

II

(Icke-lagstifningsakter)

FÖRORDNINGAR

KOMMISSIONENS FÖRORDNING (EU) nr 61/2011

av den 24 januari 2011

om ändring av förordning (EEG) nr 2568/91 om egenskaper hos olivolja och olivolja av pressrester och om lämpliga analysmetoder

EUROPEISKA KOMMISSIONEN HAR ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av fördraget om Europeiska unionens funktions-sätt,

med beaktande av rådets förordning (EG) nr 1234/2007 av den 22 oktober 2007 om upprättande av en gemensam organisation av jordbruksmarknaderna och om särskilda bestämmelser för vissa jordbruksprodukter ("förordningen om en samlad marknadsordning")⁽¹⁾, särskilt artiklarna 113.1 a och 121 h jämförda med artikel 4, och

av följande skäl:

- (1) I kommissionens förordning (EEG) nr 2568/91⁽²⁾ definieras fysiska och kemiska egenskaper hos olivolja och olivolja av olivrestprodukter (pressrester) samt metoder för bedömning av sådana egenskaper. Metoderna och gränsvärdena för oljornas egenskaper bör uppdateras mot bakgrund av synpunkter från kemiska experter och i samstämmighet med Internationella olivoljerådets utredningar.
- (2) Med tanke på att kemiska experter har konstaterat att halterna av fettsyreetylstrar (FAEE) och fettsyremetylstrar (FAME) är användbara parametrar för bedömningen av kvaliteten på extra jungfruolivolja bör det införas gränsvärden för dessa estrar och en metod för fastställandet av halterna.
- (3) För att ge aktörerna tid att anpassa sig till de nya standarderna och att införskaffa den utrustning som krävs för tillämpningen av dessa och för att inte orsaka störningar i handeln bör de ändringar som införs genom denna förordning inte börja tillämpas förrän 1 april 2011. Av samma skäl bör det föreskrivas att olivolja och olivolja av olivrestprodukter (pressrester), som framställts och

märkts på lagligt sätt i unionen eller på lagligt sätt importerats till unionen och övergått till fri omsättning före den dagen, får saluföras till dess att lagren tömts.

- (4) Förordning (EEG) nr 2568/91 bör därför ändras i enlighet med detta.
- (5) De åtgärder som föreskrivs i denna förordning är förenliga med yttrandet från förvaltningskommittén för den samlade marknadsordningen inom jordbruket.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Förordning (EEG) nr 2568/91 ska ändras på följande sätt:

- 1) I artikel 2.1 ska följande strecksats föras in:

— För bestämning av halterna av vaxer, fettsyreetylstrar och fettsyremetylstrar med kapillärgaskromatografi, den metod som anges i bilaga XX."
- 2) I förteckningen över bilagor ska följande bilaga läggas till:

"Bilaga XX: Metod för bestämning av halter av vaxer, fettsyreetylstrar och fettsyremetylstrar med kapillärgaskromatografi"
- 3) Bilaga I ska ersättas med texten i bilaga I till denna förordning.
- 4) Den bilaga som anges i bilaga II till denna förordning ska införas som bilaga XX.

Artikel 2

Produkter som lagligen framställts och märkts i unionen eller som lagligen importerats till unionen och övergått till fri omsättning före den 1 april 2011 får emellertid saluföras till dess att lagren tar slut.

⁽¹⁾ EUT L 299, 16.11.2007, s. 1.

⁽²⁾ EGT L 248, 5.9.1991, s. 1.

Artikel 3

Denna förordning träder i kraft den tredje dagen efter det att den har offentliggjorts i *Europeiska unionens officiella tidning*.

Den ska tillämpas från och med den 1 april 2011.

Denna förordning är till alla delar bindande och direkt tillämplig i alla medlemsstater.

Utfärdad i Bryssel den 24 januari 2011.

På kommissionens vägnar

José Manuel BARROSO

Ordförande

EGENSKAPER HOS OLIVOLJA

Kategori	Fettsyreemylestrar (FAME) och fettsyreestylestrar (FAEE)	Syrhalt (%) (*)	Peroxidvärde mEq O ₂ /kg (*)	Vaxer mg/kg (**)	2-glycerilmonopalmitat (%)	Stigmastadiene mg/kg (1)	Skillnad mellan ECN42 (HPLC) och ECN42 (teoretisk beräkning)	K ₂₃₂ (*)	K ₂₇₀ (*)	Delta-K (*)	Organoleptisk bedömning Defekternas medianvärde (Md) (*)	Organoleptisk bedömning Medianvärde för fruktighet (Mf) (*)
1. Extra jungfruolja	Σ FAME + FAEE ≤ 75 mg/kg eller 75 mg/kg < Σ FAME + FAEE ≤ 150 mg/kg och (FAEE/FAME) ≤ 1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 om total palmitinsyra ≤ 14 % ≤ 1,0 om total palmitinsyra > 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
2. Jungfruolja	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 om total palmitinsyra ≤ 14 % ≤ 1,0 om total palmitinsyra > 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
3. Bomolja	—	> 2,0	—	≤ 300 (3)	≤ 0,9 om total palmitinsyra ≤ 14 % ≤ 1,1 om total palmitinsyra > 14 %	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 (2)	—
4. Raffinerad olivolja	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9 om total palmitinsyra ≤ 14 % ≤ 1,1 om total palmitinsyra > 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
5. Olivolja – sammansatt av raffinerad olivolja och jungfruolja 5	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9 om total palmitinsyra ≤ 14 % ≤ 1,0 om total palmitinsyra > 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
6. Oraffinerad olja av olivrestprodukter	—	—	—	> 350 (4)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7. Raffinerad olivolja av olivrestprodukter	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8. Olivolja av olivrestprodukter	—	≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(1) Summa isomerer som kan (eller inte kan) separeras i kapillärkolonn.

(2) När medianvärdet för påvisbara defekter är lägre eller lika med 3,5 och medianvärdet för fruktighet är lika med 0.

(3) Olja med en sammanlagd vaxhalt mellan 300 mg/kg och 350 mg/kg betraktas som bomolja om den sammanlagda mängden alifatiska alkoholer är lägre än eller lika med 350 mg/kg eller om andelen erytrodiol och uvaol är lägre än eller lika med 3,5 %.

(4) Olja med en sammanlagd vaxhalt mellan 300 mg/kg och 350 mg/kg betraktas som oraffinerad olja av olivrestprodukter om den sammanlagda mängden alifatiska alkoholer är högre än 350 mg/kg eller om andelen erytrodiol och uvaol är högre än 3,5 %.

Kategori	Syrahalt ⁽¹⁾						Summa transolei- nisomerer (%)	Summa transolje- translinol + trans- oljelino- leinsomerer (%)	Sterolsammansättning						Summa steroler (mg/kg)	Erytrodiol och uvaol (%) (**)
	Myrsyra (%)	Linolen- syra (%)	Arakidsyra (%)	Eikosan- syra (%)	Behensyra (%)	Ligno- cyrinsyra (%)			Kolesterol (%)	Brassicac- terol (%)	Kampesterol (%)	Stigmaste- rol (%)	Betasito- sterol (%) (²)	Delta-7- stigmaste- nol (%)		
1. Extra jungfruolja	≤ 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. Jungfruolja	≤ 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. Bomolja	≤ 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. Raffinerad olivolja	≤ 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. Olivolja – sammansatt av raffinerade och jungfruljor	≤ 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. Oraffinerad olja av olivrestprodukter	≤ 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. Raffinerad olivolja av olivrestprodukter	≤ 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. Olivolja av olivrestprodukter	≤ 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⁾ Halter av andra fettsyror (%): palmitin: 7,5 - 20,0; palmitinoljesyra: 0,3 - 3,5; heptadecansyra: ≤ 0,3; heptadecansyra: ≤ 0,3; stearinsyra: 0,5 - 5,0; oljesyra: 55,0 - 83,0; linolesyra: 3,5 - 21,0

⁽²⁾ Totalt: Delta-5-23-stigmastadienol+kolesterol+beta-sitosterol+sitostanol+delta-5-avenasterol+delta-5-24-stigmastadienol.

⁽³⁾ Olja med en sammanlagd vaxhalt mellan 300 mg/kg och 350 mg/kg betraktas som bomolja om den sammanlagda mängden alifatiska alkoholer är lägre än eller lika med 350 mg/kg eller om andelen erytrodiol och uvaol är lägre än eller lika med 3,5 %.

⁽⁴⁾ Olja med en sammanlagd vaxhalt mellan 300 mg/kg och 350 mg/kg betraktas som oraffinerad olja av olivrestprodukter om den sammanlagda mängden alifatiska alkoholer är högre än 350 mg/kg eller om andelen erytrodiol och uvaol är högre än 3,5 %.

Anmärkingar:

a) Analysresultaten ska anges med samma antal signifikanta siffror som anges för varje egenskap.

Den sista siffran ska avrundas uppåt om efterföljande siffra är högre än 4.

b) Det räcker med att en enda av egenskaperna avviker från de fastställda kriterierna för att en olja ska klassas i en annan kategori eller förklaras ej uppfylla kraven när det gäller renhet.

c) Egenskaper markerade med asterisk (*) och som avser oljans kvalitet anger

— för bomolja, att samtliga gränsvärden inte behöver vara uppfyllda samtidigt.

— för övriga jungfruljor, att oljan måste byta kategori om minst ett av dessa gränsvärden inte är uppfyllt, men att den förblir klassad inom en kategori för jungfruolja.

d) Egenskaper markerade med två asterisker (**) som avser oljans kvalitet, anger, för all olivolja av olivrestprodukter, att samtliga gränsvärden inte behöver vara samtidigt uppfyllda."

BILAGA II

"BILAGA XX

Metod för bestämning av halter av vaxer, fettsyreetylstrar och fettsyremetylstrar med kapillärgaskromatografi

1. SYFTE

Denna metod är avsedd för bestämning av halterna av vaxer, fettsyreetylstrar och fettsyremetylstrar i olivolja. De enskilda vaxerna och alkylestrarna separeras efter antalet kolatomer. Metoden rekommenderas som ett redskap för att skilja olivolja från olivolja av olivrestprodukter (pressrester) och som en kvalitetsparameter för extrajungfruolja då metoden gör det möjligt att spåra otillåtna tillsatser av olja av lägre kvalitet (oavsett om det rör sig om tillsatser av jungfruolja, bomolja eller vissa doftfria oljor).

2. PRINCIP

En lämplig intern standard tillsätts oljan som därefter fraktioneras genom kromatografi på kiselgelkolonn. Den fraktion som först elueras under testförhållandena (och som har lägre polaritet än triglyceriderna) samlas upp och analyseras därefter direkt med hjälp av kapillärgaskromatografi.

3. UTRUSTNING

3.1. **E-kolv, 25 ml**

3.2. **Vätskekromatografikolonn av glas**, innerdiameter 15 mm, längd 30–40 cm, med kran.

3.3. **Gaskromatograf** som är anpassad till kapillärkolonn, utrustad med ett system för direktinjektion i kolonnen och bestående av följande:

3.3.1. **Termostatstyrd ugn med möjlighet att programmera temperaturen.**

3.3.2. **Kallinjektor** för direktinjektion av provet i kolonnen

3.3.3. **En flamjonisationsdetektor och förstärkare.**

3.3.4. **Skrivare/integrator** (se not 1) som är anpassad till förstärkaren (punkt 3.3.3), med responstid på högst en sekund och med variabel pappershastighet.

Not 1: Datoriserade system får också användas om gaskromatografiuppgifterna läggs in på dator.

3.3.5. **Kapillärkolonn av kvarts (för analys av vaxer och metyl- och etylestrar)**, längd 8–12 m, innerdiameter 0,25–0,32 mm, vars vätskefas (se not 2) har en enhetlig filmtjocklek på 0,10–0,30 µm.

Not 2: Lämpliga kommersiella vätskefaser finns tillgängliga för detta syfte, t.ex. SE52, SE54 etc.

3.4. **Mikrospruta**, 10 µl, med härdad nål för direkt insprutning i kolonnen

3.5. **Elektrisk skakanordning.**

3.6. **Rotationsindunstare.**

3.7. **Muffelugn.**

3.8. **Analysvåg** för vägning med en noggrannhet på ± 0,1 mg.

3.9. Laboratorieglas av standardtyp.

4. REAGENSER

4.1. **Kiselgel**, 60-200 µm mesh. Placera kiselgelen i muffelugnen vid 500 °C under minst fyra timmar. Efter kylning tillsätt 2 % vatten till kiselgelen. Skaka ordentligt för att homogenisera uppslamning och låt ligga i exsickator under minst tolv timmar före användning.

4.2. **n-hexan**, för kromatografi eller bedömning av återstoder (renheten måste kontrolleras).

VARNING – Ångorna kan fatta eld. Förvaras avskilt från värmekällor, gnistor och öppna lågor. Se till att flaskorna alltid är ordentligt förslutna. Sörj för ordentlig ventilation under användningen. Se till att det inte bildas ångor och undanröj alla eventuella brandrisker, som uppvärmningsapparater och elektriska apparater som inte är tillverkade av brandsäkra material. Ämnet är farligt vid inandning och kan orsaka skador på nervceller. Ångorna får inte inhaleras. Använd lämplig andningsutrustning vid behov. Undvik kontakt med huden och ögonen.

4.3. Etyleter för kromatografi.

VARNING – Mycket lättantändligt och måttligt giftigt. Irriterande för huden. Farligt vid inandning. Kan skada organen. Effekten kan vara fördröjd. Kan bilda explosiva peroxider. Ångorna kan fatta eld. Förvaras avskilt från värmekällor, gnistor och öppna lågor. Se till att flaskorna alltid är ordentligt förslutna. Sörj för ordentlig ventilation under användningen. Se till att det inte bildas ångor och undanröj alla eventuella brandrisker, som uppvärmningsapparater och elektriska apparater som inte är tillverkade av brandsäkra material. Låt inte etyletrarna avdunsta så mycket att de torkar eller nästan torkar. Tillsätt vatten eller en lämplig reduktionsagent för att motverka peroxidbildning. Får ej förtäras. Ångorna får inte inhaleras. Undvik längre eller upprepad hudkontakt.

4.4. **n-heptan**, för kromatografi, eller **iso-oktan**.

VARNING – Lättantändligt. Farligt vid inandning. Förvaras avskilt från värmekällor, gnistor och öppna lågor. Se till att flaskorna alltid är ordentligt förslutna. Sörj för ordentlig ventilation under användningen. Ångorna får inte inhaleras. Undvik längre eller upprepad hudkontakt.

4.5. **Standardlösning av 0,05 % (m/v) laurylarakidat** (se not 3) i heptan (intern standard för vaxer).

Not 3: Även palmitylpalmitat, myristylstearat eller arakidlaureat kan användas.

4.6. **Standardlösning av 0,02 % (m/V) metylheptadekanoat i heptan (intern standard metylestrar och etylestrar).**

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

4.8. **Bärgas: vätgas eller helium, ren, för gaskromatografi.**

VARNING

Väte. Under tryck är väte mycket lättantändligt. Förvaras avskilt från värmekällor, gnistor och öppna lågor och elektriska apparater som inte är tillverkade av brandsäkra material. Se till att ventilen är stängd när flaskan inte används. Använd alltid en reduceringsventil. Fjädern ska vara helt lös innan flaskventilen öppnas. Stå inte framför flasköppningen när ventilen öppnas. Sörj för ordentlig ventilation under användningen. För inte över väte från en flaska till en annan. Blanda inte gaser i flaskan. Se till att flaskorna inte kan slås omkull. Håll dem avskärade från solljus och värmekällor. Förvara dem i korrosionsskyddad miljö. Använd inte skadade eller omärkta flaskor.

Helium. Komprimerad gas under högt tryck, som minskar andelen syre i luften. Se till att flaskan är försluten. Sörj för ordentlig ventilation under användningen. Gå inte in i lagringsutrymmet om det inte är ordentligt ventilerat. Använd alltid en tryckreduceringsventil. Fjädern ska vara helt lös innan flaskventilen öppnas. För inte över gas från en flaska till en annan. Se till att flaskorna inte kan slås omkull. Stå inte över flasköppningen när ventilen öppnas. Håll dem avskärade från solljus och värmekällor. Förvara dem i korrosionsskyddad miljö. Använd inte skadade eller omärkta flaskor. Inandas inte gasen. Använd endast gasen för tekniska ändamål.

4.9. Hjälpgas:

— Väte, rent, till gaskromatografi.

— Luft, ren, till gaskromatografi.

VARNING

Luft. Komprimerad gas vid högt tryck. Använd med försiktighet i närheten av brännbara ämnen eftersom flampunkten för de flesta organiska föreningar i luften är betydligt lägre vid högt tryck. Se till att ventilen är stängd när flaskan inte används. Använd alltid en reduceringsventil. Fjädern ska vara helt lös innan flaskventilen öppnas. Stå inte framför flasköppningen när ventilen öppnas. För inte över gas från en flaska till en annan. Blanda inte gaser i flaskan. Se till att flaskorna inte kan slås omkull. Håll dem avskärmade från solljus och värmekällor. Förvara dem i korrosionskyddande miljö. Använd inte skadade eller omärkta flaskor. Luft avsedd för teknisk användning får inte användas i inhalations- eller andningsutrustning.

5. METOD

5.1. Preparering av kromatografikolonnen

Slamma upp 15 g kiselgel (4.1) i n-hexan (4.2) och håll det i kolonnen (3.2). Låt kiselgelen sedimentera. Slutför sedimenteringen med hjälp av en elektrisk vibrator för att göra det kromatografiska stationära fasen mer homogent packad. Skölj med 30 ml n-hexan för att avlägsna eventuella orenheter. Använd analysväg (3.8) för att med exakthet väga upp 500 mg av provet i en 25 ml kolv (3.1) och tillsätt en passande mängd intern standard (4.5), beroende på det uppskattade vaxinnehållet, t.ex. tillsätt 0,1 mg laurylarakidat till pressad olivolja, och 0,25-0,5 mg till olivolja av pressrester samt 0,05 mg metylheptadekanoat för olivoljor (4.6).

Det preparerade provet överförs sedan till kromatografikolonnen tillsammans med två portioner n-hexan (4.2) på 2 ml vardera.

Låt lösningsmedlet stå 1 mm över kolonnmaterialiet. Tillsätt ytterligare n-hexan/etyleterblandningen (99:1) och samla upp 220 ml med en hastighet på cirka 15 droppar/10 s. **(Denna fraktion innehåller metyl- och etylestrarna och vaxer).** (Not 4) (Not 5).

Not 4: n-hexan/etyleterblandningen (99:1) ska beredas varje dag.

Not 5: För en visuell kontroll av att elueringen av vaxerna sker korrekt kan 100 µl 1-(fenylazo)-2-naftalenol (färgämnet Sudan 1) tillsättas elueringsblandningen.

Färgämnets retentionstid ligger mellan vaxernas och triglyceridernas respektive retentionstid. När färgämnet når botten av kromatografikolonnen måste elueringen avslutas eftersom alla vaxer då har eluerats.

Förånga den framtagna fraktionen i en rotationsindunstare tills nästan allt lösningsmedel försvunnit. Avlägsna de sista 2 ml av lösningsmedlet med hjälp av en svag kväveström. Späd den uppsamlade fraktionen innehållande metyl- och etylestrarna med 2-4 ml n-heptan eller iso-oktan.

5.2. Analys med gaskromatografi

5.2.1. Inledande metod

Montera kolonnen i gaskromatografen (3.3) genom att ansluta inloppet till injektionssystemet och utloppet till detektorn. Kontrollera gaskromatografen (att gasanslutningarna är täta, detektorns och skrivarens effektivitet, etc.).

Om kolonnen används för första gången bör den först konditioneras. Låt en liten mängd bärargas flyta genom kolonnen och sätt sedan på gaskromatografen. Upphetta gradvis under ca. 450 °C till en temperatur på 350 °C.

Behåll denna temperatur i minst två timmar och ställ därefter in apparaturen enligt analysparametrarna (inställning av gasflöde, tändning av delningsflamma, anslutning till den elektroniska registreringen (3.3.4), inställning av temperaturen i kolonnens ugn, detektorn etc.). Ställ in signalen på en känslighet som är minst två gånger högre än den nivå som krävs för analysen. Baslinjen ska vara linjär, inte ha några toppar och får inte driva.

Om baslinjen driver nedåt tyder det på att kolonnen inte är korrekt ansluten medan en positiv drift tyder på att kolonnen inte har blivit ordentligt konditionerad.

5.2.2. Val av analysparametrar för vaxer och metyl- och etylestrar (Not 6).

Analysparametrarna väljs normalt enligt följande:

— Kolonntemperatur:

20 °C/min 5 °C/min

Från 80 °C (1') ——— 140 °C ——— 335 °C (20)

— Detektortemperatur: 350 °C.

— Insprutad mängd: 1 µl lösning (2–4 ml) n-heptan.

— Bärgas: helium eller vätgas med en linjär hastighet som är optimal för den gas som valts (se tillägg A).

— Instrumentets känslighet: Lämplig för att uppfylla ovanstående krav.

Not 6: På grund av den höga sluttemperaturen tillåts en positiv drift på upp till 10 % av fullt skalutslag.

Beroende på kolonnens och gaskromatografens egenskaper kan betingelserna behöva ändras för att man ska få en separation av samtliga vaxer, en tillfredsställande upplösning av toppar (se figurerna 2, 3 och 4) och en retentions-tid för den interna standarden laurylarakinat på 18 ± 3 minuter. Vaxernas mest representativa topp ska motsvara minst 60 % av fullt skalutslag, medan den interna standarden för metyl- och etylestrar, metylheptadekanoat, måste ge fullt skalutslag.

Parametrarna för toppens integration bör bestämmas på ett sådant sätt att en korrekt uppskattning av de ifråga-varande toppareorna erhålls.

5.3. Analysförfarande

Sug med hjälp av en mikrospruta på 10 µl upp 10 µl av lösningen. Dra tillbaka kolven tills nålen är tom. För in nålen i injektionssystemet och injicera snabbt efter 1–2 sekunder. Efter ca. 5 sekunder dras nålen försiktigt ut.

Utför registreringen tills alla vaxer eller stigmastadiener är helt eluerade, beroende på vilken fraktion som analyseras.

Baslinjen måste alltid uppfylla de fastställda villkoren.

5.4. Identifiering av toppar

Identifiera topparna utifrån retentionstiderna genom att jämföra dem med blandningar av vaxer med kända retentionstider analyserade under samma förhållanden. Alkylestrarna identifieras utifrån blandningar av etyl- och metylestrar av de viktigaste fettsyrorerna i olivoljor (palmitinsyra och oljesyra).

Figur 1 visar ett kromatogram för vaxer av jungfruolja. Figurerna 2 och 3 visar kromatogram för två extra jungfruoljor från detaljhandeln, den ena med metyl- och etylestrar och den andra utan. Figur 4 visar kromatogram för extra jungfruolja av bästa kvalitet och samma olja som tillsatts 20 % doftfri olja.

5.5. Kvantitativ analys av vaxerna

Bestäm de av topparna som motsvarar den interna standarden laurylarakinat och de alifatiska estrarna från C₄₀-C₄₆ med hjälp av integratorn.

Den totala vaxhalten bestäms som summan av de enskilda vaxerna i mg/kg fettämne, enligt följande:

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

där:

A_x = area motsvarande toppen för den enskilda estern, enligt elektronisk beräkning

A_s = area motsvarande toppen för den interna standarden laurylarakinat, enligt elektronisk beräkning

m_s = mängden intern standard laurylarakinat, i milligram

m = vikt för provet som tagits ut för analys, i gram.

5.5.1. Kvantitativ analys av metyl- och etylestrar

Bestäm med hjälp av integratorn de av topparna som motsvarar den interna standarden metylheptadekanoat, metylestrarna av C₁₆ och C₁₈-fettsyror och etylestrarna av C₁₆ och C₁₈-fettsyror.

Innehållet av varje enskild alkylester bestäms i mg/kg fettämne enligt följande:

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

där:

A_x = area motsvarande toppen för den enskilda C₁₆- och C₁₈-estern, enligt elektronisk beräkning

A_s = area motsvarande toppen för den interna standarden laurylarakinat, enligt elektronisk beräkning

m_s = mängden intern standard metylheptadekanoat, i milligram

m = vikt för provet som tagits ut för analys, i gram.

6. RESULTATREDOVISNING

Summan av de olika vaxinnehållen från C₄₀ till C₄₆ (Not 7) anges i mg/kg fettämnen.

Ange summan av innehållet metylestrar och etylestrar från C₁₆ till C₁₈ samt summan av de två produkterna.

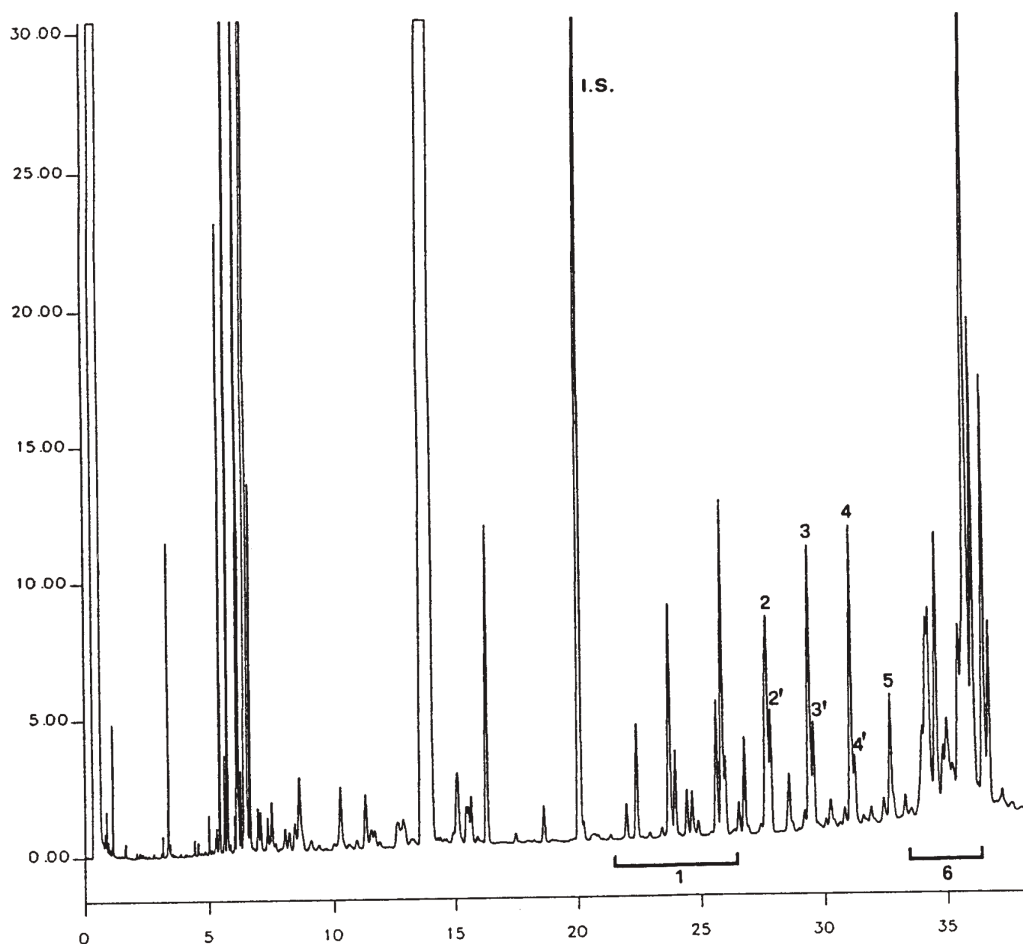
Resultaten bör uttryckas i närmaste mg/kg.

Not 7: De komponenter som ska bestämmas kvantitativt är de med jämnt antal kolatomer bland C₄₀ - C₄₆-estrar, jfr. exemplet på kromatogram för vaxer i olivolja i figuren nedan. Om C₄₆-estern är delad rekommenderas, för identifikationssyften, analys av vaxfraktionen i olivolja av pressrester där C₅₆-toppen tydligt kan urskiljas, då den är tydligt dominerande.

Ange förhållandet mellan etylestrar och metylestrar

Figur 1

Exempel på ett gaskromatogram över en vaxfraktion i olivolja (*)



Toppar med en retentionstid på mellan fem och åtta minuter för metyl- och etylestrar i fettsyror.

Teckenförklaring:

I.S. = (intern standard) Laurylarkinat

1 = Diterpenestrar

2+2' = C₄₀-estrar

3+3' = C₄₂-estrar

4+4' = C₄₄-estrar

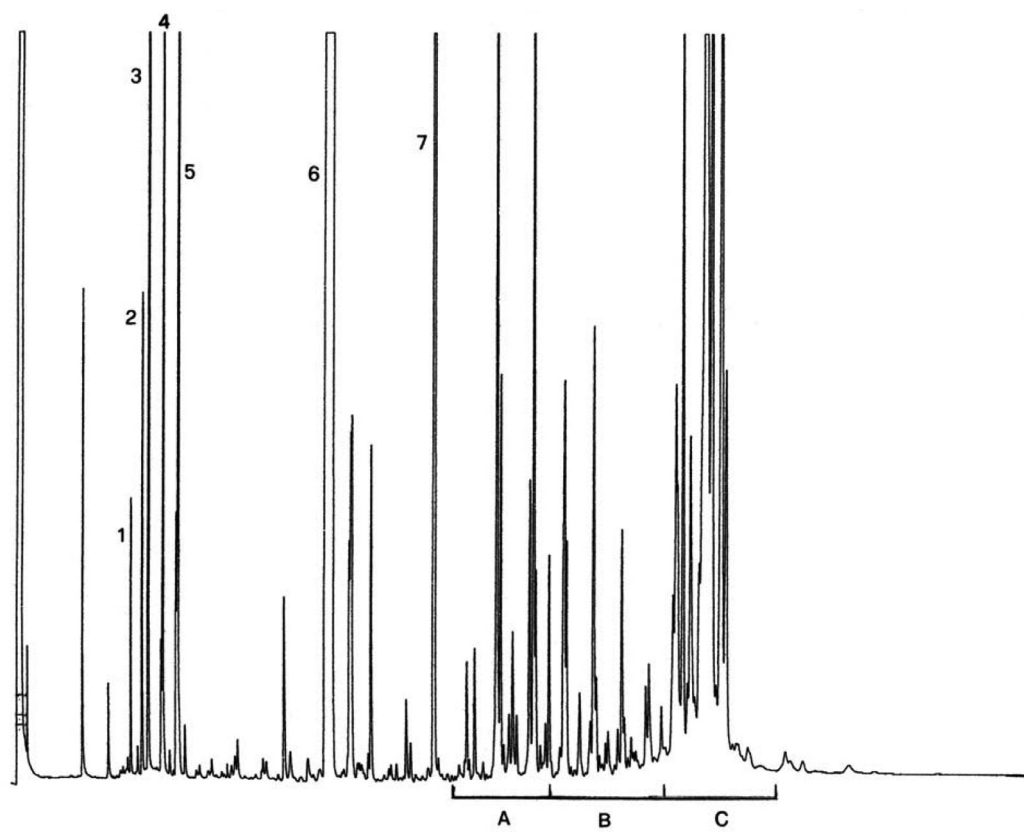
5 = C₄₆-estrar

6 = Sterolestrar och triterpenestrar

(*) Efter eluering av sterolestrarna får kromatogrammet inte uppvisa några signifikanta toppar (triglycerider).

Figur 2

Metylestrar, etylestrar och vaxer i jungfruolivolja

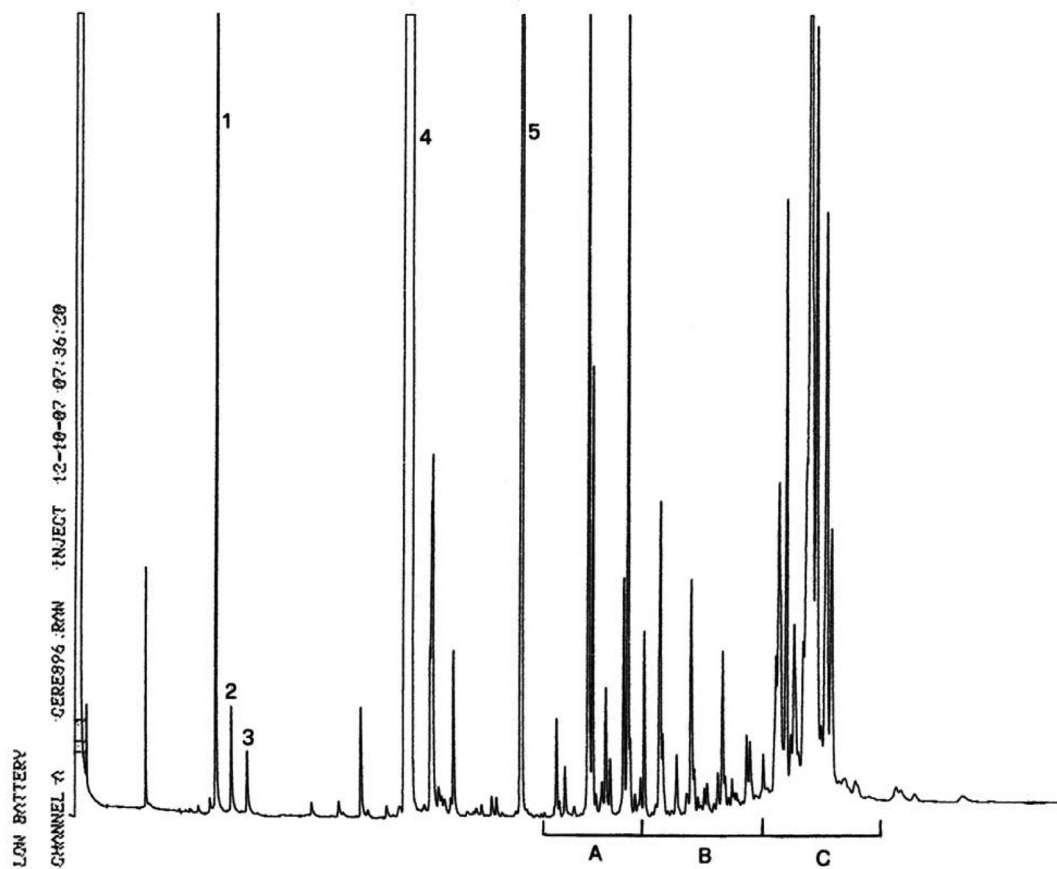


Teckenförklaring:

- 1 – Metyl C₁₆
- 2 – Etyl C₁₆
- 3 – Metylheptadekanoat (intern standard)
- 4 – Metyl C₁₈
- 5 – Etyl C₁₈
- 6 – Skvalen
- 7 – Laurylarakinat (intern standard)
- A – Diterpenestrar
- B – Vaxer
- C – Sterolestrar och triterpenestrar

Figur 3

Metylestrar, etylestrar och vaxer i extra jungfruolivolja

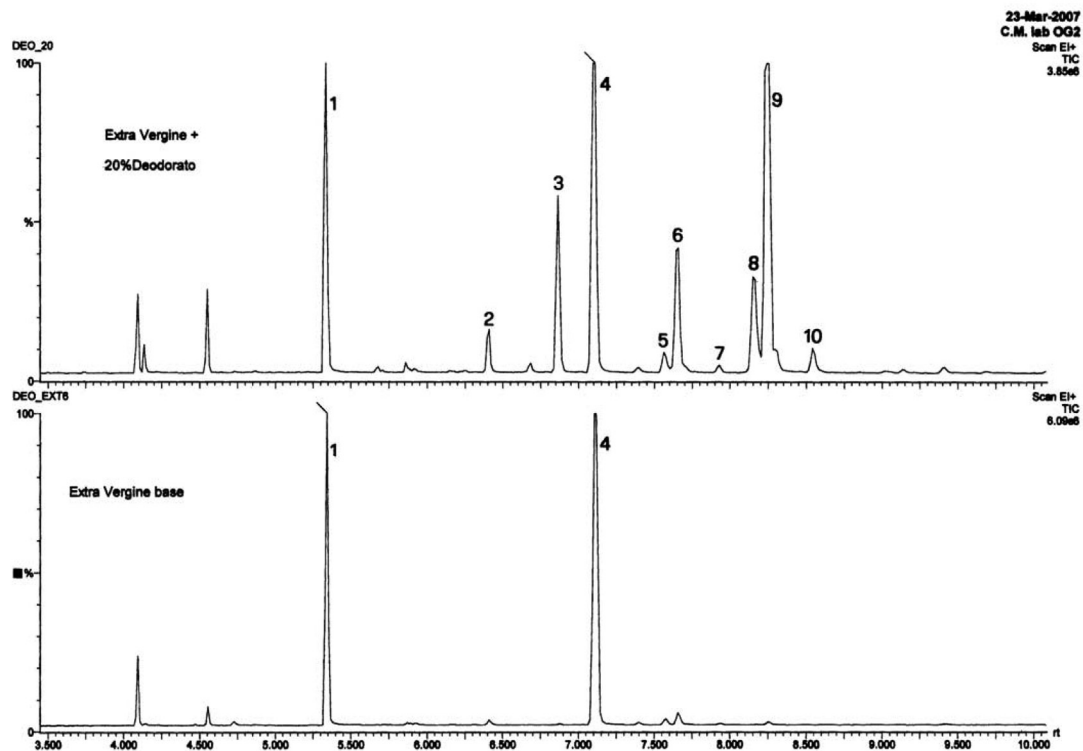


Teckenförklaring:

- 1 – Metylheptadekanoat (intern standard)
- 2 – Metyl C₁₈
- 3 – Etyl C₁₈
- 4 – Skvalen
- 5 – Laurylarakinat (intern standard)
- A – Diterpenestrar
- B – Vaxer
- C – Sterolestrar och triterpenestrar

Figur 4

Del av kromatogram över en extra jungfruolivolja och samma olja tillsatt med doftfri olja



Teckenförklaring:

- 1 – Metylmyristat (intern standard)
- 2 – Metylpalmitat
- 3 – Etylpalmitat
- 4 – Metylheptadekanoat (intern standard)
- 5 – Metyllinolatt
- 6 – Metyloleat
- 7 – Metylstearat
- 8 – Etyllinolat
- 9 – Etyloleat
- 10 – Etylstearat

*Tillägg A***Bestämning av gasens linjära hastighet**

Spruta in 1:3 µl metan (eller propan) i gaskromatografen efter att den ställts in till de normala driftförhållandena. Mät den tid det tar för gasen att gå igenom kolonnen, från det att den sprutas in tills toppen framgår (t_M).

Den linjära hastigheten i cm/s anges som L/t_M där L är kolonnens längd i cm och t_M är tiden i sekunder.”
