuri kemm jekk huma verġni, lampanti jew ċerti żjut deodorizzati.

2. IL-PRINĊIPJU

Żieda ta' standards interni addattati għaž-żejt u għall-frazzjonar permezz tal-kromatografija fuq kolonna idrata tal-għell siliku. Irkuprar tal-frazzjoni miksub taht il-kondizzjonijiet tal-eżaminar (li l-polarità tiegħu tkun inqas minn dik ta' trijaċilgliceroli), u analiżi diretta permezz ta' kromatografija b'fażi gassuża f'kolonna kapillari.

3. L-APPARAT

3.1. **Kontenitur Erlenmeyer, 25 ml.**

3.2. **Kolonna tal-ħġieġ** għal kromatografija likwida, dijametru intern ta' 15 mm, tul ta' 30-40 ċm, bi stopkokk adattat imwahħal magħha.

3.3. **Kromatografija b'fażi gassuża** adattata għall-użu ma' kolonna kapillari, mghammra b'sistema għal injezzjoni diretta fuq il-kolonna li tikkonsisti minn:

3.3.1. **Forn ikkontrollat termostatikament bi programmar tat-temperatura.**

3.3.2. **Injettur kiesaħ** biex jagħti l-injezzjoni dirett fuq il-kolonna

3.3.3. **Detettur u konvertur-amplifikatur tal-jonizzazzjoni bi fjamma.**

3.3.4. **Integratur-reġistratur** (Nota 1) għall-użu mal-konvertur amplifikatur (punt 3.3.3), b'ħin ta' rispons ta' mhux aktar minn 1 s u b'veloċità varjabbli għal karta.

Nota 1: Jistgħu jintużaw ukoll sistemi kompjuterizzati meta d-dejta tal-kromatografija b'fażi gassuża jiddaħhlu fil-kompjuter.

3.3.5. **Kolonna kapillari, bis-silika fużjonata (għall-analiżi tax-xema' u l-esteri metilici/etilici tal-aċidi xahmin)**, tul 8-12 m, dijametru intern 0.25-0.32 mm, miksija minn ġewwa b'fażi likwida (Nota 2) għal hxuna uniformi ta' 0.10-0.30 µm.

Nota 2: Fazijiet likwidi kummerċjali adatti huma disponibbli għal dan il-għan, bħal SE52, SE54, eċċ.

3.4. **Siringa mikro**, 10 µl, b'labra mwebbsa, biex tiġi injettata direttament fil-kolonna.

3.5. **Xejker tal-elettriku.**

3.6. **Evaporatur rotatorju.**

3.7. **Forn Muffle.**

3.8. Miżien **analitiku** b'eżattezza ta' ± 0.1 mg.

3.9. Ogġetti normali tal-ħġieġ tal-laboratorju.

4. REAGENTI

4.1. **Ġell siliku**, 60-200 μm qiesu xibka.. Poġġi l-ġell siliku fil-forn muffle f'temperatura ta' 500 C għal mill-inqas 4 siegħat. Halliġ jibred u mbagħad zid 2 % ilma relattivament mal-kwantità ta' ġell siliku uzat. Ixxejkja sew biex it-tahlita tiġi omogenea u zomm fid-dessikatur għal mill-inqas 12-il siegħa qabel l-użu.

4.2. **n-essan**, grad ta' kromatografija jew grad tal-fdal (trid tiġi vverifikata l-purità).

TWISSIJA – Il-fwar jista' jiehu n-nar. Zomm 'il bogħod minn sorsi ta' shana, xrarat jew fjammi mikxufa tan-nar. Kun ċert li l-flixken dejjem jingħalqu tajjeb. Matul l-użu, ara li jkun hemm ventilazzjoni tajba. Evita li jingema' l-fwar u nehhi kull periklu possibbli ta' nar, bħal hiters jew tagħmir elettriku mhux manifatturat minn materjal li ma jihux nar. Jekk jittiehed man-nifs huwa perikoluż, għax jista' jikkawża hsara fiċ-ċelloli tan-nervituri. Evita li tibla' l-fwar. Uża apparat respiratorju adattat jekk hemm bżonn. Evita l-kuntatt mal-ġhajnejn jew mal-ġilda.

4.3. **Etere etiliku, grad ta' kromatografija.**

TWISSIJA – Fjammabbli hafna u moderatament tossiku. Jirrita l-ġilda. Perikoluż jekk jittiehed man-nifs. Jista' jagħmel hsara lill-ġhajnejn. L-effetti tiegħu jistgħu jdmu ma jinhassu. Jista' jiffirma perossidi esplussivi. Il-fwar jista' jiehu n-nar. Zomm 'il bogħod minn sorsi ta' shana, xrarat jew fjammi mikxufa tan-nar. Kun ċert li l-flixken dejjem jingħalqu tajjeb. Matul l-użu, ara li jkun hemm ventilazzjoni tajba. Evita li jingema' l-fwar u nehhi kull periklu possibbli ta' nar, bħal hiters jew tagħmir elettriku mhux manifatturat minn materjal li ma jihux nar. Thallix li jkun hemm evaporazzjoni san-nixfa jew kwazi nixfa. Jekk iżżid l-ilma jew aġent adattat li jnaqqas l-effett tista' tnaqqas il-formazzjoni tal-perossidu. Tixorbux. Evita li tibla' l-fwar. Evita kuntatt fit-tul, jew repetut, mal-ġilda.

4.4. **n-ettan**, grad ta' kromatografija, jew **iso-ottan**.

TWISSIJA – fjammabbli. Perikoluż jekk jittiehed man-nifs. Zomm 'il bogħod minn sorsi ta' shana, xrarat jew fjammi mikxufa tan-nar. Kun ċert li l-flixken dejjem jingħalqu tajjeb. Matul l-użu, ara li jkun hemm ventilazzjoni tajba. Evita li tibla' l-fwar. Evita kuntatt fit-tul, jew repetut, mal-ġilda.

4.5. **Soluzzjoni standard ta' lawril araciđat** (Nota 3), f' 0.05 % (m/V) fil-ettan (standard intern għax-xema').

Nota 3: Jistgħu jintużaw ukoll Palmitat tal-palmitil, stearat tal-miristil jew lawreat tal-araciđil.

4.6. **Soluzzjoni standard ta' ettođeċanoat metiliku, f'0.02 % (m/V) fil-ettan (standard intern għal esteri metilici/etiliċi).**

4.7. **Sudan 1 (1-fenilažo-2-naftol).**

4.8. **Gass trasportatur: idroġenu jew elju, pur, gass grad tal-kromatografija.**

TWISSIJA

Idroġenu. Fjammabbli hafna meta taht pressjoni. Zomm 'il bogħod minn sorsi ta' shana, xrarat, fjammi mikxufa tan-nar jew apparat elettriku mhux manifatturat minn materjal li ma jihux nar. Kun ċert li l-valv tal-flixkun jkun magħluq meta ma jkunx qed jintuża. Uża dejjem ma' apparat li jnaqqas il-pressjoni. Irrilaxxa t-tensjoni tal-molla tal-apparat li jnaqqas il-pressjoni qabel ma tiftaħ il-valv tal-flixkun. Toqgħodx quddiem l-għonq tal-flixkun meta tiftaħ il-valv. Matul l-użu, ara li jkun hemm ventilazzjoni tajba. Tittrasferix l-idroġenu minn flixkun għal iehor. Thallatx gass fil-flixkun. Kun ċert li l-flixken ma jkunux jinqelbu. Zommhom 'il bogħod mix-xemx jew sorsi ta' shana. Aħzinhom f'ambjent mhux korrossiv. Tużax flixken li huma difettużi jew mingħajr tikketta.

Elju. Gass ikkumpressat fi pressjoni għolja. Inaqqas l-ammont ta' ossiġnu disponibbli għan-nifs. Zomm il-flixkun magħluq. Matul l-użu, ara li jkun hemm ventilazzjoni tajba. Tidholx fi mħażen ta' dan il-prodott jekk ma jkollhomx ventilazzjoni tajba. Uża dejjem apparat li jnaqqas il-pressjoni. Irrilaxxa t-tensjoni tal-molla tal-apparat li jnaqqas il-pressjoni qabel ma tiftaħ il-valv tal-flixkun. Tittrasferix l-gass minn flixkun għal iehor. Kun ċert li l-flixken ma jkunux jistgħu jinqalbu. Toqgħodx faċċata tal-għonq tal-flixkun meta tiftaħ il-valv. Zommhom 'il bogħod mix-xemx jew sorsi tas-shana. Aħzinhom f'ambjent mhux korrossiv. Tużax flixken li huma difettużi jew mingħajr tikketta. Tiehdux man-nifs. Użah biss għal għanijiet tekniċi.

4.9. Gassijiet awżiljarji:

— Idroġenu, pur, gass grad tal-kromatografija.

— Arja, pura, gass grad tal-kromatografija.

TWISSIJA

Arja. Gass ikkumpressat fi pressjoni għolja. Fil-preżenza ta' sustanzi kombustibbli uża b'kawtela, għaliex it-temperatura li jiehdu n-nar minnhom infishom bosta mill-komposti organiċi fl-arja hija konsiderevolment aktar baxxa taht pressjoni għolja. Kun ċert li l-valv tal-flixxkun jkun magħluq meta ma jkunx qed jintuża. Uża dejjem apparat li jnaqqas il-pressjoni. Irrilaxxa t-tensjoni tal-molla tal-apparat li jnaqqas il-pressjoni qabel ma tiftaħ il-valv tal-flixxkun. Toqgħodx faċċata tal-għonq tal-flixxkun meta tiftaħ il-valv. Tittrasferix l-gass minn flixxkun għal iehor. Thallatx gass fil-flixxkun. Kun ċert li l-flixxkun ma jkunux jistgħu jinqalbu. Żommhom 'il bogħod mix-xemx jew sorsi tas-shana. Aħżinhom f'ambjent mhux korrossiv. Tużax flixxkun li huma difettużi jew mingħajr tikketta. L-arja intenzjonata għal għanijiet tekniċi ma għandhiex tittiehed bin-nifs jew f'apparat respiratorju.

5. IL-PROCĊEDURA

5.1. Preparazzjoni tal-kolonna kromatografika

Issospendi 15 g ta' ġell siliku (punt 4.1) fil-n-essan (punt 4.2) u introduci fil-kolonna (punt 3.2). Hallih joqgħod spontanjamment. Kompli t-tqeghid bl-ghajnuna ta' xejker elettriku biex tagħmel il-qiegh kromatografiku iktar omogenu. Ipperkola 30 ml ta' n-essan biex tneħhi l-impuritatiet. Iżen eżattament madwar 500 mg tal-kampjun fi flask ta' 25 ml (punt 3.1), permezz tal-miżien analitiku (punt 3.8), u żid ammont xieraq ta' standard intern (punt 4.5), skont il-kontenut tax-xama ssoptionut, eż. żid 0.1 mg ta' lawril araciđat fil-każ ta' żejt taż-żebbuġa, 0.25 sa 0.50 mg fil-każ ta' żejt mir-residwi taż-żebbuġ, u 0.05 mg ta' ettodecanoat metiliku għaž-żejt taż-żebbuġa (punt 4.6).

Ittrasferixxi l-kampjun ippreparat għall-kolonna kromatografika bil-ghajnuna ta' żewġ porzjonijiet ta' 2-ml ta' n-essan (punt 4.2).

Halli s-solvent inixxi sa 1 mm 'il fuq mill-ogħla livell tal-assorbent. Erġa' pperkola l-n-essan/etere etiliku (99:1) u iġbor 220 ml bi tnixxija ta' madwar 15-il taqtira kull 10 sekondi. (**Din il-frazzjoni fiha l-esteri metiliċi u etiliċi, u x-xema**). (Nota 4) (Nota 5).

Nota 4: It-tahlita ta' n-essan/etere etiliku (99:1) trid tiġi ppreparata mill-ġdid kuljum

Nota 5: 100 µl ta' kulur Sudan I ta' 1 % fit-tahlita tal-elużjoni tista' tiġi miżjuda mat-tahlita tal-kampjun biex teżamina viżwalment li x-xemgħat huma elużi sew.

Il-hin tar-retenzjoni tal-kulur huwa bejn dak tax-xema u t-trijaċilgliċeroli. Ghalekk, meta l-kulur jinzel fil-qiegh tal-kolonna kromatografika, l-elużjoni trid tiġi sospiża għaliex ix-xemgħat kollha jkunu ġew elużi.

Evapora l-frazzjonijiet riżultanti f'evaporatur rotatorju sakemm is-solvent jiġi kważi eliminat. Neħhi l-aħħar 2 ml taht kurrent hafif ta' nitroġenu. Iġbor il-frazzjoni li fiha l-esteri metiliċi u etiliċi u hallatha b'2-4 ml ta' n-ettan jew iso-ottan.

5.2. Analizi bil-kromatografija b'fażi gassuża

5.2.1. Proċedura preliminari

Wahhal il-kolonna mal-kromatografija b'fażi gassuża (punt 3.3), u għaqqad il-bokka mas-sistema ta' fuq il-kolonna u l-iżbokk mad-detettur. Iċċekkja l-apparat tal-kromatografija b'fażi gassuża (operazzjoni ta' gass loops, effiċjenza ta' detettur u sistema ta' rikording, eċċ.).

Jekk il-kolonna tkun qed tintuża għall-ewwel darba, huwa ahjar tiġi kundizzjonata. Ghaddi nixxija hafifa ta' gass mill-kolonna, imbagħad ixgħel l-apparat tal-kromatografija b'fażi gassuża. Sahħan bil-mod sakemm tintlaħaq temperatura ta' 350 C wara madwar 4 siegħat.

Żomm din it-temperatura għal mill-inqas sagħtejn, imbagħad irregola l-apparat għall-kundizzjonijiet operattivi (irregola l-fluss tal-gass, ixgħel fjamma, qabbad ma' rikorder elettroniku (punt 3.3.4), irregola t-temperatura tal-forn għall-kolonna, irregola d-detettur, eċċ.). Irrekordja s-sinjal fi stat sensitiv mill-anqas darbtejn oġhla minn dak meħtieġ biex tagħmel l-analiżi. Il-linja bażi għandha tkun lineari, mingħajr ebda tip ta' qċaċet, u ma jridx ikollha xi tip ta' devjazzjoni.

Devjazzjoni negattiva f'linja dritta tindika li l-konnessjonijiet mal-kolonna mhumiex tajbin, waqt li devjazzjoni pożittiva tindika li l-kolonna ġietx ikkundizzjonata sew.

5.2.2. *Għażla ta' kundizzjonijiet ta' operar għax-xema', il-esteri metiliċi u etiliċi (Nota 6).*

Il-kundizzjonijiet tal-operar ġeneralment huma kif ġej:

— Temperatura tal-kolonna:

20 °C/min 5 °C/min

80 °C għall-ewwel (1') — 140 °C — 335 °C (20)

— Temperatura tad-detettur: 350 °C.

— Ammont injettat: 1 µl ta' soluzzjoni n-ettan (2-4 ml).

— Gass trasportatur: elju jew idroġenu bil-veloċità linjari ottima għall-gass magħżul (ara l-Appendiċi A).

— Sensittività tal-istrument: adattat biex jilhaq il-kundizzjonijiet ta' hawn fuq.

Nota 6: Minhabba t-temperatura għolja finali, devjazzjoni pożittiva hija permessa, iżda ma tistax taċċedi iktar minn 10 % tal-valur massimu tal-iskala.

Dawn il-kundizzjonijiet jistgħu jiġu mmodifikati skont il-karatteristiċi tal-kolonna u l-kromatografija b'fazi gassuża biex jiġu sseparati x-xemgħat u esteri metiliċi u etiliċi tal-aċidi xahmin kollha, u biex tintlaħaq separazzjoni sodisfaċenti fil-quċcata (ara l-Grafiċi 2, 3 u 4), u hin ta' retenzjoni ta' 18 ± 3 minuta għall-istandard intern tal-lawril arācidat. Il-quċcata l-iktar rappreżentattiva tax-xema' trid tkun iktar minn 60 % tal-valur massimu tal-iskala, filwaqt li l-istandard intern tal-ettodeċanoat metiliku għall-esteri metiliċi u etiliċi jrid jilhaq il-valur massimu tal-iskala.

Il-parametri tal-integrazzjoni tal-qċaċet għandhom jiġu ddeterminati b'tali mod li tikseb evalwazzjoni korretta tal-erjas tal-qċaċet ikkunsidrati.

5.3. **Prestazzjoni tal-analiżi**

Hu 10 µl tas-soluzzjoni permezz ta' siringa mikro ta' 10 µl, waqt li tiġbed lura l-manku tas-siringa sakemm il-labbra titbattal kompletament. Introduċi l-labbra fis-sistema ta' injezzjoni u injetta malajr wara 1-2 sekondi. Wara għal xi 5 sekondi oħroġ il-labbra bil-mod.

Wettaq l-irrekordjar sakemm ix-xema' jew l-istigmastadeini jiġu elużi kompletament, skont il-frazzjoni li tkun qed tiġi analizzata.

Il-linja bażi trid dejjem tissodisfa l-kondizzjonijiet meħtieġa.

5.4. **Identifikazzjoni tal-qċaċet**

Identifika l-qċaċet mill-hinjiet tar-retenzjoni billi tikkomparahom mat-tahlit tax-xema' b'hinjiet ta' retenzjoni magħrufa, analizzati taħt l-istess kundizzjonijiet. L-esteri alkiliċi jiġu identifikati minn tahlitiet ta' esteri metiliċi u etiliċi tal-aċidi xahmin ewlenin fiż-żjut taż-żebbuġa (palmitiċi u taż-żejt).

Il-Grafika 1 tagħti l-kromatogramma tax-xema' fiż-żejt taż-żebbuġa verġni. Il-Grafiċi 2 u 3 juru l-kromatogrammi ta' żewġ żjut taż-żebbuġa verġni għall-bejgħ bl-innut, wiehed bl-esteri metiliċi u etiliċi u l-iehor mingħajrhom. Il-Grafika 4 turi l-kromatogrammi għal żejt taż-żebbuġa extra verġni tal-oġhla kwalità, u l-istess żejt mħallat 20 % b'żejt deodorizzat.

5.5. Analizi kwantitattiva tax-xema'

Iddetermina l-erjas tal-qċaċet li jikkorrispondu mal-istandard intern tal-lawril araċidat, u l-esteri alifatiċi minn C₄₀ sa C₄₆ bl-ghajjnuna tal-integratur.

Iddetermina l-kontenut totali tax-xema' billi tghodd kull xema' individwali, f'mg/kg ta' xaham, kif ġej:

$$\text{Xema}', \text{mg/kg} = \frac{(\sum A_x) \cdot m_s \cdot 1\,000}{A_s \cdot m}$$

fejn:

A_x = erja li tikkorrispondi għall-quċċata tal-esteru individwali, fl-unità użata mill-kompjuter

A_s = erja li tikkorrispondi għall-quċċata tal-istandard intern tal-lawril araċidat, fl-unità użata mill-kompjuter

m_s = massa miżjuda tal-istandard intern tal-lawril araċidat, f'milligrammi;

m = massa tal-kampjun mehud għad-determinazzjoni, fi grammi.

5.5.1. Analizi kwantitattiva tal-esteri metiliċi u etiliċi

Bl-ghajjnuna tal-integratur, iddetermina l-erjas tal-qċaċet li jikkorrispondu għall-istandard intern tal-ettodeċanoat metiliku, l-esteri metiliċi tal-aċidi xahmin C₁₆ u C₁₈, u l-esteri etiliċi tal-aċidi xahmin C₁₆ u C₁₈.

Iddetermina l-kontenut ta' kull esteru alkiliku f'mg/kg ta' xaham, kif ġej:

$$\text{Esteru, mg/kg} = \frac{A_x \cdot m_s \cdot 1\,000}{A_s \cdot m}$$

fejn:

A_x = erja li tikkorrispondi għall-quċċata tal-esteru individwali C₁₆ u C₁₈, fl-unità użata mill-kompjuter

A_s = l-erja li tikkorrispondi għall-quċċata tal-istandard intern tal-ettodeċanoat metiliku, fl-unità użata mill-kompjuter

m_s = massa miżjuda tal-istandard intern tal-ettodeċanoat metiliku, f'milligrammi;

m = massa tal-kampjun mehud għad-determinazzjoni, fi grammi.

6. L-ESPRESSJONI TAR-RIŻULTATI

Irraporta s-somma tal-kontenuti tax-xemgħat differenti minn C₄₀ sa C₄₆ (Nota 7) f'milligrammi kull kilogramma ta' xaham.

Irraporta s-somma tal-kontenuti tal-esteri metiliċi u l-esteri etiliċi minn C₁₆ sa C₁₈ u t-total tat-tnejn.

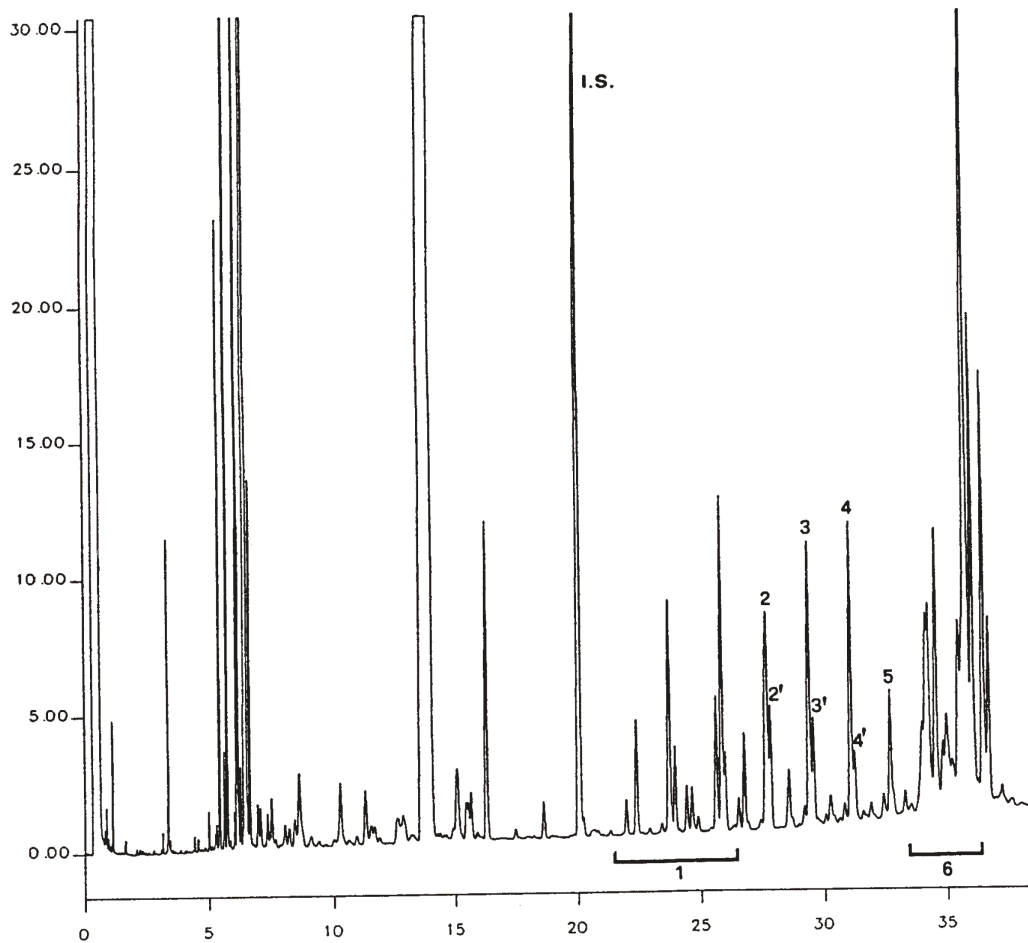
Ir-riżultati għandhom jiġu espressi għall-eqreb mg/kg.

Nota 7: Il-komponenti għal kwantifikazzjoni jirreferi għall-qċaċet b'numri pari tal-karbonju fost l-esteri C₄₀ – C₄₆, skont il-kromatogramma kampjun tax-xemgħat fiż-żejt taż-żebbuġa provdut fil-grafika mehmūza. Għall-ghanijiet ta' identifikazzjoni, jekk l-esteri C₄₆ jinqasam, huwa rrakkomandat li tiġi analizzata l-frazzjoni tax-xema' ta' żejt mir-residwu taż-żebbuġa fejn il-quċċata C₄₆ tista' tiġi ddistingwata, għaliex hija evidentement predominanti.

Irraporta l-proporzjon bejn l-esteri etiliċi u l-esteri metiliċi.

Grafika 1

Eżempju ta' kromatogramma tal-ġass tal-frazzjoni tax-xema' ta' żejt taż-żebruġa (*)



Il-ġcaċet b'hin ta' retenzjoni minn 5 sa 8 minuti tal-esteri metiliċi u etiliċi tal-aċidi xahmin

Elementi ewlenin:

I.S. = Lawril araċidat

1 = Esteri diterpeniċi

2+2' = Esteri C₄₀

3+3' = Esteri C₄₂

4+4' = Esteri C₄₄

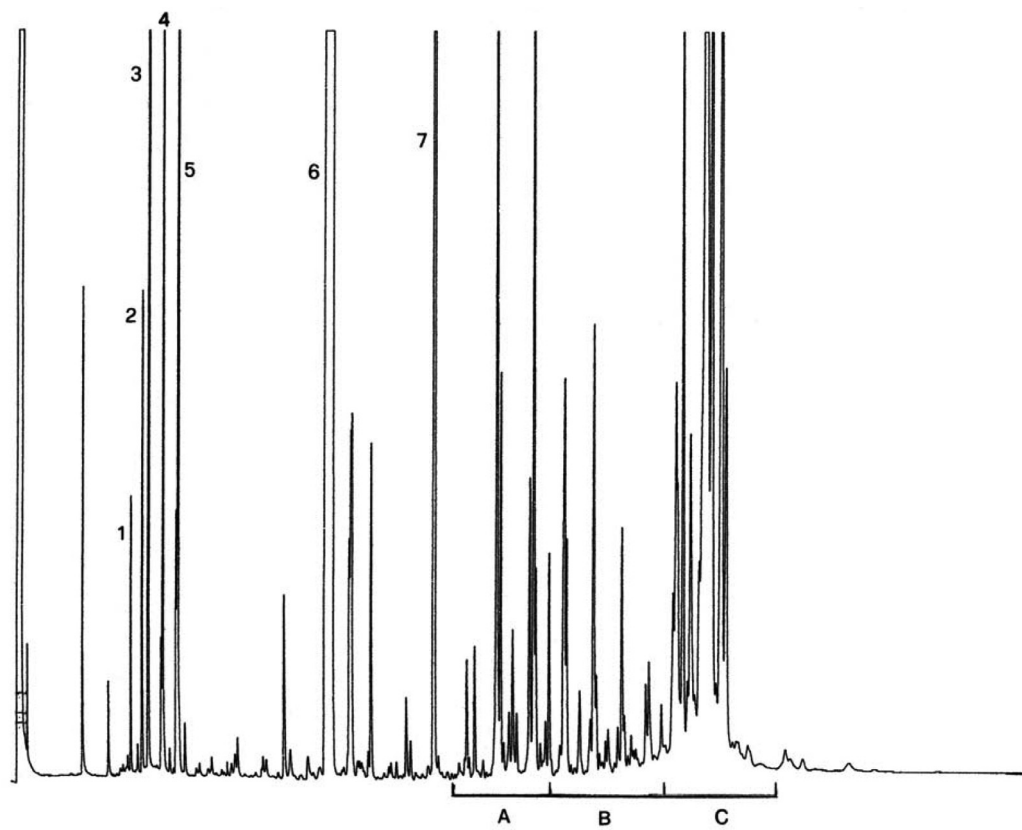
5 = Esteri C₄₆

6 = Esteri steroli u alkoħol triterpeniku

(*) Wara l-eluzjoni tal-esteri steroli, il-kromatogramma ma għandha turi ebda quċċata sinifikanti (trijacilgliceroli).

Grafika 2

Esteri metiliċi, esterj etiliċi u xema' fiż-żejt taż-żebbuġa verġni

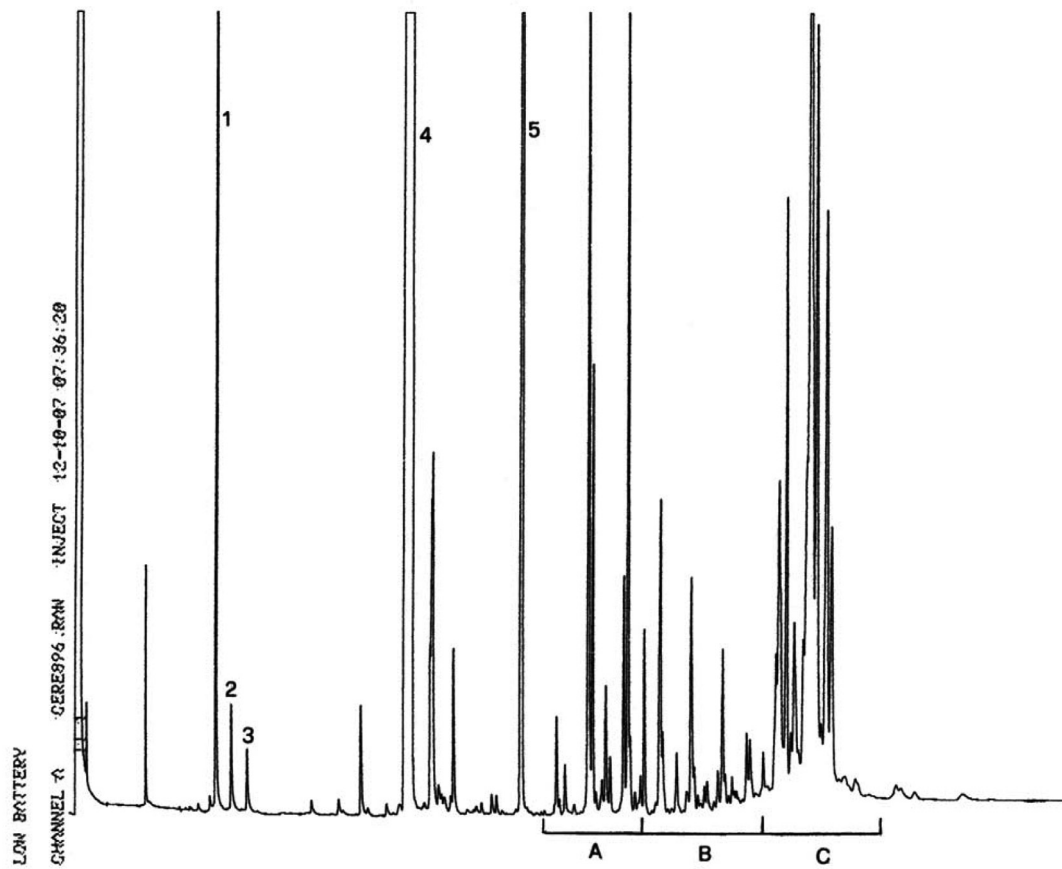


Elementi ewlenin:

- 1 – Metil C₁₆
- 2 – Etil C₁₆
- 3 – Standar intern tal-ettodeċanoat metiliku
- 4 – Metil C₁₈
- 5 – Etil C₁₈
- 6 – Squalene
- 7 – Standard intern tal-lawril aracidat
- A – Esteri diterpeniċi
- B – Xema'
- C – Esteri steroli u esterj triterpeniċi

Grafika 3

Esteri metiliċi, esterji etiliċi u xema' fiż-żejt taż-żebruġa extra verġni

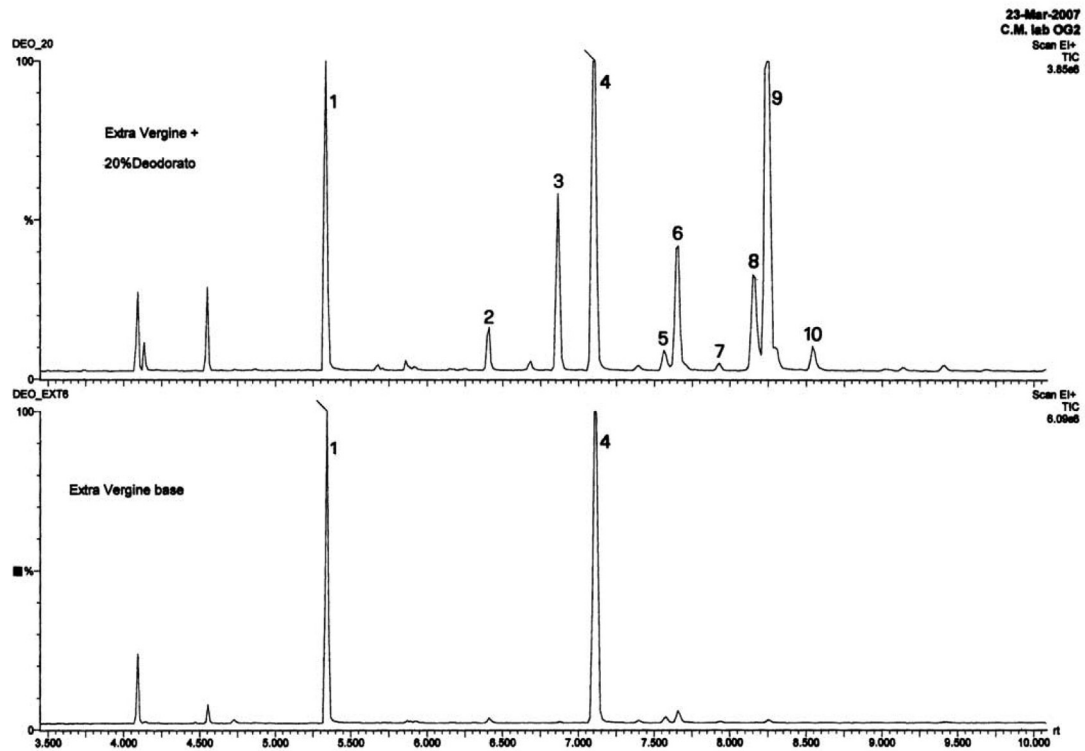


Elementi ewlenin:

- 1 – Standard intern tal-ettodecanoat metiliku
- 2 – Metil C₁₈
- 3 – Etil C₁₈
- 4 – Squalene
- 5 – Standard intern tal-lawril aracidat
- A – Esterji diterpeniċi
- B – Xema'
- C – Esterji steroli u esterji triterpeniċi

Grafika 4

Parti tal-kromatogrammi għal żejt extra vergini taż-żebbuġa u l-istess żejt mhallat b'žejt deodorizzat



Elementi ewlenin:

- 1 – Standard intern tal-metil miristato
- 2 – Metil palmitat
- 3 – Etil palmitat
- 4 – Standar intern tal-ettodecanoat metiliku
- 5 – Metil linoleat
- 6 – Methyl oleate
- 7 – Methyl stearate
- 8 – Ethyl linoleate
- 9 – Ethyl oleate
- 10 – Ethyl stearate

*Appendiċi A***Determinazzjoni tal-veloċità linjari tal-gass**

Injetta 1:3 μ l metan (jew propan) fl-apparat kromatografiku b'fazi gassuza, wara li tirregolah għall-kundizzjonijiet normali ta' operar. Hu l-hin li l-gass jiehu biex jgħaddi mill-kolonna mill-mument li jiġi injettat sakemm tidher l-quċċata (tM).

Il-veloċità lineari f'cm/sekonda tinsab bil-formola L/tM fejn L huwa l-għoli tal-kolonna, f'cm, u tM huwa l-hin imkejjel f'sekondi."
