KOMISSION TÄYTÄNTÖÖNPANOASETUS (EU) N:o 299/2013,

annettu 26 päivänä maaliskuuta 2013,

oliiviöljyn ja uutetun oliiviöljyn ominaisuuksista sekä niiden määritysmenetelmistä annetun asetuksen (ETY) N:o 2568/91 muuttamisesta

EUROOPAN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan unionin toiminnasta tehdyn sopimuksen,

ottaa huomioon maatalouden yhteisestä markkinajärjestelystä ja tiettyjä maataloustuotteita koskevista erityissäännöksistä (yhteisiä markkinajärjestelyjä koskeva asetus) 22 päivänä lokakuuta 2007 annetun neuvoston asetuksen (EY) N:o 1234/2007 [1] ja erityisesti sen 113 artiklan 1 kohdan a alakohdan ja 121 artiklan ensimmäisen kohdan a alakohdan yhdessä sen 4 artiklan kanssa,

sekä katsoo seuraavaa:

(1) Oliiviöljyn ja uutetun oliiviöljyn ominaisuuksista sekä niiden määritysmenetelmistä 11 päivänä heinäkuuta 1991 annetussa komission asetuksessa (ETY) N:o 2568/91 [2] määritellään oliiviöljyn ja uutetun oliiviöljyn (oliivin puristemassaöljyn) kemialliset ja aistinvaraiset ominaisuudet sekä kyseisten ominaisuuksien arviointimenetelmät. Kyseiset menetelmät olisi saatettava ajan tasalle ottaen huomioon asiantuntijakemistien lausunto ja kansainvälisen oliivineuvoston, jäljempänä 'IOC', puitteissa tehty työ.

(2) Asetuksen (EY) N:o 1234/2007 113 artiklan 3 kohdan mukaan jäsenvaltioiden on tarkastettava, ovatko oliiviöljyt ja oliivin puristemassaöljyt asetuksessa (ETY) N:o 2568/91 säädettyjen kaupan pitämisen vaatimusten mukaiset, ja sovellettava tarvittaessa seuraamuksia. Asetuksen (ETY) N:o 2568/91 2 ja 2 a artiklassa säädetään kyseisten vaatimustenmukaisuustarkastusten soveltamista koskevista yksityiskohtaisista säännöistä. Kyseisillä säännöillä pitäisi voida taata, että oliiviöljy, jolle on vahvistettu laatuvaatimukset, on tosiasiallisesti kyseisten vaatimusten mukaista. Kyseisiä sääntöjä olisi tarkennettava, riskianalyysi mukaan lukien. Vaatimustenmukaisuustarkastusten soveltamiseksi olisi määriteltävä ilmaisu 'kaupan pidetty oliiviöljy'.

(3) Kokemuksen mukaan eräät petosriskit estävät asetuksella (ETY) N:o 2568/91 varmistetun kuluttajansuojan täysimääräisen toteutumisen. Sen vuoksi oliiviöljyn hallussapitäjien olisi pidettävä kirjaa rekisterissä olevien öljyluokkien varastoonvienneistä ja varastostapoistoista. Liiallisen hallinnollisen taakan välttämiseksi – oliiviöljyrekisterin tavoitteita kuitenkaan vaarantamatta – tietojen keruuvelvollisuutta olisi sovellettava vain oliiviöljyn pullotusvaiheeseen asti.

(4) Asetuksen (ETY) N:o 2568/91 toimenpiteiden seurannan ja arvioinnin varmistamiseksi jäsenvaltioiden olisi ilmoitettava komissiolle kansallisten täytäntöönpanotoimenpiteiden lisäksi myös vaatimustenmukaisuustarkastusten tulokset.

(5) Eräät asetuksessa (ETY) N:o 2568/91 säädetyt määritysmenetelmät olisi saatettava ajan tasalle yhdenmukaistamisen jatkamiseksi IOC:n vahvistamien kansainvälisten standardien kanssa. Sen vuoksi kyseisen asetuksen liitteessä XVIII säädetty määritysmenetelmä olisi korvattava tehokkaammalla menetelmällä. On myös asianmukaista korjata eräitä kyseisen asetuksen liitteessä IX säädetyn määritysmenetelmän epäjohdonmukaisuuksia ja puutteita.

(6) Jotta jäsenvaltiot voisivat ryhtyä soveltamaan tässä asetuksessa säädettyjä uusia sääntöjä, tarvitaan siirtymäaika.

(7) Komissio on kehittänyt tietojärjestelmän, jolla se pystyy hallinnoimaan asiakirjoja ja menettelyjä sähköisesti omissa sisäisissä menettelyissään sekä tehdessään yhteistyötä yhteisen maatalouspolitiikan toteuttamiseen osallistuvien viranomaisten kanssa. Katsotaan, että kyseisen järjestelmän avulla voidaan täyttää yhteisen markkinajärjestelyn, suorien tukien järjestelmän, maataloustuotteiden menekinedistämisen ja syrjäisimpiin alueisiin ja Egeanmeren pieniin saariin sovellettavien järjestelyjen täytäntöönpanemiseksi jäsenvaltioiden komissiolle toimittamien tietojen ja asiakirjojen tiedoksiantamista koskevista yksityiskohtaisista säännöistä 31 päivänä elokuuta 2009 annetun komission asetuksen (EY) N:o 792/2009 [3] mukaisesti tiedoksiantovelvollisuudet, joista säädetään asetuksessa (ETY) N:o 2568/91.

(8) Sen vuoksi asetusta (ETY) N:o 2568/91 olisi muutettava.

(9) Maatalouden yhteisen markkinajärjestelyn hallintokomitea ei ole antanut lausuntoa puheenjohtajansa asettamassa määräajassa,

ON HYVÄKSYNYT TÄMÄN ASETUKSEN:

1 artikla

Muutetaan asetus (ETY) N:o 2568/91 seuraavasti:

1) Korvataan 2 a artikla seuraavasti:

"2 a artikla

1. Tämän artiklan soveltamiseksi 'kaupan pidetyllä oliiviöljyllä' tarkoitetaan jäsenvaltion oliiviöljyn ja oliivin puristemassaöljyn kokonaismäärää, joka kulutetaan kyseisessä jäsenvaltiossa tai viedään sieltä.

[1] EUVL L 299, 16.11.2007, s. 1.
[2] EYVL L 248, 5.9.1991, s. 1.
[3] EUVL L 228, 1.9.2009, s. 3.

2. Jäsenvaltioiden on sen varmistamiseksi, että kaupan pidetty oliiviöljy on ilmoitetun luokan mukaista, huolehdittava, että vaatimustenmukaisuustarkastukset tehdään valikoivasti riskianalyysin perusteella ja asianmukaisin aikavälein.

3. Riskien arviointiperusteisiin voi kuulua myös

a) öljyn luokka, tuotantokausi, öljyjen hinta suhteessa muihin kasviöljyihin, sekoitus- ja kauppakunnostustoimet, varastointitilat ja -olosuhteet, alkuperämaa, määränpäämaa, kuljetustapa tai erän suuruus;

b) toimijoiden asema kaupan pitämisen ketjussa, toimijoiden kaupan pitämä määrä ja/tai arvo, toimijoiden kaupan pitämät öljyluokat, kaupallisen toiminnan tyyppi, kuten puristus, varastointi, jalostus, sekoittaminen, pakkaaminen tai vähittäismyynti;

c) aiemmissa tarkastuksissa tehdyt havainnot mukaan lukien puutteiden lukumäärä ja tyyppi, kaupan pidettyjen öljyjen tavanomainen laatu tai käytettävien teknisten laitteiden suorituskyky;

d) toimijoiden laadunvarmistusjärjestelmien tai omavalvonnan luotettavuus kaupan pitämisen vaatimusten mukaisuuden osalta;

e) tarkastuksentehopaikka, erityisesti jos se on unioniin saapumispaikka, unionista lähtöpaikka tai paikka, jossa öljyt tuotetaan, kauppakunnostetaan, lastataan tai myydään loppukuluttajalle;

f) muut tiedot, jotka voivat osoittaa vaatimustenvastaisuusriskin.

4. Jäsenvaltioiden on vahvistettava etukäteen

a) erien vaatimustenvastaisuusriskin arviointiperusteet;

b) kunkin riskiluokan riskianalyysin perusteella toimijoiden tai erien ja/tai määrien vähimmäismäärät, joille on tehtävä vaatimustenmukaisuustarkastus.

Tuhatta jäsenvaltiossa kaupan pidettyä oliiviöljytonnia kohden on tehtävä vuosittain vähintään yksi vaatimustenmukaisuustarkastus.

5. Jäsenvaltioiden on varmistettava vaatimustenmukaisuus

a) tekemällä liitteessä I säädetyt määritykset missä tahansa järjestyksessä; tai

b) seuraamalla päätöksentekokaaviota koskevassa liitteessä I b säädettyä järjestystä, kunnes päästään johonkin kyseisessä kaaviossa mainittuun päätökseen."

2) Korvataan 3 artikla seuraavasti:

"3 artikla

Jos havaitaan, ettei öljy vastaa luokan kuvausta, asianomaisen jäsenvaltion on sovellettava tehokkaita, oikeasuhteisia ja varoittavia seuraamuksia, jotka vahvistetaan havaitun poikkeaman vakavuuden mukaisesti, sanotun kuitenkaan rajoittamatta muiden mahdollisten seuraamusten soveltamista.

Jos tarkastuksissa havaitaan merkittäviä poikkeamia, jäsenvaltion on lisättävä kaupanpitämisen vaiheen, öljyluokan, alkuperän tai muiden seikkojen tarkastuksia."

3) Lisätään 7 a artikla seuraavasti:

"7 a artikla

Luonnollisten henkilöiden, oikeushenkilöiden tai henkilöryhmittymien, joilla on hallussaan oliiviöljyä tai oliivin puristemassaöljyä jossakin vaiheessa puristamosta pullotusvaiheeseen mihin tahansa ammatillisiin tai kaupallisiin tarkoituksiin, on pidettävä jokaisen öljyluokan osalta kirjaa varastoonvienneistä ja varastostapoistoista.

Jäsenvaltion on varmistettava, että ensimmäisessä kohdassa säädettyä velvollisuutta noudatetaan asianmukaisesti."

4) Korvataan 8 artikla seuraavasti:

"8 artikla

1. Jäsenvaltioiden on annettava tämän asetuksen täytäntöönpanotoimenpiteet komissiolle tiedoksi. Niiden on ilmoitettava komissiolle kaikista myöhemmistä muutoksista.

2. Jäsenvaltioiden on vuosittain viimeistään 31 päivänä toukokuuta annettava komissiolle kertomus tämän asetuksen täytäntöönpanosta edellisenä kalenterivuonna. Kertomuksessa on oltava vähintään oliiviöljyille tehtyjen vaatimustenmukaisuustarkastusten tulokset, jotka on ilmoitettava liitteessä XXI esitetyn mallin mukaisesti.

3. Tässä asetuksessa tarkoitetut ilmoitukset on tehtävä komission asetuksen (EY) N:o 792/2009 (*) mukaisesti.

(*) EUVL L 228, 1.9.2009, s. 3."

5) Korvataan liite IX tämän asetuksen liitteessä I olevalla tekstillä.

6) Korvataan liite XVIII tämän asetuksen liitteessä II olevalla tekstillä.

7) Lisätään liite XXI tämän asetuksen liitteen III mukaisesti.

2 artikla

Tämä asetus tulee voimaan seitsemäntenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan unionin virallisessa lehdessä*.

Sitä sovelletaan 1 päivästä tammikuuta 2014. Sen 8 artiklan 2 kohtaa sovelletaan kuitenkin 1 päivästä tammikuuta 2015.

Tämä asetus on kaikilta osiltaan velvoittava, ja sitä sovelletaan sellaisenaan kaikissa jäsenvaltioissa.

Tehty Brysselissä 26 päivänä maaliskuuta 2013.

Komission puolesta
Puheenjohtaja
José Manuel BARROSO

LIITE I

"LIITE IX

SPEKTROFOTOMETRINEN MÄÄRITYS ULTRAVIOLETTIVALOSSA

JOHDANTO

Spektrofotometrinen määritys ultraviolettivalossa antaa tietoa rasvan laadusta ja säilymisestä sekä muutoksista, joita käsittelyt ovat siinä aiheuttaneet.

Tässä menetelmässä käytetyillä aallonpituuksilla tapahtuva absorptio johtuu konjugoiduista dieeni- ja trieenijärjestelmistä. Nämä absorptiot ilmaistaan ominaisekstinktiona $E^{1\,\%}_{1\,cm}$ (ekstinktio, joka tapahtuu tiettyyn liuottimeen valmistetun 1-prosenttisen rasvaliuoksen 1 cm:n paksuisessa kerroksessa), josta tavallisesti käytetään merkkiä K (kutsutaan myös ekstinktiokertoimeksi).

1. SOVELTAMISALA

Tällä menetelmällä voidaan tutkia oliiviöljyä (ks. lisäys) spektrofotometrisesti ultraviolettivalossa.

2. MENETELMÄN PERIAATE

Rasva liuotetaan määrättyyn liuottimeen ja liuoksen ekstinktio mitataan tietyllä aallonpituudella käyttäen vertailuliuoksena puhdasta liuotinta. Yksittäiset ekstinktiot lasketaan spektrofotometrin lukemista. Lasketaan spesifinen absorbanssi iso-oktaanissa aallonpituuksilla 232 nm ja 268 nm tai sykloheksaanissa aallonpituuksilla 232 nm ja 270 nm, kun pitoisuus on 1 g / 100 ml 10 mm:n kyvetissä.

3. VÄLINEISTÖ

3.1 Spektrofotometri, joka mittaa ekstinktion ultraviolettivalossa aallonpituuksilla 220–360 nm yhden nanometrin tarkkuudella. Ennen käyttöä spektrometrin aallonpituus- ja absorbanssiasteikot on tarkistettava seuraavasti:

3.1.1 *Aallonpituusasteikko:* Voidaan tarkistaa käyttämällä vertailumateriaalia, joka muodostuu holmiumoksidia sisältävästä optisesta lasisuodattimesta, jossa on selvät absorptiokaistat. Vertailumateriaali on tarkoitettu UV/VIS-spektrofotometrien, joiden spektrikaistan nominaaliset leveydet ovat enintään 5 nm, aallonpituusasteikkojen tarkistamiseen ja kalibrointiin. Holmiumlasisuodatin mitataan absorbanssitoiminnolla vertaamalla ilmanollanäytteeseen aallonpituudella 640–240 nm. Jokaiselle spektrikaistan leveydelle (0,10–0,25–0,50–1,00–1,50–2,00 ja 3,00) tehdään perusviivan korjaus tyhjällä kyvetinpitimellä. Spektrikaistan leveyksien aallonpituudet on lueteltu vertailumateriaalin sertifikaatissa ISO 3656 -standardissa.

3.1.2 *Absorbanssiasteikko:* Voidaan tarkistaa käyttäen vertailumateriaalia, jossa on 4 kaliumdikromaattiliuosta perkloorihaposs sinetöityinä 4:ään UV-kvartsikyvettiin lineaarisuuden ja fotometrisen tarkkuuden vertailuarvon mittaamiseksi ultraviolettivalossa. Kaliumdikromaatilla täytetyt kyvetit (40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml ja 100 mg/ml) mitataan vertaamalla perkloorihapponollanäytteeseen. Absorbanssin nettoarvot on lueteltu vertailumateriaalin sertifikaatissa ISO 3656 -standardissa.

3.2 Suorakaiteen muotoisia kvartsikyvettejä kansineen, optinen väli 1 cm. Vedellä tai muulla sopivalla liuottimella täytettynä kyvettien antamien lukemien ero saa olla enintään 0,01 ekstinktioyksikköä.

3.3 25 ml:n mittapulloja.

3.4 Analyysivaaka, jonka tarkkuus 0,0001 g.

4. REAGENSSIT

Kaikkien reagenssien on oltava hyväksyttyä analyysilaatua, jollei toisin mainita.

Liuotin: Iso-oktaani (2,2,4-trimetyylipentaani) mitattavaksi aallonpituudella 232 nm ja 268 nm tai sykloheksaani mitattavaksi aallonpituudella 232 nm ja 270 nm; liuottimen absorbanssin on oltava alle 0,12 aallonpituudella 232 nm ja alle 0,05 aallonpituudella 250 nm suhteessa tislattuun veteen, mitattuna 10 mm:n kyvettiin.

5. MENETTELY

5.1 Näytteen on oltava täysin homogeenista eikä siinä saa olla suspendoituneita epäpuhtauksia. Öljyt, jotka ovat huoneenlämmössä nestemäisiä, suodatetaan paperin läpi noin 30 °C:ssa, kiinteät rasvat homogenoidaan ja suodatetaan lämpötilassa, joka saa olla enintään 10 °C korkeampi kuin niiden sulamispiste.

5.2 Punnitaan noin 0,25 g näytettä (0,1 mg:n tarkkuudella), joka on esikäsitelty edellä kuvatulla tavalla, 25 ml:n mittapulloon, joka täytetään merkkiin liuottimella ja homogenoidaan. Syntyvän liuoksen on oltava täysin kirkasta. Jos ilmenee sameutta tai sakkaa, liuos suodatetaan nopeasti paperin läpi.

5.3 Kvartsikyvetti täytetään saadulla liuoksella ja ekstinktiot mitataan sopivalla aallonpituudella 232–276 nm; käytetty liuotin toimii vertailuliuoksena.

Saatujen ekstinktioarvojen on oltava 0,1–0,8; jollei tällaisia tuloksia saada, koe on uusittava käyttäen vahvempia tai laimeampia liuoksia tarpeen mukaan.

HUOM. Absorbanssia ei välttämättä tarvitse mitata koko aallonpituusalueella.

6. TULOSTEN ILMOITTAMINEN

6.1 Lasketaan ominaisekstinktiot (ekstinktiokertoimet) eri aallonpituuksilla seuraavasta kaavasta:

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

jossa

Kλ = ominaisekstinktio aallonpituudella λ

Eλ = aallonpituudella λ mitattu ekstinktio

c = liuoksen väkevyys g/100 ml

s = kvartsikyvettien paksuus senttimetreinä.

Tulokset ilmoitetaan kahden desimaalin tarkkuudella.

6.2 **Ominaisekstinktion variaatio (ΔK)**

Kun oliiviöljylle tehdään spektrofotometrinen määritys unionin lainsäädännössä säädetyllä virallisella menetelmällä, on määritettävä myös ominaisekstinktion absoluuttisen arvon variaatio (ΔK), joka saadaan seuraavalla kaavalla:

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

jossa Km on ominaisekstinktio aallonpituudella m; maksimaalisen absorption aallonpituus riippuu käytetystä liuottimesta ja on sykloheksaanilla 270 ja iso-oktaanilla 268.

Lisäys

OLIIVIÖLJYJEN OMINAISUUDET

	Luokka	Rasvahappojen metyyliesterit (FAME) ja rasvahappojen etyyliesterit (FAEE)	Happopitoisuus (%) (*)	Peroksidiluku mEq O2/kg (*)	Vahat mg/kg (**)	2-glyseryylimonopalmitaatti (%)	Stigmastadieeni mg/kg (1)	HPLC:llä määritetyn ja teoreettisesti lasketun ECN42:n välinen ero	K_{232} (*)	K_{270} (*)	Delta-K (*) (5)	Aistinvarainen arvio virheen mediaani (Md) (*)	Aistinvarainen arvio hedelmäisyyden mediaani (Mf) (*)
1.	Ekstra-neitsytoliiviöljy	Σ FAME + FAEE ≤75 mg/kg tai 75 mg/kg <Σ FAME + FAEE ≤150 mg/kg ja (FAEE/FAME) ≤1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 jos palmitiinihapon kokonaisprosenttiosuus % ≤ 14 % 1,0 jos palmitiinihapon kokonaisprosenttiosuus % > 14%	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
2.	Neitsytoliiviöljy	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 jos palmitiinihapon kokonaisprosenttiosuus % ≤ 14% ≤ 1,0 jos palmitiinihapon kokonaisprosenttiosuus % > 14%	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
3.	Lamppuoliiviöljy	—	> 2,0	—	≤ 300 (3)	≤ 0,9 jos palmitiinihapon kokonaisprosenttiosuus % ≤ 14 % ≤ 1,1 jos palmitiinihapon kokonaisprosenttiosuus % > 14%	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 (2)	—
4.	Jalostettu oliiviöljy	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9 jos palmitiinihapon kokonaisprosenttiosuus % ≤ 14 % ≤ 1,1 jos palmitiinihapon kokonaisprosenttiosuus % > 14%	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
5.	Jalostetusta oliiviöljystä ja neitsytoliiviöljystä valmistettu oliiviöljy	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9 jos palmitiinihapon kokonaisprosenttiosuus % ≤ 14 % ≤ 1,0 jos palmitiinihapon kokonaisprosenttiosuus % > 14%	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
6.	Raaka oliivin puristemassaöljy	—	—	—	> 350 (4)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7.	Jalostettu oliivin puristemassaöljy	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8.	Oliivin puristemassaöljy		≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(1) Sellaisten isomeerien yhteismäärä, joka voidaan (tai jota ei voida) erottaa kapillaarikolonnin avulla.
(2) Tai jos virheen mediaani on enintään 2,5 ja hedelmäisyyden mediaani 0.
(3) Kun öljyn vahapitoisuus on 300–350 mg/kg, sitä pidetään lamppuöljynä, jos alifaattisten alkoholien kokonaispitoisuus on enintään 350 mg/kg tai jos erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on enintään 3,5 prosenttia.
(4) Kun öljyn vahapitoisuus on 300–350 mg/kg, sitä pidetään raakana oliivin puristemassaöljynä, jos alifaattisten alkoholien kokonaispitoisuus on yli 350 mg/kg ja jos erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on yli 3,5 prosenttia.
(5) K 270, jos liuotin on sykloheksaani, K 268, jos liuotin on iso-oktaani.”

LIITE II

"LIITE XVIII

ECN42-TRIASYYLIGLYSEROLIEN TEOREETTISEN KOOSTUMUKSEN JA TODELLISEN KOOSTUMUKSEN VÄLISEN ERON MÄÄRITYS

1. SOVELTAMISALA

Seuraavien arvojen välisen absoluuttisen eron määrittäminen: triasyyliglyserolien (TAG), joiden ekvivalenttihiililuku on 42 ($ECN42_{HPLC}$), kokeelliset arvot, jotka saadaan määrittämällä ne öljyssä suuren erotuskyvyn käänteisfaasinestekromatografialla, ja triasyyliglyserolien, joiden ekvivalenttihiililuku on 42 ($ECN\ 42_{theoretical}$), teoreettinen arvo, joka saadaan laskemalla rasvahappokoostumuksesta.

2. SOVELTAMISALA

Standardia sovelletaan oliiviöljyihin. Menetelmä soveltuu pienten siemenöljymäärien (joissa on paljon linolihappoa) osoittamiseen kaikissa oliiviöljyissä.

3. PERIAATE

Aitojen oliiviöljyjen ECN42-triasyyliglyserolien HPLC-analyysillä määritetty ja ECN42-triasyyliglyserolien teoreettinen koostumus (joka lasketaan rasvahappokoostumuksen GLC-määrityksen perusteella) vastaavat tietyissä rajoissa toisiaan. Jos erotus on suurempi kuin öljytyypille vahvistettu arvo, on öljyssä todennäköisesti siemenöljyjä.

4. MENETELMÄ

Menetelmä ECN42-triasyyliglyserolien teoreettisen pitoisuuden ja HPLC-määrityksen tulosten välisen erotuksen laskemiseksi perustuu pääasiallisesti muilla menetelmillä saatujen analyyttisten tietojen koordinointiin. Tässä voidaan erottaa kolme vaihetta: rasvahappokoostumuksen määritys kapillaarikaasukromatografialla, ECN42-triasyyliglyserolien teoreettisen koostumuksen laskeminen ja ECN42-triasyyliglyserolien HPLC-määritys.

4.1 **Välineistö**

4.1.1 Pyörökolveja, 250 ml ja 500 ml

4.1.2 Dekanttilaseja, 100 ml

4.1.3 Lasinen kromatografiapylväs, sisähalkaisija 21 mm, pituus 450 mm, jossa on tulppa ja standardoitu naaraspuolinen hios yläpäässä

4.1.4 Erotussuppiloita, 250 ml, joissa on standardoitu koiraspuolinen hios alapäässä ja joka voidaan liittää pylvään yläpäähän

4.1.5 Lasisauva, pituus 600 mm

4.1.6 Lasisuppilo, halkaisija 80 mm

4.1.7 Mittapulloja, 50 ml

4.1.8 Mittapulloja, 20 ml

4.1.9 Pyöröhaihdutin

4.1.10 Korkean suorituskyvyn nestekromatografi, jonka pylväs voidaan termostoida

4.1.11 Injektiolaite, jolla voidaan injisoida 10 µl

4.1.12 Detektori: differentiaalirefraktometri. Koko asteikon herkkyyden pitäisi olla vähintään 10^{-4} taitekerroinyksikköä.

4.1.13 Pylväs: ruostumatonta terästä, pituus 250 mm ja sisähalkaisija 4,5 mm, johon pakattu 5 µm:n piihappopartikkeleja, jotka sisältävät 22–23 % hiiltä oktadekyylisilaanin muodossa.

4.1.14 Tietokoneohjelma tulosten käsittelyyn

4.1.15 Suppiloita, noin 2 ml, joissa teflon-septumit ja kierrekorkit.

4.2 **Reagenssit**

Reagenssien on oltava analyysipuhtausluokkaa. Eluointiliuottimista on poistettava kaasut, ja niitä voi käyttää useaan kertaan ilman että se vaikuttaa erotuksiin.

4.2.1 Petrolieetteri 40–60 °C, kromatografialaatua, tai heksaani

4.2.2 Etyylieetteri, peroksidivapaa, tislattu juuri ennen käyttöä

4.2.3 Eluutioliuotin öljyn puhdistamiseksi kolonnikromatografialla: petrolieetterin ja etyylieetterin seos 87/13 (v/v)

4.2.4 Piihappogeeli, 70–230 mesh, tyyppiä Merck 7734, jonka vesipitoisuus on standardoitu 5 prosenttiin (w/w)

4.2.5 Lasivilla

4.2.6 Asetoni HPLC-määritystä varten

4.2.7 Asetonitriili tai propionitriili HPLC-määritystä varten

4.2.8 HPLC-eluutioliuotin: asetonitriili + asetoni (osuudet säädetään siten että saadaan haluttu erotus; aloitetaan 50:50-seoksella) tai propionitriili

4.2.9 Liuottamisliuotin: asetoni

4.2.10 Vertailutriglyseridit: joko käytetään kaupallisia triglyseridejä (tripalmitiini, trioleiini jne.) ja kuvataan retentioajat ekvivalenttihiililuvun funktiona tai tehdään vertailukromatogrammit soijaöljy-oliiviöljyseoksella suhteessa 30:70 ja puhtaalla oliiviöljyllä (ks. huomautukset 1 ja 2 sekä kuvat 1–4).

4.2.11 Kiinteäfaasiuuttopylväs, jossa on piihappofaasi 1 g, 6 ml

4.3 **Näytteen valmistus**

Koska monet aineet voivat antaa vääriä positiivisia tuloksia, näyte on aina puhdistettava paistorasvoissa esiintyvien polaaristen yhdisteiden määrittämiseen tarkoitetulla IUPAC-menetelmällä 2.507.

4.3.1 *Kromatografiapylvään valmistelu*

Pylväs (4.1.3) täytetään noin 30 ml:lla eluutioliuosta (4.2.3), siihen pannaan hiukan lasivillaa (4.2.5), joka työnnetään pylvään pohjaan lasisauvalla (4.1.5).

Suspendoidaan 100 ml:n dekanterilasiin 25 g piihappogeeliä (4.2.4) 80 ml:ssa eluutioliuosseosta (4.2.3), joka lisätään pylvääseen lasisuppilon (4.1.6) avulla.

Jotta piihappogeeli saadaan kokonaan siirretyksi pylvääseen, dekanterilasia pestään eluutioliuoksella ja pesunesteet lisätään pylvääseen.

Tulppa avataan ja liuottimen annetaan valua pylväästä, kunnes sen pinta on noin 1 cm piihappogeelin pinnan yläpuolella.

4.3.2 *Pylväskromatografia*

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 2,5 ± 0,1 g öljyä, joka on etukäteen suodatettu ja homogenoitu ja josta on tarvittaessa poistettu vesi, 50 ml:n mittapulloon (4.1.7).

Öljy liuotetaan noin 20 ml:aan eluutioliuotinta (4.2.3). Lämmitetään tarvittaessa liuottamisen helpottamiseksi. Annetaan jäähtyä huoneenlämpötilaan, ja tilavuus säädetään merkkiin eluutioliuottimella.

20 ml tätä liuosta siirretään volymetrisellä pipetillä kohdan 4.3.1 mukaisesti valmisteltuun pylvääseen. Tulppa aukaistaan ja liuottimen annetaan valua piihappogeelin pinnan tasolle.

Eluoidaan 150 ml:lla eluutioliuotinta (4.2.3). Eluutionopeus noin 2 ml/min (150 ml menee pylvään läpi noin 60–70 minuutissa).

Eluaatti kerätään 250 ml:n pyörökolviin (4.1.1), joka on taarattu uunissa ja punnittu tarkasti. Liuotin haihdutetaan alipaineessa pyöröhaihduttimessa ja jäännös punnitaan. Siitä tehdään HPLC-analyysiin ja metyyliesterin valmistukseen käytettävä liuos.

Pylväästä on saatava talteen vähintään 90 % näytteestä, kun kyseessä ovat ekstraneitsytoliiviöljyn, neitsytoliiviöljyn, puhdistetun oliiviöljyn ja oliiviöljyn luokat, ja vähintään 80 %, kun kyseessä ovat lamppuöljyt ja oliivin puristemassaöljyt.

4.3.3 *Puhdistus kiinteäfaasiuuttona*

Kiinteäfaasiuuttopiihappopylväs aktivoidaan 6 ml heksaanilla (4.2.3) tyhjiössä kuivumista välttäen.

Punnitaan 0,001 g:n tarkkuudella 0,12 g 2 ml:n pulloon (4.1.15) ja liuotetaan 0,5 ml:lla heksaania (4.2.3).

Täytetään kiinteäfaasiuuttopylväs liuoksella ja eluoidaan tyhjiössä 10 ml:lla heksaania/dietyylioksidia (87:13 v/v) (4.2.3).

Kerätty jae haihdutetaan kuiviin alipaineessa pyöröhaihduttajassa (4.1.9) huoneenlämmössä. Haihdutusjäännös liuotetaan 2 ml:aan asetonia (4.2.6) triasyyliglyserolien määritystä varten.

4.4 **HPLC-määritys**

4.4.1 *Näytteiden valmistus kromatografiaan*

Analysoitavasta näytteestä valmistetaan 5-prosenttinen liuos punnitsemalla 0,5 ± 0,001 g näytettä 10 ml:n asteikolliseen pulloon ja täyttämällä 10 ml:ksi liuottamisliuottimella (4.2.9).

4.4.2 *Menettely*

Kootaan kromatografialaitteisto. Eluutioliuotinta (4.2.8) pumpataan nopeudella 1,5 ml/min laitteiston puhdistamiseksi. Odotetaan, kunnes perusviiva on tasainen.

Injisoidaan 10 µl näytettä, joka on valmistettu kuten kohdassa 4.3 selostetaan.

4.4.3 *Tulosten laskeminen ja ilmoittaminen*

Käytetään sisäisen standardin menetelmää, ts. oletetaan, että TAGien (ECN42-triglyserideistä ECN52-triglyserideihin) piikkien yhteenlasketut pinta-alat ovat 100 %.

Kunkin triglyseridin suhteellinen prosenttiosuus lasketaan kaavalla:

% triglyseridiä = piikin pinta-ala × 100 / piikkien pinta-alojen summa.

Tulokset on ilmoitettava vähintään kahden desimaalin tarkkuudella.

Ks. alaviitteet 1–4.

4.5 **Triasyyliglyseridien koostumuksen laskeminen (mooli-%) rasvahappokoostumusta koskevista tiedoista (pinta-ala-%)**

4.5.1 *Rasvahappokoostumuksen määritys*

Rasvahappokoostumus määritetään ISO 5508 -standardia noudattaen kapillaarikolonnilla. Metyyliesterit valmistetaan asiakirjan COI/T.20/Doc. No 24 mukaisesti.

4.5.2 *Laskemisessa huomioon otettavat rasvahapot*

Glyseridit ryhmitellään niiden ekvivalenttihiililuvun (ECN) mukaan ottaen huomioon seuraavat vastaavuudet ECN:n ja rasvahappojen välillä. Huomioon otetaan ainoastaan 16 ja 18 hiiliatomia sisältävät rasvahapot, koska niillä on merkitystä oliiviöljylle. Rasvahapot olisi standardoitava 100 %:iin.

Rasvahappo (FA)	Lyhenne	Molekyylipaino (MW)	ECN
Palmitiinihappo	P	256,4	16
Palmito-oleiinihappo	Po	254,4	14
Steariinihappo	S	284,5	18
Öljyhappo	O	282,5	16
Linolihappo	L	280,4	14
Linoleenihappo	Ln	278,4	12

4.5.3 *Pinta-alaprosenttien muuntaminen mooleiksi, kaikki rasvahapot (1)*

$$\text{moolit P} = \frac{\text{pinta-ala-\% P}}{\text{MW P}} \qquad \text{moolit S} = \frac{\text{pinta-ala-\% S}}{\text{MW S}} \qquad \text{moolit Po} = \frac{\text{pinta-ala-\% Po}}{\text{MW Po}}$$

$$\text{moolit O} = \frac{\text{pinta-ala-\% O}}{\text{MW O}} \qquad \text{moolit L} = \frac{\text{pinta-ala-\% L}}{\text{MW L}} \qquad \text{moolit Ln} = \frac{\text{pinta-ala-\% Ln}}{\text{MW Ln}}$$

4.5.4 *Rasvahappomoolien standardoiminen 100 %:iin (2)*

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

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

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

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

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

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

Tulos ilmoittaa kunkin rasvahapon prosenttiosuuden mooliprosentteina TAGien 1,2,3-asemassa.

Sitten lasketaan tyydyttyneiden rasvahappojen P ja S (SFA) ja tyydyttymättömien rasvahappojen Po, O, L ja Ln (UFA) summa (3):

$$\text{mooli-\% SFA} = \text{mooli-\% P} + \text{mooli-\% S}$$

$$\text{mooli-\% UFA} = 100 - \text{mooli-\% SFA}$$

4.5.5 *Rasvahappokoostumuksen laskeminen TAGien 2- sekä 1- ja 3-asemassa*

Rasvahapot jakautuvat kolmeen ryhmään seuraavasti: yksi 2-asemalle ja kaksi samanlaista 1- ja 3-asemille siten, että tyydyttyneillä (P ja S) ja tyydyttymättömillä hapoilla (Po, O, L ja Ln) on eri kertoimet.

4.5.5.1 Tyydyttyneet rasvahapot 2-asemassa [P(2) ja S(2)] (4)

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

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

4.5.5.2 Tyydyttymättömät rasvahapot 2-asemassa [Po(2), O(2), L(2) ja Ln(2)] (5):

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

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

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

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

4.5.5.3 Rasvahapot 1,3-asemassa [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) ja Ln(1,3)] (6):

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

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

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

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

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

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

4.5.6 *Triasyyliglyserolien laskeminen*

4.5.6.1 TAGit, joissa on yksi rasvahappo (AAA, tässä LLL, PoPoPo) (7)

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

4.5.6.2 TAGit, joissa on kaksi rasvahappoa (AAB, tässä PoPoL, PoLL) (8)

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

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

4.5.6.3 TAGit, joissa on kolme eri rasvahappoa (ABC, tässä OLLn, PLLn, PoOLn, PPoLn) (9)

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

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

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

4.5.6.4 ECN42-triasyyliglyserolit

ECN42-triasyyliglyserolit lasketaan yhtälöistä 7, 8 ja 9, ja tulokset annetaan HPLC:n odotetussa eluutiojärjestyksessä (tavallisesti vain kolme piikkiä).

LLL

PoLL ja LPoL:n paikkaisomeeri

OLLn ja OLnL:n sekä LnOL:n paikkaisomeerit

PoPoL ja PoLPo:n paikkaisomeeri

PoOLn ja OPoLn:n sekä OLnPo:n paikkaisomeerit

PLLn ja LLnP:n sekä LnPL:n paikkaisomeerit

PoPoPo

SLnLn ja LnSLn:n paikkaisomeeri

PPoLn ja PLnPo:n sekä PoPLn:n paikkaisomeerit

ECN42-triasyyliglyseridit saadaan näiden yhdeksän triasyyliglyserolin ja niiden paikkaisomeerien summana. Tulokset on ilmoitettava vähintään kahden desimaalin tarkkuudella.

5. TULOSTEN ARVIOINTI

Verrataan laskemalla saatua teoreettista koostumusta ja HPLC:llä määritettyä koostumusta. Jos absoluuttisten HPLC-tulosten ja teoreettisten tulosten välinen erotus on suurempi kuin kyseiselle öljyluokalle kaupan pitämisen vaatimuksissa vahvistetut arvot, näyte sisältää siemenöljyä.

Tulokset ilmoitetaan kahden desimaalin tarkkuudella.

6. ESIMERKKI (NUMEROT VIITTAAVAT MENETELMÄÄ SELOSTAVAN TEKSTIN KOHTIIN)

— 4.5.1 *Rasvahappojen mooliprosenttien laskeminen GLC-tuloksista (standardisoitu pinta-ala-%)*

GLC:llä saadaan rasvahappokoostumukselle seuraavat tulokset:

FA	P	S	Po	O	L	Ln
MW	256,4	284,5	254,4	282,5	280,4	278,4
Pinta-ala-%	10,0	3,0	1,0	75,0	10,0	1,0

— 4.5.3 *Pinta-ala-prosenttien muuntaminen mooleiksi kaikille rasvahapoille (ks. kaava 1)*

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

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

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

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

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

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

Yhteensä = 0,35821 moolia TAG

— 4.5.4 *Rasvahappomoolien standardoiminen 100 %:iin (ks. kaava 2)*

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

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

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

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

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

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

Yhteensä mooli-% = 100 %

Tyydyttyneiden ja tyydyttymättömien rasvahappojen summa TAGien 1,2,3-asemassa (ks. kaava 3):

mooli-% SFA = 10,887 % + 2,942 % = **13,829 %**

mooli-% UFA = 100,000 % − 13,829 % = **86,171 %**

— 4.5.5 *Rasvahappokoostumuksen laskeminen TAGien 2- ja 1,3-asemassa*

— 4.5.5.1 Tyydyttyneet rasvahapot 2-asemassa [P(2) ja S(2)] (ks. kaava 4):

mooli-% P(2) = 10,887 % * 0,06 = 0,653 mooli-%

mooli-% S(2) = 2,942 % * 0,06 = 0,177 mooli-%

— 4.5.5.2 Tyydyttymättömät rasvahapot 2-asemassa [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) ja Ln(1,3)] (ks. kaava 5)

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

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

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

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

— 4.5.5.3 Rasvahapot 1,3-asemassa [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) ja Ln(1,3)] (ks. kaava 6)

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

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

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

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

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

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

— 4.5.6 *Triasyyliglyserolien laskeminen*

Lasketusta rasvahappokoostumuksesta sn-2 ja sn-1,3-asemassa:

FA seuraavissa:	1,3-as.	2-as.
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 %
Sum	100,0 %	100,0 %

lasketaan seuraavat triasyyliglyserolit:

LLL

PoPoPo

PoLL ja 1 paikkaisomeeri

SLnLn ja 1 paikkaisomeeri

PoPoL ja 1 paikkaisomeeri

PPoLn ja 2 paikkaisomeeriä

OLLn ja 2 paikkaisomeeriä

PLLn ja 2 paikkaisomeeriä

PoOLn ja 2 paikkaisomeeriä

— 4.5.6.1 TAGit, joissa on yksi rasvahappo (LLL, PoPoPo) (ks. kaava 7)

$$\text{mooli-\% LLL} = \frac{9{,}204\ \% * 11{,}457\ \% * 9{,}204\ \%}{10\,000}, = \mathbf{0{,}09706}\quad \textbf{moolia LLL}$$

$$\text{mooli-\% PoPoPo} = \frac{1{,}015\ \% * 1{,}262\ \% * 1{,}015\ \%}{10\,000} = \mathbf{0{,}00013}\quad \textbf{moolia PoPoPo}$$

— 4.5.6.2 TAGit, joissa on kaksi rasvahappoa (PoLL, SLnLn, PoPoL) (ks. kaava 8)

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

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

0,03210 moolia PoLL

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

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

0,00094 moolia SLnLn

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

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

0,00354 moolia PoPoL

— 4.5.6.3 TAGit, joissa on kolme eri rasvahappoa (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn) (ks. kaava 9)

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

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

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

0,00761 moolia PPoLn

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

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

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

0,43655 moolia OLLn

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

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

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

0,06907 moolia PLLn

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

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

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

0,04812 moolia PoOLn

ECN42 = 0,69512 moolia TAGs

Huomautus 1: Eluutiojärjestys voidaan määrittää laskemalla ekvivalenttihiililuvut, jotka määräytyvät usein yhtälön ECN = CN − 2n perusteella, jossa CN on hiililuku ja n on kaksoissidosten määrä; se voidaan laskea tarkemmin ottamalla huomioon kaksoissidoksen alkuperä. Jos n_o, n_l ja n_{ln} ovat öljyhapon, linolihapon ja linoleenihapon kaksoissidokset, ekvivalenttilihiililuku voidaan laskea yhtälöstä

$$EN = CN - d_o n_o - d_l n_l - d_{ln} n_{ln}$$

jossa kertoimet d_o, d_l ja d_{ln} voidaan laskea vertailutriglyseridien avulla. Tässä menetelmässä eritellyissä oloissa suhde on lähellä seuraavaa:

$$ECN = CN - (2{,}60\ n_o) - (2{,}35\ n_l) - (2{,}17\ n_{ln})$$

Huomautus 2: Usean triglyseridin avulla voi myös laskea erotuskyvyn trioleiinin suhteen:

$$\alpha = RT^1/RT\ \text{triolein}$$

käyttämällä redusoitua retentioaikaa RT^1 = RT − RT liuotin.

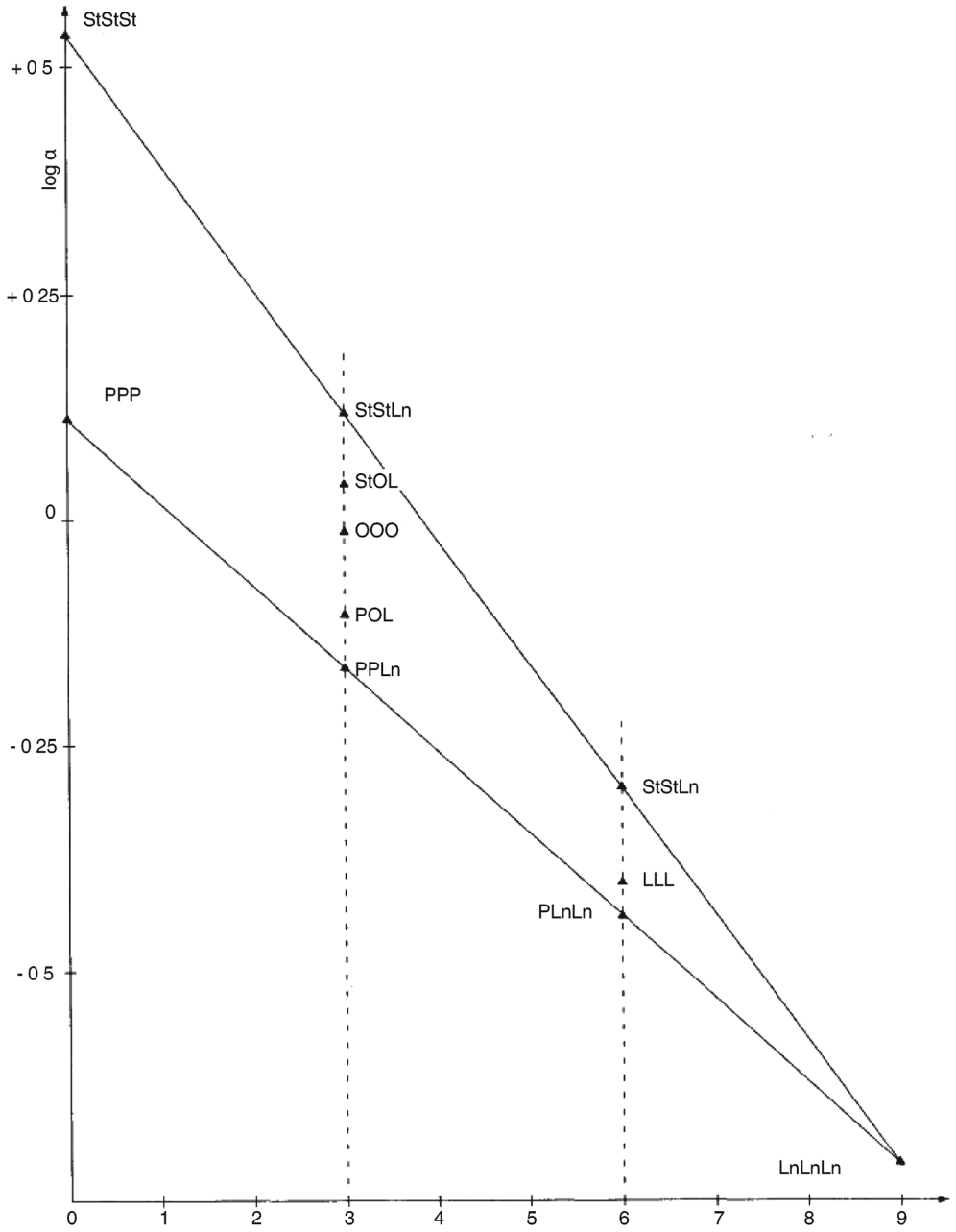
Log α:aa f:n funktiona (jossa f on kaksoissidosten määrä) esittävän kuvaajan avulla voidaan määrittää retentioarvot kaikille vertailutriglyserideihin sisältyvien rasvahappojen triglyserideille; katso kuvio 1.

Huomautus 3: Pylvään pitäisi olla niin tehokas, että trilinoleiinipiikki erottuu selvästi niiden triglyseridien piikeistä, joiden retentioajat ovat sitä lähellä. Eluutiota jatketaan aina ECN52:een asti.

Huomautus 4: Jotta saataisiin sellainen kromatogrammi, että kaikkien tärkeiden piikkien pinta-alat voidaan mitata luotettavasti, on ECN50-triglyseridiä vastaavan toisen piikin korkeuden oltava 50 % koko asteikosta.

Kuvio 1

Log α:aa f:n funktiona (jossa f on kaksoissidosten määrä) esittävä kuvaaja



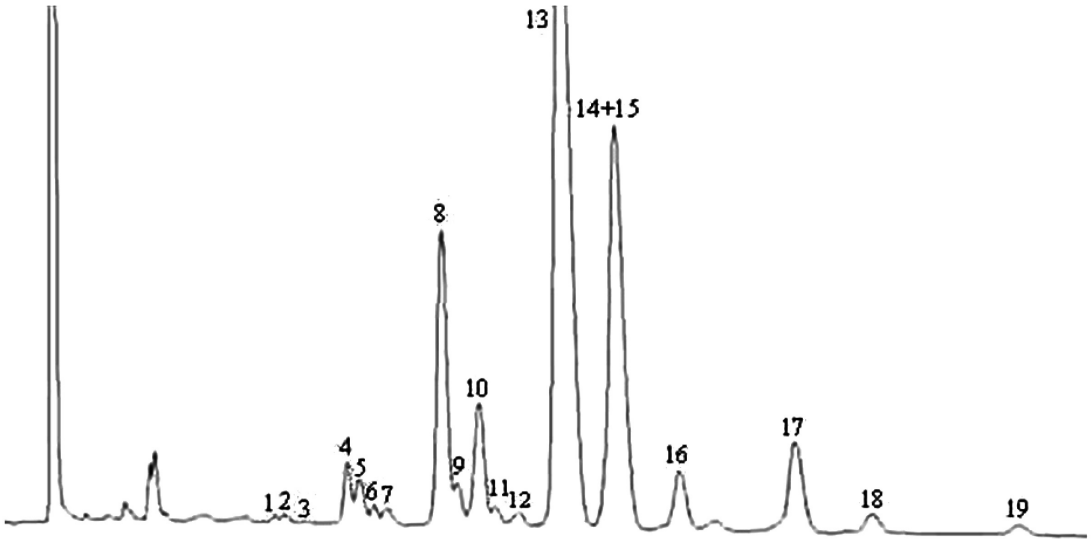
Kaksoissidosten määrä

La: lauriinihappo; My: myristiinihappo; P: palmitiinihappo; S: steariinihappo; O: öljyhappo; L: linolihappo; Ln: linoleenihappo.

Kuvio 2

Vähän linolihappoa sisältävä oliiviöljy

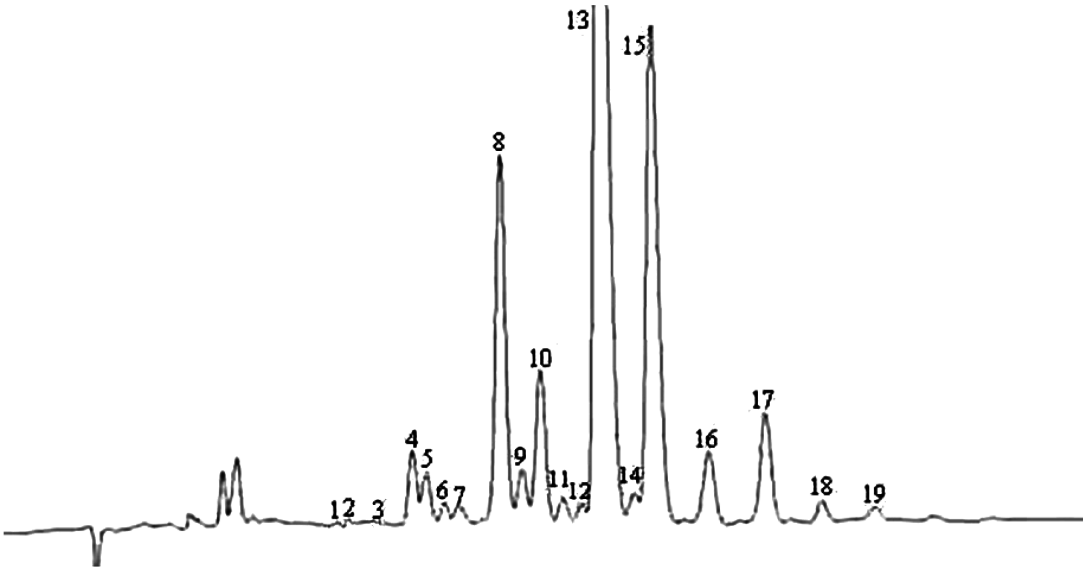
a



Liuottimena asetoni/asetonitriili

PROFIILI a: Kromatogrammin piikkien tärkeimmät komponentit: **ECN42:** (1) LLL + PoLL; (2) OLLn + PoOLn; (3) PLLn; **ECN44:** (4) OLL + PoOL; (5) OOLn + PLL; (6) POLn + PPoPo; (7) OOL + PoOO; **ECN46:** (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **ECN48:** (13) OOO + PoPP; (14 + 15) SOL + POO; (16) POP; **ECN50:** (17) SOO; (18) POS + SLS.

b



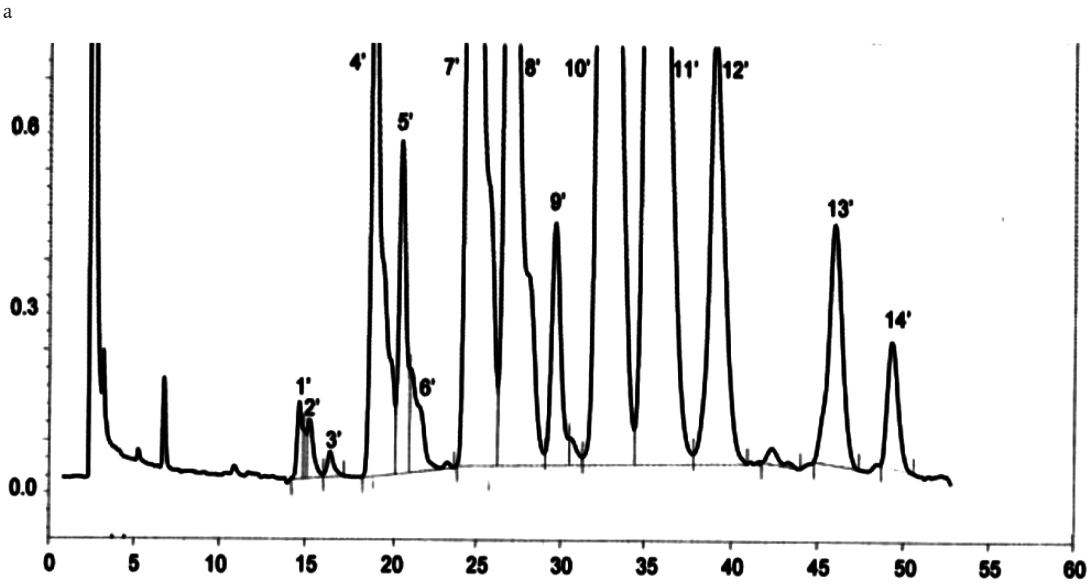
Liuottimena propionitriili

PROFIILI b: Kromatogrammin piikkien tärkeimmät komponentit: **ECN42:** (1) LLL; (2) OLLn + PoLL; (3) PLLn; **ECN44:** (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPoPo + PPoL; **ECN46:** (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **ECN48:** (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **ECN50:** (17) SOO; (18) POS + SLS

Kuvio 3

Paljon linolihappoa sisältävä oliiviöljy

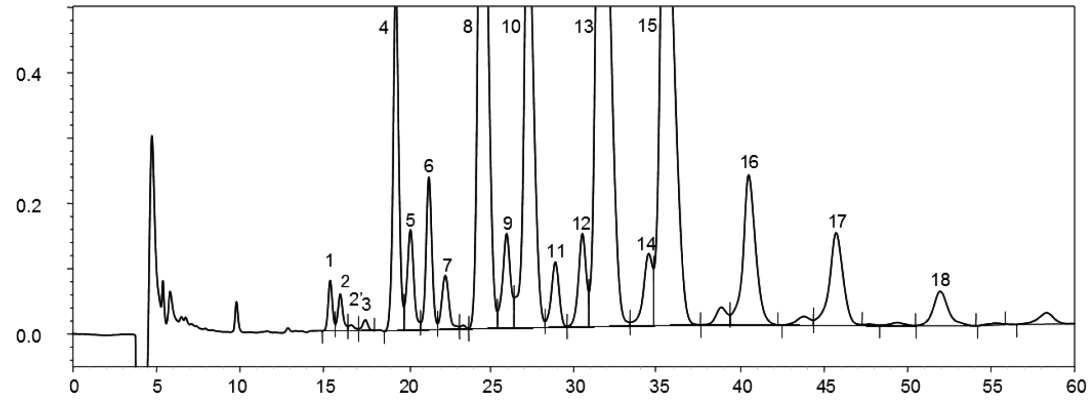
a



Liuottimena asetoni/asetonitriili (50:50)

Profiili a: Kromatogrammin piikkien tärkeimmät komponentit: **ECN42: (1') LLL + PoLL; (2') OLLn + PoOLn; (3') PLLn; ECN44: (4') OLL + PoOL; (5') OOLn + PLL; (6') POLn + PPoPo; ECN46: (7') OOL + PoOO; (8') PLO + SLL + PoOP; (9') PLP + PoPP; ECN48: (10') OOO; (11') POO + SLL + PPoO; (12') POP + PLS; ECN50: (13') SOO; (14') POS + SLS**

b



Liuottimena propionitriili

Profiili b: Kromatogrammin piikkien tärkeimmät komponentit: **ECN42:** (1) LLL; (2 + 2') OLLn + PoLL; (3) PLLn; **ECN44:** (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPoPo + PPoL; **ECN46:** (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; **ECN48:** (12) PLP; (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **ECN50:** (17) SOO; (18) POS + SLS; **ECN52:** (19) AOO."

LIITE III

"LIITE XXI

8 artiklan 2 kohdassa tarkoitetut oliiviöljyille tehtyjen vaatimustenmukaisuustarkastusten tulokset

				Merkinnät						Kemialliset parametrit			Aistinvaraiset ominaisuudet ([4])			Lopullinen päätelmä	
Otos	Luokka	Alkuperämaa	Tarkastuspaikka ([1])	Virallinen nimi	Alkuperänimitys	Varastointitiedellytykset	Virheelliset tiedot	Luettavuus	C/NC ([3])	Parametrejä yli rajojen Kyllä/Ei	Jos kyllä, mikä/mitkä ([2])	C/NC ([3])	Virheen mediaani	Hedelmäisyyden mediaani	C/NC ([3])	Vaadittu toimi	Seuraamus

([1]) Sisämarkkinat (puristamo, pullottajat, vähittäismyyntivaihe), vienti, tuonti
([2]) Jokaisella liitteessä I esitetyllä oliiviöljyn ominaisuudella on oltava koodi.
([3]) Vaatimusten mukainen / Vaatimusten vastainen
([4]) Ei vaadita oliiviöljyltä ja oliivin puristemassaöljyltä."