

## REGULAMENTUL DE PUNERE ÎN APLICARE (UE) NR. 299/2013 AL COMISIEI

din 26 martie 2013

## de modificare a Regulamentului (CEE) nr. 2568/91 privind caracteristicile uleiurilor de măsline și ale uleiurilor din resturi de măsline, precum și metodele de analiză a acestora

COMISIA EUROPEANĂ,

având în vedere Tratatul privind funcționarea Uniunii Europene,

având în vedere Regulamentul (CE) nr. 1234/2007 al Consiliului din 22 octombrie 2007 de instituire a unei organizări comune a piețelor agricole și privind dispoziții specifice referitoare la anumite produse agricole („Regulamentul unic OCP”) (1), în special articolul 113 alineatul (1) litera (a) și articolul 121 primul paragraf litera (a), coroborate cu articolul 4,

întrucât:

- (1) Regulamentul (CEE) nr. 2568/91 al Comisiei din 11 iulie 1991 privind caracteristicile uleiurilor de măsline și ale uleiurilor din resturi de măsline, precum și metodele de analiză a acestora (2) definește caracteristicile chimice și organoleptice ale uleiurilor de măsline și ale uleiurilor din resturi de măsline și prevede metode de analiză a acestor caracteristici. Aceste metode trebuie actualizate pe baza avizului experților chimiști și în conformitate cu activitatea desfășurată în cadrul Consiliului oleicol internațional (denumit în continuare „IOC”).
- (2) În temeiul articolului 113 alineatul (3) din Regulamentul (CE) nr. 1234/2007, statele membre trebuie să verifice dacă uleiurile de măsline și uleiurile din resturi de măsline sunt conforme cu standardele de comercializare prevăzute în Regulamentul (CEE) nr. 2568/91 și, după caz, trebuie să aplice sancțiuni. Articolele 2 și 2a din Regulamentul (CEE) nr. 2568/91 prevăd norme detaliate pentru aceste verificări ale conformității. Normele menționate trebuie să garanteze că uleiul de măsline pentru care s-a prevăzut un standard de calitate este efectiv conform cu respectivul standard. Normele trebuie să fie detaliate mai mult și să includă o analiză a riscurilor. În scopul acestor verificări ale conformității, trebuie definit termenul „ulei de măsline comercializat”.
- (3) Experiența a demonstrat că există anumite riscuri de fraudă care subminează efectul deplin al protecției consumatorilor oferite prin Regulamentul (CEE) nr. 2568/91. Prin urmare, deținătorii de ulei de măsline trebuie să păstreze într-un registru evidența intrărilor și ieșirilor pentru fiecare categorie de uleiuri. Pentru a evita o sarcină administrativă excesivă fără a aduce atingere obiectivelor registrului uleiurilor de măsline, colectarea de informații trebuie limitată până la etapa de îmbuteliere a uleiului de măsline.
- (4) În scopul de a asigura monitorizarea și evaluarea măsurilor din Regulamentul (CEE) nr. 2568/91, statele membre trebuie nu numai să notifice Comisiei măsurile naționale de punere în aplicare, ci și să raporteze rezultatele verificărilor conformității.
- (5) Pentru a continua armonizarea cu standardele internaționale stabilite de IOC, anumite metode de analiză prevăzute în Regulamentul (CEE) nr. 2568/91 trebuie actualizate. În consecință, metoda de analiză prevăzută în anexa XVIII la regulamentul respectiv trebuie înlocuită cu o metodă mai eficientă. De asemenea, este oportun să se remedieze unele neconcordanțe și imperfecțiuni ale metodelor de analiză prevăzute în anexa IX la regulamentul menționat.
- (6) Statele membre au nevoie de o perioadă de tranziție pentru a aplica noile norme stabilite de prezentul regulament.
- (7) Comisia a elaborat un sistem de informare care permite gestionarea electronică a documentelor și a procedurilor în cadrul procedurilor sale interne de lucru și al relațiilor sale cu autoritățile implicate în politica agricolă comună. Se consideră că obligațiile de notificare prevăzute în Regulamentul (CEE) nr. 2568/91 pot fi îndeplinite prin intermediul acestui sistem, în conformitate cu Regulamentul (CE) nr. 792/2009 al Comisiei din 31 august 2009 de stabilire a normelor detaliate pentru comunicarea Comisiei de către statele membre a informațiilor și documentelor cu privire la implementarea organizării comune a piețelor, la sistemul de plăți directe, la promovarea produselor agricole și la regimul aplicabil regiunilor ultraperiferice și insulelor mici din Marea Egee (3).
- (8) Prin urmare, Regulamentul (CEE) nr. 2568/91 trebuie modificat în consecință.
- (9) Comitetul de gestionare a organizării comune a piețelor agricole nu a emis un aviz în termenul stabilit de președintele său,

ADOPTĂ PREZENTUL REGULAMENT:

## Articolul 1

Regulamentul (CEE) nr. 2568/91 se modifică după cum urmează:

1. Articolul 2a se înlocuiește cu următorul text:

## „Articolul 2a

(1) În sensul prezentului articol, «ulei de măsline comercializat» înseamnă cantitatea totală de ulei de măsline și ulei din resturi de măsline a unui stat membru care este consumată în respectivul stat membru sau exportată din respectivul stat membru.

(1) JO L 299, 16.11.2007, p. 1.

(2) JO L 248, 5.9.1991, p. 1.

(3) JO L 228, 1.9.2009, p. 3.

(2) Statele membre se asigură că verificările conformității sunt efectuate în mod selectiv, pe baza unei analize a riscurilor, și cu o frecvență corespunzătoare, astfel încât să se asigure conformitatea uleiului de măsline comercializat cu categoria declarată.

(3) Criteriile de evaluare a riscurilor pot include:

(a) categoria de ulei, perioada de producție, prețul uleiurilor în raport cu alte uleiuri vegetale, operațiunile de amestecare și ambalare, instalațiile și condițiile de depozitare, țara de origine, țara de destinație, mijloacele de transport sau volumul lotului;

(b) poziția operatorilor în lanțul de comercializare, volumul și/sau valoarea produselor comercializate de aceștia, gama de categorii de ulei pe care le comercializează, tipul de operațiune economică desfășurată, cum ar fi presarea, depozitarea, rafinarea, amestecarea, ambalarea sau vânzarea cu amănuntul;

(c) constatările din timpul verificărilor precedente, inclusiv numărul și tipul defectelor constatate, calitatea obișnuită a uleiurilor comercializate, performanța echipamentelor tehnice utilizate;

(d) fiabilitatea sistemelor de asigurare a calității sau a sistemelor de autocontrol ale operatorilor legate de conformitatea cu standardele de comercializare;

(e) locul de desfășurare a verificării, în special dacă este vorba de primul punct de intrare în Uniune, ultimul punct de ieșire din Uniune sau locul în care uleiurile sunt produse, ambalate, încărcate ori vândute către consumatorul final;

(f) orice alte informații care ar putea indica un risc de neconformitate.

(4) Statele membre stabilesc în prealabil:

(a) criteriile de evaluare a riscurilor de neconformitate a loturilor;

(b) pe baza unei analize a riscurilor pentru fiecare categorie de risc, numărul minim de operatori sau loturi și/sau cantități care vor fi supuse unei verificări a conformității.

O dată pe an se efectuează cel puțin o verificare a conformității la o mie de tone de ulei de măsline comercializat în statul membru.

(5) Statele membre verifică conformitatea:

(a) efectuând în ordine aleatorie analizele prevăzute în anexa I; sau

(b) respectând ordinea prevăzută în anexa Ib privind programul decizional, până se ajunge la una dintre deciziile menționate de programul respectiv.”

2. Articolul 3 se înlocuiește cu următorul text:

„Articolul 3

În cazul în care se constată că un ulei nu corespunde descrierii categoriei sale și fără a aduce atingere niciunei

alte sancțiuni, statul membru în cauză aplică sancțiuni eficace, proporționale și disuasive, care se vor stabili în funcție de gravitatea neregulii detectate.

Atunci când, în urma verificărilor, se constată nereguli semnificative, statele membre măresc frecvența verificărilor cu privire la etapa de comercializare, categoria de ulei, originea sa ori alte criterii.”

3. Se inserează următorul articol 7a:

„Articolul 7a

Persoanele fizice sau juridice, precum și grupurile de persoane care dețin, în scopuri profesionale sau comerciale, ulei de măsline și ulei din resturi de măsline, începând cu etapa extracției în concasor până la etapa de îmbuteliere, inclusiv, sunt obligate să țină registre cu intrările și ieșirile pentru fiecare categorie de astfel de uleiuri.

Statul membru se asigură că obligația prevăzută la primul paragraf este respectată în mod corespunzător.”

4. Articolul 8 se înlocuiește cu următorul text:

„Articolul 8

(1) Statele membre informează Comisia cu privire la măsurile de punere în aplicare a prezentului regulament. Acestea informează Comisia cu privire la orice modificări ulterioare.

(2) Până cel târziu la data de 31 mai a fiecărui an, statele membre transmit Comisiei un raport privind punerea în aplicare a prezentului regulament în cursul anului calendaristic anterior. Raportul conține cel puțin rezultatele verificărilor conformității efectuate în cazul uleiurilor de măsline, utilizând modelele prevăzute în anexa XXI.

(3) Notificările menționate în prezentul regulament se efectuează în conformitate cu Regulamentul (CE) nr. 792/2009 al Comisiei (\*).

(\*) JO L 228, 1.9.2009, p. 3.”

5. Anexa IX se înlocuiește cu textul din anexa I la prezentul regulament.

6. Anexa XVIII se înlocuiește cu textul din anexa II la prezentul regulament.

7. Se adaugă anexa XXI, al cărei text este prevăzut în anexa III la prezentul regulament.

Articolul 2

Prezentul regulament intră în vigoare în a șaptea zi de la data publicării în *Jurnalul Oficial al Uniunii Europene*.

Se aplică de la 1 ianuarie 2014. Cu toate acestea, articolul 8 alineatul (2) se aplică de la 1 ianuarie 2015.

Prezentul regulament este obligatoriu în toate elementele sale și se aplică direct în toate statele membre.

Adoptat la Bruxelles, 26 martie 2013.

*Pentru Comisie*  
*Președintele*  
José Manuel BARROSO

---

## ANEXA I

## „ANEXA IX

## ANALIZĂ SPECTROFOTOMETRICĂ ÎN ULTRAVIOLET

## INTRODUCERE

Examinarea spectrofotometrică în ultraviolet poate furniza indicații privind calitatea unei materii grase, starea de conservare a acesteia și modificările datorate proceselor tehnologice.

Absorbțiile cu lungimi de undă prevăzute în metodă sunt datorate prezenței sistemelor de diene și triene conjugate. Valorile acestor absorbții sunt exprimate ca extincția specifică  $E^{1\%}_{1\text{ cm}}$  (extincția unei soluții de substanță grasă de 1 % în solventul prescris, pentru o grosime de 1 cm) notată în mod convențional cu K (denumit, de asemenea, «coeficient de extincție»).

## 1. DOMENIUL DE APLICARE

Metoda descrie procedeul executării examinării spectrofotometrice în ultraviolet a uleiurilor de măsline (conform descrierii din apendice).

## 2. PRINCIPIUL METODEI

Substanța grasă studiată se dizolvă în solventul necesar, apoi se determină extincția soluției la lungimea de undă prescrisă, în raport cu solventul pur. Se calculează extincțiile specifice pornind de la citirile spectrofotometrice. Se calculează absorbanta specifică la 232 nm și 268 nm în izooctan sau la 232 nm și 270 nm în ciclohexan pentru o concentrație de 1 g la 100 ml într-o cuvă de 10 mm.

## 3. APARATURĂ

## 3.1. Spectrofotometru pentru măsurarea extincțiilor în ultraviolete între 220 și 360 nm, cu posibilitatea de citire pentru fiecare unitate nanometrică. Înainte de utilizare se recomandă ca scara de calibrare a lungimii de undă și a absorbantei spectrometrului să se verifice după cum urmează:

3.1.1. *scara lungimii de undă*: aceasta se poate verifica folosind un material de referință constând într-un filtru optic de sticlă ce conține oxid de holmiu, care are benzi de absorbție distincte. Materialul de referință este conceput pentru verificarea și calibrarea scării lungimilor de undă a spectrofotometrelor în domeniul vizibil și ultraviolet având lărgimea de bandă nominală spectrală de cel mult 5 nm. Filtrul de sticlă cu holmiu se măsoară în modul absorbantă în raport cu o probă martor de aer, pe intervalul de lungimi de undă cuprins între 640 și 240 nm. Pentru fiecare lărgime de bandă spectrală (0,10 – 0,25 – 0,50 – 1,00 – 1,50 – 2,00 și 3,00), se efectuează o corecție de referință cu suport de cuvă gol. Lungimile de undă ale lărgimii de bandă spectrală sunt indicate în certificatul materialului de referință din standardul ISO 3656;

3.1.2. *scara absorbantei*: aceasta se poate verifica folosind un material de referință constând în patru soluții de dicromat de potasiu în acid percloric, sigilate în patru cuve UV din cuarț pentru măsurarea liniarității și a preciziei fotometrice de referință în UV. Cuvele umplute cu dicromat de potasiu (40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml și 100 mg/ml) se măsoară în raport cu o probă martor de acid percloric. Valorile nete ale absorbantei sunt indicate în certificatul materialului de referință din standardul ISO 3656.

3.2. Cuve de cuarț dreptunghiulare, cu capac, cu parcurs optic de 1 cm. Cuvele, umplute cu apă sau cu alt solvent adecvat, nu trebuie să prezinte diferențe între ele mai mari de 0,01 unități de extincție.

3.3. Baloane gradate cu o capacitate de 25 ml.

3.4. Balanță analitică, care să poată fi citită cu o precizie de 0,0001 g.

## 4. REACTIVI

Se folosesc numai reactivi de puritate analitică recunoscută, cu excepția cazului în care se prevede altfel.

Solventul: izooctan (2,2,4-trimetilpentan) pentru măsurarea la 232 nm și 268 nm sau ciclohexan pentru măsurarea la 232 nm și 270 nm, având o absorbantă mai mică de 0,12 la 232 nm și mai mică de 0,05 la 250 nm în raport cu apa distilată, măsurată într-o cuvă de 10 mm.

## 5. MOD DE LUCRU

5.1. Proba examinată trebuie să fie perfect omogenă și lipsită de impurități. Uleiurile lichide la temperatura ambiantă sunt filtrate printr-un filtru de hârtie la o temperatură de aproximativ 30 °C, grăsimile solide sunt omogenizate și filtrate la o temperatură cu cel mult 10 °C mai mare decât temperatura lor de topire.

- 5.2. Se cântăresc aproximativ 0,25 g (cu o precizie de 1 mg) din proba astfel preparată într-un balon gradat de 25 ml, se completează până la gradație cu solventul prescris și se omogenizează. Soluția obținută trebuie să fie perfect limpede. În cazul în care soluția ar prezenta opalescență sau turbiditate, se filtrează rapid printr-un filtru de hârtie.
- 5.3. Se umple o cuvă de cuarț cu soluția obținută și se măsoară extincțiile, folosind ca referință solventul utilizat, la lungimi de undă adecvate cuprinse între 232 și 276 nm.

Valorile de extincție citite trebuie să fie cuprinse în intervalul 0,1-0,8; în caz contrar, este necesară repetarea măsurătorilor folosind soluții mai concentrate sau mai diluate, după caz.

**OBSERVAȚIE:** Este posibil să nu fie necesară măsurarea absorbției pe întregul interval de lungimi de undă.

## 6. PRIMIREA REZULTATELOR

- 6.1. Se înregistrează extincțiile specifice (coeficienții de extincție) la diferitele lungimi de undă, calculate după cum urmează:

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

unde:

$K_{\lambda}$  = extincție specifică la lungimea de undă  $\lambda$ ;

$E_{\lambda}$  = extincție măsurată la lungimea de undă  $\lambda$ ;

$c$  = concentrația soluției în g/100 ml;

$s$  = grosimea cuvelor de cuarț, în cm.

Rezultatele sunt exprimate cu o precizie de două zecimale.

### 6.2. Variația extincției specifice ( $\Delta K$ )

Analiza spectrofotometrică a uleiului de măsline conform metodei oficiale din legislația Uniunii presupune, de asemenea, determinarea variației valorii absolute a extincției specifice ( $\Delta K$ ), care este dată de ecuația:

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

unde  $K_m$  reprezintă extincția specifică la lungimea de undă  $m$ ; lungimea de undă corespunzătoare absorbției maxime depinde de solventul utilizat: 270 pentru ciclohexan și 268 pentru izooctan.

CARACTERISTICILE ULEIURILOR DE MĂSLINE

Categorie	Esteri metilici ai acizilor grași [Fatty acid methyl esters (FAME)] și esterii etilici ai acizilor grași [Fatty acid ethyl esters (FAEE)]	Aciditate (%) (*)	Indice de peroxid mEq O <sub>2</sub> /kg (*)	Ceruri mg/kg (**)	Monopalmitat de 2-gliceril (%)	Stigmas-tadienă mg/kg (1)	Diferență: NEC42 (HPLC) și NEC42 (calcul teoretic)	K <sub>232</sub> (*)	K <sub>270</sub> (*) 'K 270 sau K 268 (3)'	Delta-K (*) (5)	Evaluare organoleptică Mediana defectelor (Md) (*)	Evaluare organoleptică Mediana atributului fructat (Mf) (*)
1. Ulei de măsline extra virgin	Σ FAME + FAEE ≤ 75 mg/kg sau 75 mg/kg < Σ FAME + FAEE ≤ 150 mg/kg și (FAEE/FAME) ≤ 1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 dacă procentul de acid palmitic total ≤ 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
					≤ 1,0 dacă procentul de acid palmitic total > 14 %							
2. Ulei de măsline virgin	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 dacă procentul de acid palmitic total ≤ 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
					≤ 1,0 dacă procentul de acid palmitic total > 14 %							
3. Ulei de măsline lampant	—	> 2,0	—	≤ 300 (3)	≤ 0,9 dacă procentul de acid palmitic total ≤ 14 %	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 (2)	—
					≤ 1,1 dacă procentul de acid palmitic total > 14 %							
4. Ulei de măsline rafinat	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9 dacă procentul de acid palmitic total ≤ 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
					≤ 1,1 dacă procentul de acid palmitic total > 14 %							
5. Ulei de măsline compus din uleiuri de măsline rafinate și uleiuri de măsline virgine	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9 dacă procentul de acid palmitic total ≤ 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
					≤ 1,0 dacă procentul de acid palmitic total > 14 %							
6. Ulei brut din resturi de măsline	—	—	—	> 350 (4)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7. Ulei rafinat din resturi de măsline	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8. Ulei din resturi de măsline	—	≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(1) Suma izomerilor care pot (sau nu pot) fi separați prin coloană capilară.

(2) Sau în cazul cărora mediana defectelor este mai mică sau egală cu 3,5, iar mediana atributului fructat este egală cu 0.

(3) Uleiurile cu un conținut de ceară cuprins între 300mg/kg și 350 mg/kg sunt considerate uleiuri de măsline lampante dacă conținutul total de alcooli alifatici este mai mic sau egal cu 350 mg/kg sau dacă conținutul de eritrodol și uvaol este mai mic sau egal cu 3,5 %.

(4) Uleiurile cu un conținut de ceară cuprins între 300mg/kg și 350 mg/kg sunt considerate uleiuri brute din resturi de măsline dacă conținutul total de alcooli alifatici depășește 350 mg/kg și dacă conținutul de eritrodol și uvaol depășește 3,5 %.

(5) K 270 dacă solventul este ciclohexan, K 268 dacă solventul este izooctan."

## ANEXA II

## „ANEXA XVIII

**DETERMINAREA DIFERENȚEI DINTRE CONȚINUTUL REAL ȘI CONȚINUTUL TEORETIC DE TRIGLICERIDE  
CU NEC 42**

## 1. DOMENIUL DE APLICARE

Determinarea diferenței absolute dintre valorile experimentale ale trigliceridelor (TG) cu număr echivalent de atomi de carbon egal cu 42 (NEC42<sub>HPLC</sub>) obținute prin determinarea în ulei prin cromatografie lichidă de înaltă performanță (HPLC) și valoarea teoretică a TG cu număr echivalent de atomi de carbon egal cu 42 (NEC 42<sub>teoretic</sub>) calculată pe baza compoziției de acizi grași.

## 2. SFERA DE APLICARE

Metoda se aplică uleiurilor de măsline. Metoda se aplică detectării prezenței unor cantități mici de uleiuri din semințe (bogate în acid linoleic) în fiecare categorie de uleiuri de măsline.

## 3. PRINCIPIU

În cazul uleiurilor de măsline pure, conținutul de trigliceride cu NEC 42 determinat prin analiza HPLC este, într-o oarecare măsură, echivalent cu conținutul teoretic de trigliceride cu NEC 42 (calculat pe baza compoziției de acizi grași determinate prin cromatografie în fază gazoasă-lichidă - GLC). O diferență mai mare decât valorile adoptate pentru fiecare categorie de ulei indică faptul că uleiul conține uleiuri din semințe.

## 4. METODĂ

Metoda de calcul pentru conținutul teoretic de trigliceride cu NEC 42 și pentru diferența în raport cu datele HPLC constă în principal în coordonarea datelor analitice obținute cu ajutorul altor metode. Se pot distinge trei faze: determinarea compoziției de acizi grași prin cromatografie în fază gazoasă cu coloană capilară, calculul compoziției teoretice a trigliceridelor cu NEC 42 și determinarea trigliceridelor cu NEC 42 prin HPLC.

4.1. **Aparatură**

4.1.1. Baloane de 250 și 500 ml

4.1.2. Pahare Berzelius de 100 ml

4.1.3. Coloană cromatografică din sticlă (diametru intern de 21 mm, lungime de 450 mm) cu robinet și șlif (mamă) în partea de sus

4.1.4. Pâlnii de separare de 250 ml, cu șlif (tată) în partea de jos, adecvate pentru conectarea la partea superioară a coloanei

4.1.5. Baghetă de sticlă de 600 mm lungime

4.1.6. Pâlnie de sticlă de 80 mm diametru

4.1.7. Baloane gradate de 50 ml

4.1.8. Baloane gradate de 20 ml

4.1.9. Evaporator rotativ

4.1.10. Aparat de cromatografie în fază lichidă de înaltă performanță care permite un control termostatic al temperaturii coloanei

4.1.11. Injectoare pentru 10 μl

4.1.12. Detector: refractometru diferențial capabil să determine indicele de refracție cu aproximație de 10<sup>-4</sup>

4.1.13. Coloană: tub din oțel inoxidabil de 250 mm lungime × 4,5 mm diametru interior, prevăzut cu particule de siliciu cu diametru de 5 μm conținând 22-23 % carbon sub formă de octadecilsilan

4.1.14. Software de prelucrare a datelor

4.1.15. Flacoane, de aproximativ 2 ml, cu membrane din teflon și capace cu filet

4.2. **Reactivi**

Reactivii trebuie să fie de puritate analitică, iar solvenții de eluare trebuie să fie degazați (ei pot fi reciclați de mai multe ori, fără ca acest lucru să aibă repercusiuni asupra separărilor).

- 4.2.1. Eter de petrol, 40-60 °C, de puritate pentru cromatografie sau hexan
- 4.2.2. Eter etilic, fără peroxid, proaspăt distilat
- 4.2.3. Solvent de eluare pentru purificarea uleiului prin cromatografie în coloană: amestec eter de petrol/eter etilic 87/13 (v/v)
- 4.2.4. Silicagel, granulometrie 70-230, tipul Merck 7734, cu un conținut de apă standardizat de 5 % (g/g)
- 4.2.5. Vată de sticlă
- 4.2.6. Acetonă pentru HPLC
- 4.2.7. Acetonitril sau propionitril pentru HPLC
- 4.2.8. Solvent de eluare HPLC: acetonitril + acetonă (proporțiile trebuie să fie ajustate în funcție de separarea dorită; se începe cu un amestec 50:50) sau propionitril
- 4.2.9. Solvent de solubilizare: acetonă
- 4.2.10. Trigliceride de referință: pot fi utilizate trigliceride comerciale (tripalmitină, trioleină etc.), iar timpii de retenție se reprezintă grafic după numărul echivalent de atomi de carbon, sau, alternativ, cromatograme de referință obținute din ulei de soia, amestec 30:70 ulei de soia - ulei de măsline, și ulei de măsline pur (a se vedea notele 1 și 2 și figurile 1-4)
- 4.2.11. Coloană de extracție în fază solidă, cu fază de silice 1 g, 6 ml

### 4.3. Pregătirea probelor

Întrucât existența unui anumit număr de substanțe interferente poate conduce la rezultate fals pozitive, proba trebuie întotdeauna să fie purificată în conformitate cu metoda IUPAC 2.507, utilizată pentru determinarea conținutului de compuși polari în grăsimi de prăjit.

#### 4.3.1. Pregătirea coloanei cromatografice

Se umple coloana (4.1.3) cu aproximativ 30 ml de solvent de eluare (4.2.3), apoi se introduce niște vată de sticlă (4.2.5) în interiorul coloanei și se împinge până la fundul coloanei cu ajutorul baghetei de sticlă (4.1.5).

Într-un pahar Berzelius de 100 ml, se prepară o suspensie cu 25 g de silicagel (4.2.4) în 80 ml de amestec de eluare (4.2.3), apoi se transferă în coloană cu ajutorul unei pâlnii de sticlă (4.1.6).

Pentru a asigura transferul complet al silicagelului în coloană, se spală paharul Berzelius cu amestecul de eluare și se transferă în coloană și lichidul de spălare.

Se deschide robinetul și se permite eluțiunea solventului din coloană până când nivelul său ajunge la aproximativ 1 cm deasupra silicagelului.

#### 4.3.2. Cromatografia în coloană

Cu o precizie de 0,001 g, se cântăresc  $2,5 \pm 0,1$  g de ulei, filtrat anterior, omogenizat și, dacă este necesar, complet deshidratat, într-un balon gradat de 50 ml (4.1.7).

Se dizolvă în aproximativ 20 ml de solvent de eluare (4.2.3). În cazul în care este necesar, se încălzește ușor pentru ca dizolvarea să se facă ușor. Se răcește la temperatura camerei și se aduce la volum cu solvent de eluare.

Cu ajutorul unei pipete gradate, se introduc 20 ml de soluție în interiorul coloanei pregătite în conformitate cu punctul 4.3.1, se deschide robinetul și se permite eluțiunea solventului până la nivelul stratului de silicagel.

Apoi se realizează eluțiunea cu 150 ml de solvent de eluare (4.2.3), reglând debitul solventului la aproximativ 2 ml/min (astfel încât să dureze aproximativ 60-70 de minute pentru ca 150 ml să treacă prin coloană).

Eluatul este recuperat într-un balon cu fund rotund de 250 ml (4.1.1) tarat în prealabil în cuptor și cântărit cu precizie. Se elimină solventul la presiune redusă într-un evaporator rotativ (4.1.9) și se cântărește rezidul care va fi utilizat pentru prepararea soluției pentru analiza HPLC și pentru prepararea metilesterilor.

Recuperarea probei în coloană trebuie să fie în proporție de cel puțin 90 % în cazul categoriilor de ulei extra virgin, virgin și rafinat și în proporție de minimum 80 % în cazul uleiului lampant și al celui din resturi de măsline.



#### 4.3.3. Purificarea SPE (extracție în fază solidă)

Se activează coloana SPE de silice prin trecerea a 6 ml de hexan (4.2.3) sub vid, evitându-se uscarea.

Cu o precizie de 0,001 g, se cântăresc 0,12 g într-un flacon de 2 ml (4.1.15) și se dizolvă în 0,5 ml de hexan (4.2.3).

Se încarcă soluția în coloana SPE și se face eluțiunea cu 10 ml de hexan-dietil eter (87:13 v/v) (4.2.3) sub vid.

Fracțiunea colectată se evaporă până la uscare într-un evaporator rotativ (4.1.9) la presiune scăzută și la temperatura camerei. Se dizolvă reziduul în 2 ml de acetonă (4.2.6) pentru analiza trigliceridelor (TG).

#### 4.4. Analiza HPLC

##### 4.4.1. Pregătirea probelor pentru analiza cromatografică

Se prepară o soluție la 5 % din probele de analizat prin cântărirea a  $0,5 \pm 0,001$  g de probă într-un balon gradat de 10 ml și se completează până la 10 ml cu solvenul de solubilizare (4.2.9).

##### 4.4.2. Procedură

Se reglează sistemul cromatografic. Se pompează solvent de eluare (4.2.8) la un debit de 1,5 ml/minut pentru a purja întregul sistem. Se așteaptă până la obținerea unei linii de bază stabile.

Se injectează 10  $\mu$ l din proba preparată conform indicațiilor de la punctul 4.3.

##### 4.4.3. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se utilizează metoda normalizării ariilor, altfel spus se presupune că suma ariilor picurilor corespunzând trigliceridelor (TG) de la NEC 42 până la NEC 52 este egală cu 100 %.

Se calculează procentajul relativ al fiecărei trigliceride, utilizând formula:

$$\% \text{ trigliceridă} = \frac{\text{aria picului} \times 100}{\text{suma ariilor picurilor}}$$

Rezultatele se exprimă cu cel puțin două zecimale.

A se vedea notele 1-4.

#### 4.5. Calculul compoziției trigliceridelor (% moli) pe baza datelor privind compoziția de acizi grași (% arie)

##### 4.5.1. Determinarea compoziției de acizi grași

Compoziția de acizi grași se determină în conformitate cu ISO 5508 cu ajutorul unei coloane capilare. Esterii metilici se prepară conform COI/T.20/Doc. nr. 24.

##### 4.5.2. Acizi grași pentru calcul

Gliceridele sunt grupate după numărul lor echivalent de atomi de carbon (NEC), ținând seama de următoarele echivalențe dintre NEC și acizii grași. Numai acizii grași cu 16 și 18 atomi de carbon au fost luați în considerare, deoarece numai aceștia sunt importanți pentru uleiul de măsline. Acizii grași trebuie să fie normalizați la 100 %.

Acid gras (AG)	Abreviere	Greutate moleculară (GM)	NEC
Acid palmitic	P	256,4	16
Acid palmitoleic	Po	254,4	14
Acid stearic	S	284,5	18
Acid oleic	O	282,5	16
Acid linoleic	L	280,4	14
Acid linolenic	Ln	278,4	12

##### 4.5.3. Conversia în moli a % din arie pentru toți acizii grași (1):

$$\text{moli P} = \frac{\% \text{ aria P}}{\text{GM P}}$$

$$\text{moli S} = \frac{\% \text{ aria S}}{\text{GM S}}$$

$$\text{moli Po} = \frac{\% \text{ aria Po}}{\text{GM Po}}$$

$$\text{moli O} = \frac{\% \text{ aria O}}{\text{GM O}}$$

$$\text{moli L} = \frac{\% \text{ aria L}}{\text{GM L}}$$

$$\text{moli Ln} = \frac{\% \text{ aria Ln}}{\text{GM Ln}}$$

## 4.5.4. Normalizarea la 100 % a molilor de acizi grași (2):

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

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

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

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

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

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

Rezultatul indică procentul din fiecare acid gras, în moli, în poziția globală (1, 2, 3) a TG.

Apoi se calculează suma acizilor grași saturați P și S (AGS) și a acizilor grași nesaturați Po, O, L și Ln (AGN) (3):

$$\% \text{ moli AGS} = \% \text{ moli P} + \% \text{ moli S}$$

$$\% \text{ moli AGN} = 100 - \% \text{ moli AGS}$$

## 4.5.5. Calculul compoziției de acizi grași în pozițiile 2 și 1, 3 ale TG

Acizii grași sunt distribuiți în trei grupe, după cum urmează: una pentru poziția 2 și două identice pentru pozițiile 1 și 3, cu coeficienți diferiți pentru acizii saturați (P și S) și acizii nesaturați (PO, O, L și LN).

## 4.5.5.1. Acizi grași saturați în poziția 2 [P(2) și S(2)] (4):

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

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

## 4.5.5.2. Acizi grași nesaturați în poziția 2 [Po(2), O(2), L(2) și Ln(2)] (5):

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

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

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

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

## 4.5.5.3. Acizi grași în pozițiile 1,3 [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) și Ln(1,3)] (6):

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

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

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

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

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

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

#### 4.5.6. Calculul trigliceridelor

##### 4.5.6.1. TG cu un acid gras (AAA, aici LLL, PoPoPo) (7)

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

##### 4.5.6.2. TG cu doi acizi grași (AAB, aici PoPoL, PoLL) (8)

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

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

##### 4.5.6.3. TG cu trei acizi grași diferiți (ABC, aici OLLn, PLLn, PoOLn, PPOln) (9)

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

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

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

##### 4.5.6.4. Trigliceride cu NEC42

Trigliceridele cu NEC42 se calculează cu ajutorul ecuațiilor 7, 8 și 9 și apoi se indică în ordinea eluării preconizate în HPLC (în mod normal, numai trei picuri).

LLL

PoLL și izomerul de poziție LPol

OLLn și izomerii de poziție OLnL și LnOL

PoPoL și izomerul de poziție PolPo

PoOLn și izomerii de poziție OPoln și OLnPo

PLLn și izomerii de poziție LLnP și LnPL

PoPoPo

SLnLn și izomerul de poziție LnSLn

PPOln și izomerii de poziție PLnPo și PoPLn

Trigliceridele cu NEC42 se obțin însumând cele nouă trigliceride, inclusiv izomerii de poziție ai acestora. Rezultatele se exprimă cu cel puțin două zecimale.

## 5. EVALUAREA REZULTATELOR

Se compară conținutul teoretic calculat cu cel determinat prin analiza HPLC. Dacă, în valoare absolută, diferența dintre datele HPLC și datele teoretice este mai mare decât valorile specificate pentru categoria corespunzătoare de ulei în standardul de comercializare, proba conține ulei din semințe.

Rezultatele se exprimă cu două zecimale.

## 6. EXEMPLU (NUMERELE SE REFERĂ LA SECȚIUNILE TEXTULUI METODEI)

## — 4.5.1. Calculul % moli de acizi grași pe baza datelor CGL (% arie normalizată)

Următoarele date se obțin prin GLC pentru compoziția de acizi grași:

AG	P	S	Po	O	L	Ln
GM	256,4	284,5	254,4	282,5	280,4	278,4
% arie	10,0	3,0	1,0	75,0	10,0	1,0

## — 4.5.3. Conversia în moli a % din arie pentru toți acizii grași [a se vedea formula (1)]:

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

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

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

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

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

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

$$\text{Total} = 0,35821 \text{ moli TG}$$

## — 4.5.4. Normalizarea la 100 % a molilor de acizi grași [a se vedea formula (2)]:

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

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

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

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

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

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

$$\text{Total \% moli} = 100 \%$$

Suma acizilor grași saturați și nesaturați în pozițiile 1,2,3 ale TG [a se vedea formula (3)]:

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

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

— 4.5.5. *Calculul compoziției de acizi grași în pozițiile 2 și 1,3 ale TG*

— 4.5.5.1. Acizi grași saturați în poziția 2 [P(2) și S(2)] [a se vedea formula (4)]:

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

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

— 4.5.5.2. Acizi grași nesaturați în poziția 2 [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) și Ln(1,3)] [a se vedea formula (5)]:

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

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

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

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

— 4.5.5.3. Acizi grași în pozițiile 1,3 [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) și Ln(1,3)] [a se vedea formula (6)]:

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

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

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

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

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

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

— 4.5.6. *Calculul trigliceridelor*

Pe baza compoziției de acizi grași în pozițiile 2 și 1,3:

AG în	pozițiile 1,3	poziția 2
P	16,004 %	0,653 %
S	4,325 %	0,177 %
Po	1,015 %	1,262 %
O	68,526 %	85,296 %
L	9,204 %	11,457 %
Ln	0,927 %	1,153 %
Suma	100,0 %	100,0 %

Se calculează trigliceridele următoare:

LLL

PoPoPo

PoLL cu un izomer de poziție

SLnLn cu un izomer de poziție

PoPoL cu un izomer de poziție

PPoLn cu doi izomeri de poziție

OLLn cu doi izomeri de poziție

PLLn cu doi izomeri de poziție

PoOLn cu doi izomeri de poziție

— 4.5.6.1. TG cu un acid gras (LLL, PoPoPo) [a se vedea formula (7)]:

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

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

— 4.5.6.2. TG cu doi acizi grași (PoLL, SLnLn, PoPoL) [a se vedea formula (8)]:

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

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

**0,03210 mol PoLL**

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

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

**0,00094 mol SLnLn**

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

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

**0,00354 mol PoPoL**

— 4.5.6.3. TG cu trei acizi grași diferiți (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn) [a se vedea formula (9)]:

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

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

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

**0,00761 mol PPLn**

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

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

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

**0,43655 mol OLLn**

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

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

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

**0,06907 mol PLLn**

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

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

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

**0,04812 mol PoOLn**

**NEC42 = 0,69512 mol TG**

*Nota 1:* Este posibil să se determine ordinea de eluare prin calcularea numerelor echivalente de atomi de carbon, definite adeseori prin raportul  $NEC = NC - 2n$ , unde  $NC$  este numărul atomilor de carbon și  $n$  numărul de legături duble. Calculul se poate face cu o precizie mai mare ținând seama de originea legăturilor duble. Dacă  $n_o$ ,  $n_l$  și  $n_{ln}$  reprezintă numărul de legături duble ce pot fi atribuite acizilor oleic, linoleic și linolenic, numărul echivalent de atomi de carbon poate fi calculat după formula:

$$NE = NC - d_o n_o - d_l n_l - d_{ln} n_{ln}$$

unde coeficienții  $d_o$ ,  $d_l$  și  $d_{ln}$  pot fi calculați cu ajutorul trigliceridelor de referință. În condițiile specificate în prezenta metodă, rezultatul obținut este comparabil cu formula:

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

*Nota 2:* Cu mai multe trigliceride de referință, este posibil, de asemenea, să se calculeze rezoluția pentru trioleină:

$$\alpha = TR^1/TR \text{ trioleină}$$

utilizând timpii de retenție corecți  $TR^1 = TR - RT \text{ solvent}$ .

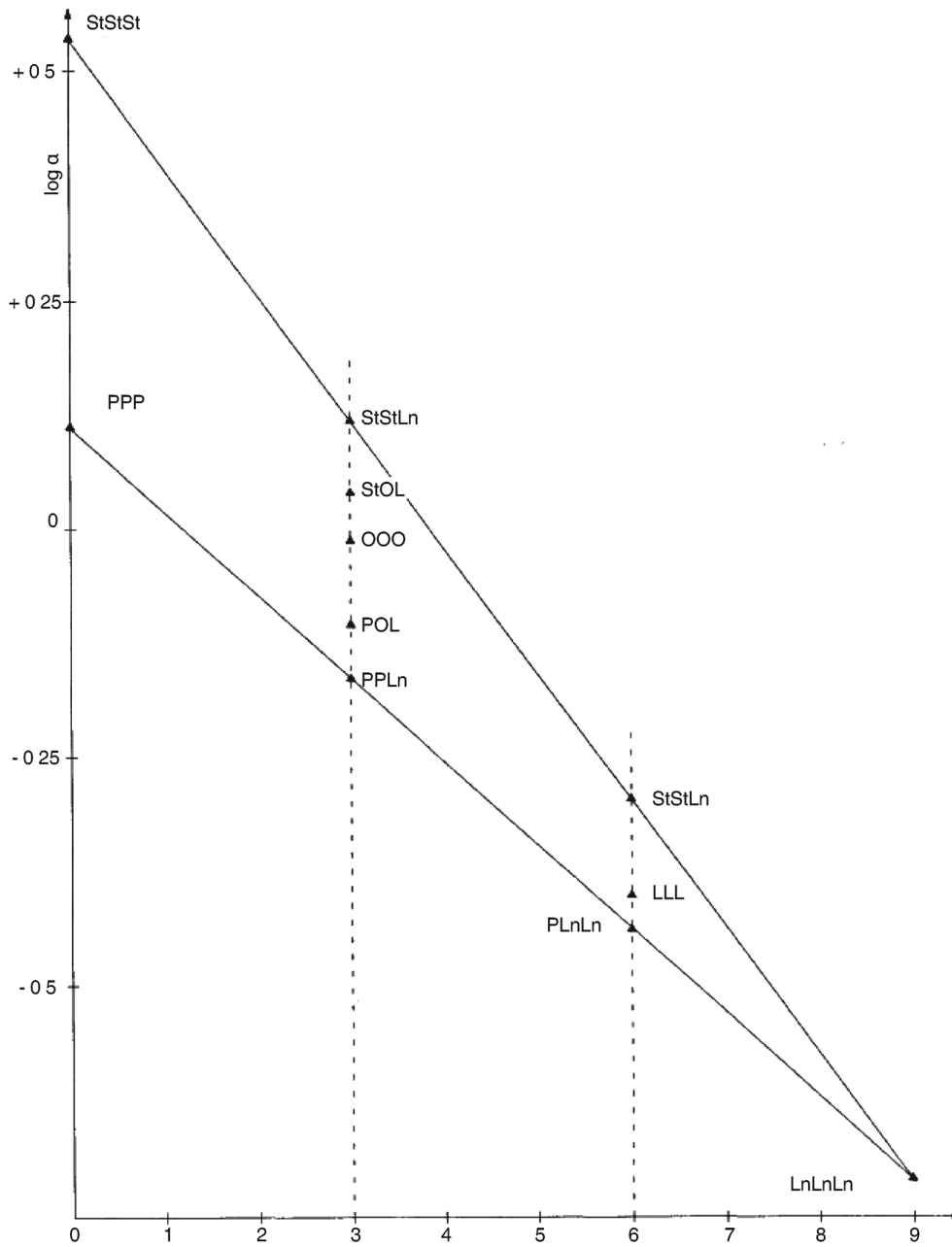
Reprezentarea grafică a  $\log \alpha$  în funcție de  $f$  (număr de legături duble) permite determinarea indicilor de retenție pentru toate trigliceridele acizilor grași conținuți în trigliceridele de referință (a se vedea figura 1).

*Nota 3:* Eficacitatea coloanei trebuie să permită separarea netă a picului trilinoleinei de picurile trigliceridelor care au timpii de retenție apropiați. Eluarea se face până la picul NEC 52.

*Nota 4:* O măsurătoare corectă a ariilor tuturor picurilor de interes pentru prezenta determinare este asigurată dacă al doilea pic corespunzător NEC 50 este de 50 % din maximul scalei înregistratorului.

Figura 1

Reprezentarea grafică a  $\log \alpha$  în funcție de  $f$  (număr de legături duble)



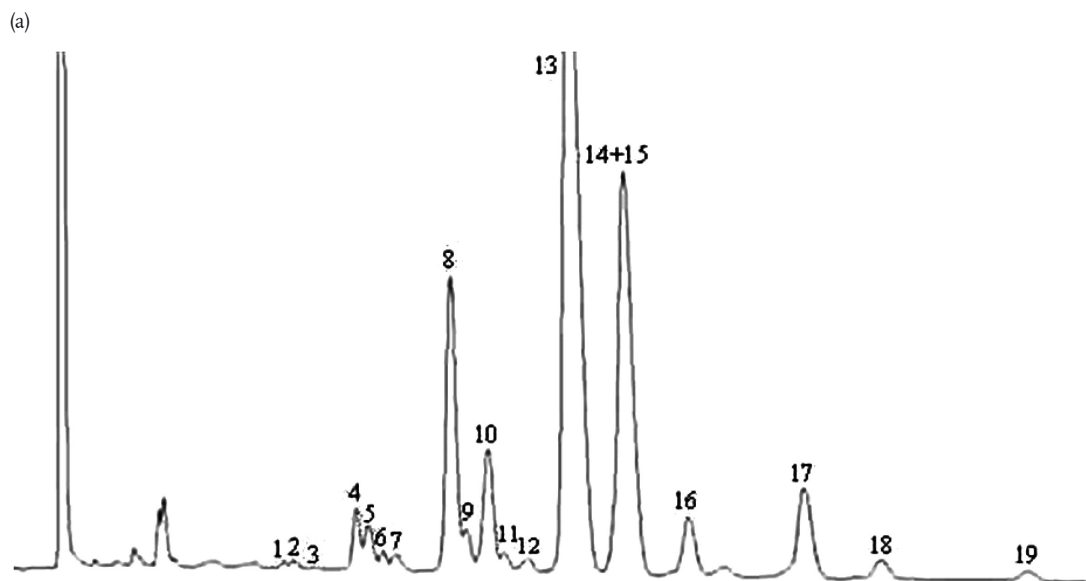
Numărul de legături duble

La: acid lauric; My: acid miristic; P: acid palmitic; S: acid stearic; O: acid oleic; L: acid linoleic; Ln: acid linolenic.



Figura 2

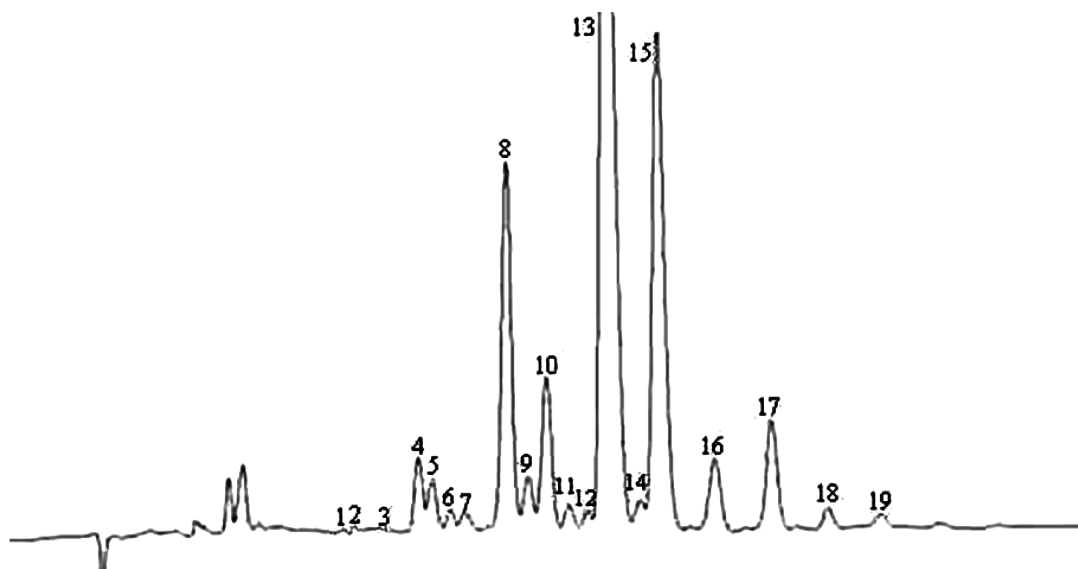
## Ulei de măsline cu conținut scăzut de acid linoleic



Solvent: Acetonă/acetonitril.

Profilul a: componentele principale ale picurilor cromatografice: **NEC42**: (1) LLL + PoLL; (2) OLLn + PoOLn; (3) PLLn; **NEC44**: (4) OLL + PoOL; (5) OOLn + PLL; (6) POLn + PPOPo; (7) OOL + PoOO; **NEC46**: (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **NEC48**: (13) OOO + PoPP; (14 + 15) SOL + POO; (16) POP; **NEC50**: (17) SOO; (18) POS + SLS.

(b)

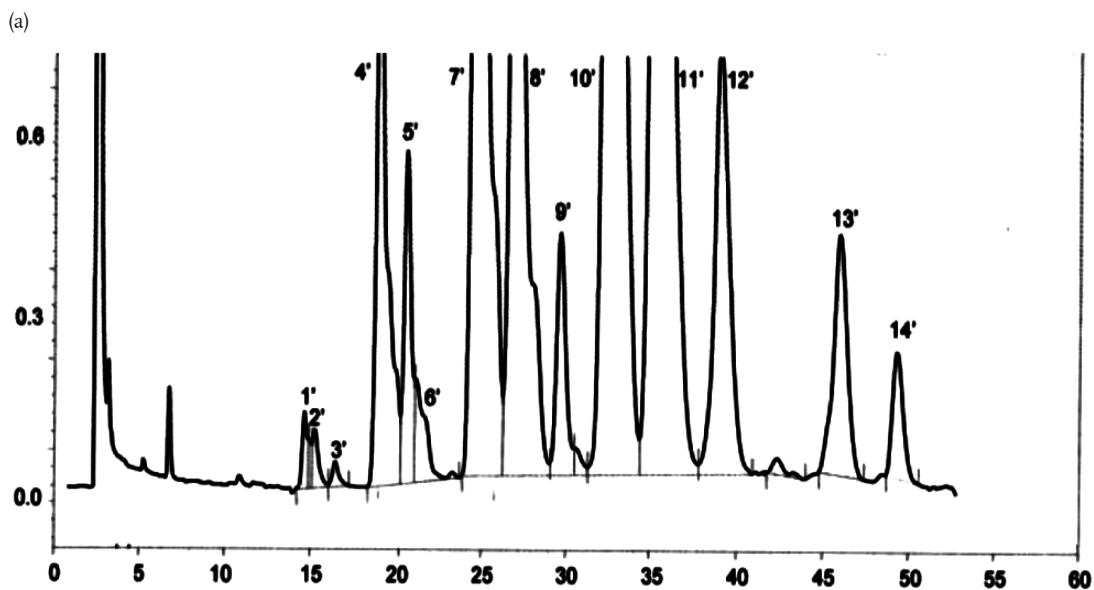


Solvent: Propionitril

Profilul b: componentele principale ale picurilor cromatografice: **NEC42**: (1) LLL; (2) OLLn + PoLL; (3) PLLn; **NEC44**: (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPOPo + PPOl; **NEC46**: (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **NEC48**: (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **NEC50**: (17) SOO; (18) POS + SLS.

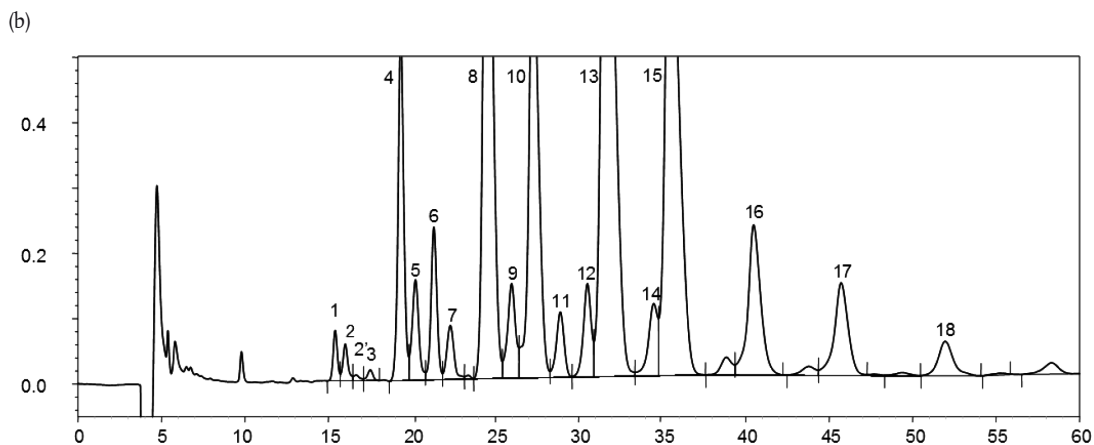
Figura 3

## Ulei de măsline cu conținut ridicat de acid linoleic



Solvent: Acetonă/acetonitril (50:50).

Profil a: componentele principale ale picurilor cromatografice: **NEC42**: (1') LLL + PoLL; (2') OLLn + PoOLn; (3') PLLn; **NEC44**: (4') OLL + PoOL; (5') OOLn + PLL; (6') POLn + PPOPo; **NEC46**: (7') OOL + PoOO; (8') PLO + SLL + PoOP; (9') PLP + PoPP; **NEC48**: (10') OOO; (11') POO + SLL + PPOo; (12') POP + PLS; **NEC50**: (13') SOO; (14') POS + SLS.



Solvent: Propionitril.

Profilul b: componentele principale ale picurilor cromatografice: **NEC42**: (1) LLL; (2 + 2') OLLn + PoLL; (3) PLLn; **NEC44**: (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPOPo + PPOl; **NEC46**: (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; **NEC48**: (12) PLP; (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **NEC50**: (17) SOO; (18) POS + SLS; **NEC52**: (19) AOO."

## ANEXA III

„ANEXA XXI

## Rezultatele verificărilor conformității efectuate în cazul uleiurilor de măsline menționate la articolul 8 alineatul (2)

Probă	Categorie	Țară de origine	Locul de inspecție <sup>(1)</sup>	Etichetare						Parametri chimici			Caracteristici organoleptice <sup>(4)</sup>			Concluzie finală		
				Denumirea juridică	Desemnarea originii	Condiții de depozitare	Informații eronate	Lizibilitate	C/NC <sup>(3)</sup>	Parametri în afara limitelor DA/NU	Dacă da, vă rugăm să precizați care <sup>(2)</sup>	C/NC <sup>(3)</sup>	Mediana defectului	Mediana atributului <i>fructat</i>	C/NC <sup>(3)</sup>	Acțiuni necesare	Sanctiune	

<sup>(1)</sup> Piața internă (concasor, îmbuteliatori, etapa de vânzare cu amănuntul), exportul, importul.

<sup>(2)</sup> Fiecare caracteristică a uleiului de măsline indicată în anexa I trebuie să aibă un cod.

<sup>(3)</sup> Conform/neconform.

<sup>(4)</sup> Nu sunt cerute pentru uleiul de măsline și pentru uleiul din resturi de măsline.”