VYKONÁVACIE NARIADENIE KOMISIE (EÚ) č. 299/2013

z 26. marca 2013,

ktorým sa mení nariadenie (EHS) č. 2568/91 o charakteristikách olivového oleja a oleja z olivových zvyškov a o príslušných analytických metódach

EURÓPSKA KOMISIA,

so zreteľom na Zmluvu o fungovaní Európskej únie,

so zreteľom na nariadenie Rady (ES) č. 1234/2007 z 22. októbra 2007 o vytvorení spoločnej organizácie poľnohospodárskych trhov a o osobitných ustanoveniach pre určité poľnohospodárske výrobky (nariadenie o jednotnej spoločnej organizácii trhov) ([1]), a najmä na jeho článok 113 ods. 1 písm. a) a článok 121 ods. 1 písm. a), v spojení s článkom 4,

keďže:

(1) V nariadení Komisie (EHS) č. 2568/91 z 11. júla 1991 o charakteristikách olivového oleja a oleja z olivových zvyškov a o príslušných analytických metódach ([2]) sa vymedzujú chemické vlastnosti a organoleptické vlastnosti olivových olejov a olejov z olivových zvyškov, ako aj metódy hodnotenia týchto vlastností. Tieto metódy by sa mali aktualizovať na základe stanoviska chemických odborníkov a v súlade s prácou, ktorú vykonáva Medzinárodná rada pre olivový olej (International Olive Council, ďalej len „IOC“).

(2) Podľa článku 113 ods. 3 nariadenia (ES) č. 1234/2007 členské štáty kontrolujú, či olivový olej a olej z olivových zvyškov spĺňajú obchodné normy uvedené v nariadení (EHS) č. 2568/91, a v prípade potreby uplatňujú sankcie. Podrobné pravidlá týchto kontrol zhody sú uvedené v článkoch 2 a 2a nariadenia (EHS) č. 2568/91. Tieto pravidlá by mali zaistiť, že olivový olej účinne spĺňa stanovené kvalitatívne normy. Pravidlá by mali obsahovať ďalšie podrobnosti vrátane analýzy rizík. Na účely týchto kontrol zhody by sa mal vymedziť pojem „predávaný olivový olej“.

(3) Z doterajších skúseností vyplývajú určité riziká podvodov brániacich plnej účinnosti ochrany spotrebiteľa, ktorú ponúka nariadenie (EHS) č. 2568/91. Skladovatelia olivového oleja by preto mali viesť evidenciu o vstupe a výstupe každej kategórie oleja. Zhromažďovanie informácií by sa malo uskutočňovať len do štádia plnenia olivového oleja do fliaš, aby sa predchádzalo nadmernej administratívnej záťaži, ale neoslabili sa ciele evidencie olivového oleja.

(4) S cieľom zabezpečiť ďalší postup a hodnotenie opatrení nariadenia (EHS) č. 2568/91 by členské štáty mali informovať Komisiu nielen o vnútroštátnych vykonávacích opatreniach, ale aj o výsledkoch kontrol zhody.

(5) V rámci pokračovania procesu harmonizácie s medzinárodnými normami stanovenými Medzinárodnou radou pre olivový olej by sa mali aktualizovať niektoré analytické metódy ustanovené v nariadení (EHS) č. 2568/91. Analytická metóda stanovená v prílohe XVIII k uvedenému nariadeniu by sa mala nahradiť účinnejšou metódou. Takisto je vhodné napraviť niektoré nezrovnalosti a nedostatky analytických metód uvedených v prílohe IX k dotknutému nariadeniu.

(6) Pre členské štáty je potrebné stanoviť prechodné obdobie na zavedenie nových pravidiel ustanovených v tomto nariadení.

(7) V rámci vnútorných pracovných postupov a vzťahov s orgánmi zúčastnenými na spoločnej poľnohospodárskej politike Komisia vypracovala informačný systém, ktorý umožňuje elektronické spravovanie dokumentov a postupov. Vychádza sa z toho, že oznamovacie povinnosti podľa nariadenia (EHS) č. 2568/91 možno splniť pomocou daného systému v súlade s nariadením Komisie (ES) č. 792/2009 z 31. augusta 2009, ktorým sa stanovujú podrobné pravidlá poskytovania informácií a predkladania dokumentov členskými štátmi Komisii v rámci spoločnej organizácie trhov, režimu priamych platieb, podpory poľnohospodárskych výrobkov a režimov uplatniteľných na najvzdialenejšie regióny a menšie ostrovy v Egejskom mori ([3]).

(8) Nariadenie (EHS) č. 2568/91 by sa preto malo zodpovedajúcim spôsobom zmeniť.

(9) Riadiaci výbor pre spoločnú organizáciu poľnohospodárskych trhov nedoručil stanovisko v lehote, ktorú stanovil predseda výboru,

PRIJALA TOTO NARIADENIE:

Článok 1

Nariadenie (EHS) č. 2568/91 sa mení takto:

1. Článok 2a sa nahrádza takto:

„*Článok 2a*

1. Na účely tohto článku označuje ‚predávaný olivový olej‘ celkové množstvo olivového oleja a zvyškového olivového oleja príslušného členského štátu, ktorý sa v tomto štáte spotrebuje alebo sa z neho vyvezie.

([1]) Ú. v. EÚ L 299, 16.11.2007, s. 1.
([2]) Ú. v. ES L 248, 5.9.1991, s. 1.
([3]) Ú. v. EÚ L 228, 1.9.2009, s. 3.

2. Členské štáty zabezpečia selektívne a primerane časté vykonávanie kontrol zhody na základe analýzy rizík, aby sa zaistilo, že predávaný olivový olej je v súlade s deklarovanou kategóriou.

3. Kritéria na posúdenie rizík môžu zahŕňať aj:

a) kategóriu oleja, obdobie výroby, cenu oleja vzhľadom na cenu iných rastlinných olejov, postupy miešania a balenia, skladovacie zariadenia a podmienky, krajinu pôvodu, krajinu určenia, spôsob prepravy alebo objem zásielky;

b) pozíciu subjektov v obchodnom reťazci, objem a/alebo hodnotu oleja, ktorý predávajú, kategórie oleja, ktoré predávajú, druh vykonávanej podnikateľskej činnosti, ako je mletie, skladovanie, rafinovanie, miešanie, balenie alebo maloobchodný predaj;

c) zistenia z predchádzajúcich kontrol vrátane počtu a druhu zistených nedostatkov, obvyklej kvality predávaného oleja, úrovne používaného technického vybavenia;

d) spoľahlivosť systémov zaistenia kvality alebo systémov samokontroly subjektu týkajúcich sa dodržiavania obchodných noriem;

e) miesto vykonávania kontrol, najmä či ide o prvé miesto vstupu do Únie, posledné miesto výstupu z Únie alebo miesto výroby, balenia, nakladania alebo predaja oleja koncovému spotrebiteľovi;

f) akékoľvek ďalšie informácie, ktoré môžu poukazovať na riziko nedodržiavania noriem.

4. Členské štáty vopred ustanovia:

a) kritériá posúdenia rizika nedodržiavania obchodných noriem pri zásielkach;

b) na základe analýzy rizík pre každú rizikovú kategóriu minimálny počet subjektov alebo zásielok a/alebo množstiev, pri ktorých sa vykonajú kontroly zhody.

Ročne sa vykoná minimálne jedna kontrola zhody na tisíc ton predávaného olivového oleja v členskom štáte.

5. Členské štáty overujú súlad:

a) vykonaním analýz stanovených v prílohe I v ľubovoľnom poradí alebo

b) postupne v poradí stanovenom v prílohe Ib v rozhodovacom strome, až kým nedosiahnu jedno z riešení nachádzajúcich sa v rozhodovacom strome.“

2. Článok 3 sa nahrádza takto:

„*Článok 3*

Ak sa zistí, že určitý olej nezodpovedá jeho opisu kategórie, dotknutý členský štát uplatňuje bez toho, aby boli dotknuté akékoľvek iné pokuty, účinné, primerané a odrádzajúce sankcie, ktoré treba stanoviť vzhľadom na závažnosť zistených nezrovnalostí.

Pokiaľ sa pri kontrolách zistia výrazné nezrovnalosti, zvýšia členské štáty periodicitu kontrol, ktoré sa týkajú stupňa uvedenia na trh, kategórie oleja, pôvodu alebo iných kritérií.“

3. Vkladá sa tento článok 7a:

„*Článok 7a*

Fyzické alebo právnické osoby a skupiny osôb, ktoré skladujú olivový olej a zvyškový olivový olej od štádia extrakcie v mlyne až po štádium plnenia do fliaš na akékoľvek odborné alebo komerčné účely, sú povinné viesť evidenciu o vstupe a výstupe každej kategórie tohto oleja.

Členský štát zaistí riadne dodržiavanie povinnosti ustanovenej v prvom odseku.“

4. Článok 8 sa nahrádza takto:

„*Článok 8*

1. Členské štáty Komisii oznámia opatrenia na vykonávanie tohto nariadenia. Komisiu informujú o ich akýchkoľvek následných zmenách.

2. Najneskôr do 31. mája každého roku členské štáty predložia Komisii správu o zavádzaní tohto nariadenia za predchádzajúci kalendárny rok. Správa obsahuje minimálne výsledky kontrol zhody vykonaných na olivovom oleji podľa šablón stanovených v prílohe XXI.

3. Oznámenia uvedené v tomto nariadení sa podávajú podľa nariadenia Komisie (ES) č. 792/2009 (*).

(*) Ú. v. EÚ L 228, 1.9.2009, s. 3.“

5. Príloha IX sa nahrádza textom uvedeným v prílohe I k tomuto nariadeniu.

6. Príloha XVIII sa nahrádza textom uvedeným v prílohe II k tomuto nariadeniu.

7. Dopĺňa sa príloha XXI, ktorej text je stanovený v prílohe III k tomuto nariadeniu.

Článok 2

Toto nariadenie nadobúda účinnosť siedmym dňom po jeho uverejnení v *Úradnom vestníku Európskej únie*.

Uplatňuje sa od 1. januára 2014. Článok 8 ods. 2 sa však uplatňuje od 1. januára 2015.

Toto nariadenie je záväzné v celom rozsahu a priamo uplatniteľné vo všetkých členských štátoch.

V Bruseli 26. marca 2013

Za Komisiu

predseda

José Manuel BARROSO

PRÍLOHA I

„PRÍLOHA IX

SPEKTROFOTOMETRICKÉ SKÚMANIE V ULTRAFIALOVEJ OBLASTI

PREDSLOV

Spektrofotometrické skúmanie v ultrafialovej oblasti môže poskytnúť informácie o kvalite tuku, jeho stave uchovania a o zmenách, ktoré v ňom nastali počas technologických procesov.

Absorpcia pri vlnových dĺžkach špecifikovaných v metóde je spôsobená prítomnosťou konjugovaných diénových a triénových systémov. Tieto absorpcie sú vyjadrené ako špecifické extinkcie $E^{1\,\%}_{1\,cm}$ (extinkcia 1 % roztoku tuku v špecifikovanom rozpúšťadle, v kyvete hrubej 1 cm) obvykle určené ako K (uvádzané tiež ako ‚extinkčný koeficient').

1. ROZSAH PÔSOBNOSTI

Metóda opisuje postup vykonania spektrofotometrického testovania olivového oleja v ultrafialovej oblasti (ako je opísané v dodatku).

2. PRINCÍP METÓDY

Testovaný tuk sa rozpustí v požadovanom rozpúšťadle a extinkcia roztoku sa potom stanoví pri určenej vlnovej dĺžke so zreteľom na čisté rozpúšťadlo. Určité extinkcie sa vypočítavajú zo spektrofotometrických údajov. Vypočítava sa konkrétna absorbancia pri 232 nm a 268 nm v izo-oktáne alebo 232 nm a 270 nm v cyklohexáne pri koncentrácii 1 g na 100 ml v kyvete hrúbky 10 mm.

3. VYBAVENIE

3.1. Spektrometer na meranie extinkcie v ultrafialovej oblasti medzi 220 a 360 nm, s možnosťou odčítavania jednotlivých nanometrických jednotiek. Pred použitím spektrometra sa odporúča kontrola mierok vlnovej dĺžky a absorbancie podľa nasledujúceho postupu.

3.1.1. *Mierka vlnovej dĺžky:* možno ju skontrolovať pomocou referenčného materiálu pozostávajúceho z optického sklenéného filtra obsahujúceho oxid holmitý, ktorý odlíšené absorpčné pásma. Referenčný materiál je určený na overovanie a kalibráciu mierok vlnovej dĺžky spektrofotometrov vo viditeľnej a ultrafialovej oblasti, ktoré majú nominálne spektrálne šírky pásma 5 nm alebo menej. Holmiový sklenený filter sa meria v režime absorbancie oproti vzdušnej slepej vzorke, v rozsahu vlnových dĺžok 640 – 240 nm. V každej spektrálnej šírke pásma (0,10 – 0,25 – 0,50 – 1,00 – 1,50 – 2,00 a 3,00) sa vykonáva základná korekcia s prázdnym držiakom kyvety. Vlnové dĺžky spektrálnej šírky pásma sú uvedené v certifikáte referenčného materiálu v norme ISO 3656.

3.1.2. *Mierka absorbancie:* možno ju skontrolovať prostredníctvom referenčného materiálu pozostávajúceho zo 4 roztokov dvojchromanu draselného v kyseline chloristej uzavretých v štyroch UV kremenných kyvetách na meranie linearity a fotometrickej presnosti v ultrafialovej oblasti. Kyvety naplnené dvojchromanom draselným (40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml a 100 mg/ml) sa merajú oproti slepej vzorke kyseliny chloristej. Čisté hodnoty absorbancie sú uvedené v certifikáte referenčného materiálu v norme ISO 3656.

3.2. Pravouhlé kremenné kyvety, s krytom, s optickou dĺžkou 1 cm. Keď sa kyvety naplnia vodou alebo iným vhodným rozpúšťadlom, nemali by medzi sebou vykazovať rozdiel väčší ako 0,01 jednotky extinkcie.

3.3. 25 ml odmerná banka.

3.4. Analytické váhy s presnosťou 0,0001 g.

4. ČINIDLÁ

Ak nie je stanovené inak, používajte len činidlá uznanej analytickej kvality.

Rozpúšťadlo: izo-oktán (2,2,4-trimetylpentán) na meranie pri 232 nm a 268 nm alebo cyklohexán na meranie pri 232 nm a 270 nm, s absorbanciou menej ako 0,12 pri 232 nm a menej ako 0,05 pri 250 nm oproti destilovanej vode, merané v kyvete hrúbky 10 mm.

5. POSTUP

5.1. Skúmaná vzorka musí byť dokonale homogénna a bez podozrivých nečistôt. Oleje kvapalné pri izbovej teplote sa prefiltrujú cez papier pri teplote približne 30 °C, tuhé tuky sa zhomogenizujú a prefiltrujú sa pri teplote najviac 10 °C nad bodom topenia.

5.2. Presne odvážte približne 0,25 g (s presnosťou na 1 mg) takto pripravenej vzorky do 25 ml odmernej banky, doplňte určeným rozpúšťadlom po značku a zhomogenizujte. Výsledný roztok musí byť úplne priezračný. Ak je prítomná opalescencia alebo zákal, rýchlo roztok prefiltrujte cez papier.

5.3. Získaným roztokom naplňte kremennú kyvetu a za použitia rozpúšťadla na porovnanie zmerajte extinkciu pri vhodnej vlnovej dĺžke medzi 232 – 276 nm.

Namerané hodnoty sa musia nachádzať v rozsahu od 0,1 do 0,8. Ak nie, merania sa musia zopakovať za použitia koncentrovanejších alebo zriedenejších roztokov, ak je to vhodné.

POZNÁMKA: Nie je potrebné merať absorbanciu v celom rozsahu vlnových dĺžok.

6. VYJADRENIE VÝSLEDKOV

6.1. Zaznamenajte špecifické extinkcie (extinkčné koeficienty) pri rôznych vlnových dĺžkach, ktoré sa vypočítajú takto:

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

kde:

Kλ = špecifická extinkcia pri vlnovej dĺžke λ,

Eλ = nameraná extinkcia pri vlnovej dĺžke λ,

c = koncentrácia roztoku v g/100 ml,

s = hrúbka kremennej kyvety v cm.

Výsledky sa uvádzajú na dve desatinné miesta.

6.2. **Rozdiel špecifickej extinkcie (ΔK)**

Spektrofotometrická analýza olivového oleja v súlade s oficiálnou metódou v právnych predpisoch Únie zahŕňa stanovenie rozdielu absolútnej hodnoty špecifickej extinkcie (ΔK), ktorý je vyjadrený vzorcom:

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

kde Km je špecifická extinkcia pri vlnovej dĺžke m, vlnová dĺžka pre maximálnu absorpciu závisí od použitého rozpúšťadla: 270 pre cyklohexán a 268 pre izo-oktán.

Dodatok

CHARAKTERISTIKY OLIVOVÉHO OLEJA

	Kategória	Metylestery mastných kyselín (FAME) a etylestery mastných kyselín (FAEE)	Kyslosť (%) (*)	Peroxidové číslo mEq 02/kg (*)	Vosky mg/kg (**)	2-glyceril monopalmitát (%)	Stigmastadién mg/kg (1)	Rozdiel medzi HPLC ECN42 ateoretickým výpočtom ECN42	K_{232} (*)	K_{270} (*) ,K 270 alebo K268 (5)'-	ΔK (*) (5)	Organoleptické hodnotenie Medián defektov (Md) (*)	Organoleptické hodnotenie Medián ovocnosti (Mf) (*)
1.	Extra panenský olivový olej	Σ FAME + FAEE ≤75 mg/kg alebo 75 mg/kg <Σ FAME + FAEE ≤150 mg/kg a (FAEE/FAME) ≤1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 ak je % kyseliny palmitovej celkovo ≤ 14 % ≤ 1,0 ak je % kyseliny palmitovej celkovo > 14%	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
2.	Panenský olivový olej	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 ak je % kyseliny palmitovej celkovo ≤ 14% ≤ 1,0 ak je % kyseliny palmitovej celkovo > 14%	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
3.	Lampantový olivový olej	—	> 2,0	—	≤ 300 (3)	≤ 0,9 ak je % kyseliny palmitovej celkovo ≤ 14 % ≤ 1,1 ak je % kyseliny palmitovej celkovo > 14%	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 (2)	—
4.	Rafinovaný olivový olej	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9 ak je % kyseliny palmitovej celkovo ≤ 14 % ≤ 1,1 ak je % kyseliny palmitovej celkovo > 14%	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
5.	Zmiešaný olivový olej z rafinovaných olivových olejov a panenských olivových olejov	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9 ak je % kyseliny palmitovej celkovo ≤ 14 % ≤ 1,0 ak je % kyseliny palmitovej celkovo > 14%	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
6.	Surový zvyškový olivový olej	—	—	—	> 350 (4)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7.	Rafinovaný zvyškový olivový olej	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8.	Zvyškový olivový olej		≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(1) Súčet izomérov, ktoré mohli (alebo nemohli) byť oddelené kapilárnou kolónou.
(2) Alebo ak je medián defektov najviac 3,5 a medián ovocnosti je rovný 0.
(3) Oleje s obsahom voskov 300 mg/kg – 350 mg/kg sa považujú za lampantový olivový olej, ak je celkový obsah alifatických alkoholov najviac 350 mg/kg alebo ak je obsah erytrodiolu a uvaolu najviac 3,5 %.
(4) Oleje s obsahom voskov 300 mg/kg – 350 mg/kg sa považujú za surový zvyškový olivový olej, ak je celkový obsah alifatických alkoholov vyšší ako 350 mg/kg a ak je obsah erytrodiolu a uvaolu vyšší ako 3,5 %.
(5) K 270 s rozpúšťadlom cyklohexán, K 268 s rozpúšťadlom izo-oktán.“

PRÍLOHA II

„PRÍLOHA XVIII

STANOVENIE ROZDIELU MEDZI SKUTOČNÝM A TEORETICKÝM OBSAHOM TRIGLYCERIDOV S ECN 42

1. ROZSAH PÔSOBNOSTI

Stanovenie absolútneho rozdielu medzi experimentálnymi hodnotami triglyceridov (TAG) s ekvivalentným počtom uhlíkov 42 ($ECN42_{HPLC}$) získanými vysokoúčinnou kvapalinovou chromatografiou v oleji a teoretickou hodnotou TAG s ekvivalentným počtom uhlíkov 42 ($ECN\ 42_{teoretické}$) vypočítanou zo zloženia mastných kyselín.

2. OBLASŤ POUŽITIA

Táto technická norma sa vzťahuje na olivové oleje. Metóda sa uplatňuje pri zisťovaní prítomnosti malých množstiev olejov zo semien (bohatých na kyselinu linolovú) vo všetkých triedach olivového oleja.

3. ZÁSADA

Obsah triglyceridov s ECN 42 určený analýzou HPLC a teoretický obsah triglyceridov s ECN 42 (vypočítaný na základe určenia zloženia mastných kyselín pomocou chromatografie GLC) v určitom limite zodpovedá pravému olivovému oleju. Rozdiel väčší než schválené hodnoty pre jednotlivé typy poukazuje na to, že olej obsahuje oleje zo semien.

4. METÓDA

Metóda výpočtu teoretického obsahu triglyceridov s ECN 42 a rozdiel vzhľadom na údaje získané pri HPLC v podstate vychádza z koordinácie analytických údajov získaných prostredníctvom iných metód. Možno rozlišovať tri fázy: stanovenie zloženia mastných kyselín kapilárnou plynovou chromatografiou, výpočet teoretického zloženia triglyceridov s ECN 42, stanovenie triglyceridov s ECN 42 analýzou HPLC.

4.1. **Vybavenie**

4.1.1. Banky s guľatým dnom, 250 ml a 500 ml.

4.1.2. Kadičky, 100 ml.

4.1.3. Sklenená chromatografická kolóna s 21 mm vnútorným priemerom, 450 mm dlhá, navrchu s kohútikom a normalizovaným vnútorným (typu ‚female') kónusom.

4.1.4. 250 ml oddeľovacie lieviky s normalizovaným vonkajším (typu ‚male') kónusom na spodku, vhodné na pripojenie k vrchnej časti kolóny.

4.1.5. 600 mm sklenená tyčinka.

4.1.6. Sklenený lievik priemeru 80 mm.

4.1.7. Odmerné banky, 50 ml.

4.1.8. Odmerné banky, 20 ml.

4.1.9. Rotačná odparka.

4.1.10. Vysokoúčinný kvapalinový chromatograf s možnosťou termostatickej kontroly teploty kolóny.

4.1.11. Dávkovacie zariadenia s 10 µl dávkovaním.

4.1.12. Detektor: diferenciálny refraktometer. Citlivosť na celý rozsah by mala byť aspoň 10^{-4} jednotiek indexu lomu.

4.1.13. Kolóna: 250 mm dlhá rúrka z antikorovej ocele s vnútorným priemerom 4,5 mm, naplnená časticami oxidu kremičitého s priemerom 5 µm a s 22 – 23 % uhlíka vo forme oktadecysilánu.

4.1.14. Softvér na spracovanie údajov.

4.1.15. Ampulky s objemom približne 2 ml, teflónovými priehradkami a skrutkovacími uzávermi.

4.2. **Činidlá**

Činidlá by mali byť čistoty p. a. (pre analýzu). Elučné rozpúšťadlá by mali byť odplynené a možno ich použiť niekoľkokrát bez vplyvu na separáciu.

4.2.1. Petroléter (40 – 60 °C) chromatografickej kvality alebo hexán.

4.2.2. Etyléter čerstvo destilovaný bez obsahu peroxidu.

4.2.3. Elučné rozpúšťadlo na prečistenie oleja zmesou stĺpcovej chromatografie petroléter/etyléter v pomere objemov 87/13 (v/v).

4.2.4. Silikagél 70 – 230 meš, Merck 7734 so štandardizovaným obsahom vody 5 % (hm).

4.2.5. Sklená vata.

4.2.6. Acetón na HPLC.

4.2.7. Acetonitril alebo propionitril na HPLC.

4.2.8. Elučné rozpúšťadlo HPLC: acetonitril + acetón (pomery sa prispôsobia vzhľadom na získanie požadovanej separácie; začnite so zmesou 50: 50) alebo propionitril.

4.2.9. Solubilizačné rozpúšťadlo: acetón.

4.2.10. Referenčné triglyceridy: je možné použiť obchodné triglyceridy (tripalmitín, trioleín atď.) a získané retenčné časy podľa ekvivalentného počtu uhlíkov alebo alternatívne porovnávacie chromatogramy získané zo sójového oleja, zmesi sójového a olivového oleja 30: 70 a čistého olivového oleja (pozri poznámky 1 a 2 a obrázky 1 – 4).

4.2.11. Extrakčná kolóna s pevnou fázou so silikagélom 1 g, 6 ml.

4.3. **Príprava vzorky**

Keďže množstvo interferujúcich látok môže spôsobiť nesprávne pozitívne výsledky, vzorku je nutné vždy prečistiť podľa metódy IUPAC č. 2.507, ktorá sa používa na stanovenie polárnych zlúčenín v tukoch na vyprážanie.

4.3.1. *Príprava chromatografickej kolóny*

Naplňte kolónu (4.1.3.) približne 30 ml elučného rozpúšťadla (4.2.3.), potom do kolóny vložte malé množstvo sklenej vaty (4.2.5.) a sklenenou tyčkou (4.1.5.) ju zatlačte na dno kolóny.

V 100 ml kadičke suspendujte 25 g silikagélu (4.2.4) v 80 ml elučnej zmesi (4.2.3) a pomocou skleneného lievika (4.1.6) ju vlejte do kolóny.

Na zabezpečenie úplného preliatia silikagélu do kolóny umyte kadičku elučnou zmesou a do kolóny vylejte aj dávky z umývania.

Otvorte kohútik a nechajte rozpúšťadlo eluovať, kým jeho hladina nedosahuje približne 1 cm nad silikagél.

4.3.2. *Stĺpcová chromatografia*

S presnosťou na 0,001 g navážte do banky s objemom 50 ml (4.1.7.) 2,5 ± 0,1 g prefiltrovaného, homogenizovaného a v prípade potreby odvodneného oleja.

Rozpustite ho približne v 20 ml elučného rozpúšťadla (4.2.3). Ak je to nutné, mierne ho zahrejte, aby sa uľahčilo rozpúšťanie. Ochlaďte na teplotu miestnosti a pomocou elučného rozpúšťadla upravte objem.

Odmernou pipetou vlejte do kolóny 20 ml roztoku pripraveného podľa bodu 4.3.1., otvorte kohútik a nechajte rozpúšťadlo eluovať na úroveň vrstvy silikagélu.

Potom eluujte so 150 ml elučného rozpúšťadla (4.2.3.) s upraveným prienikom rozpúšťadla približne 2 ml/min (prienik 150 ml cez kolónu bude trvať približne 60 – 70 minút).

Eluát odoberte do 250 ml banky s okrúhlym dnom (4.1.1.) vysušenej v sušičke a presne odváženej. Rozpúšťadlo eliminujte pri zníženom tlaku v rotačnej odparke (4.1.9) a odvážte zvyšok, ktorý sa použije na prípravu roztoku na analýzu HPLC a na prípravu metylesteru.

Vzorka získaná z kolóny musí v prípade kategórií extra panenského, panenského, bežného, rafinovaného a olivového oleja dosahovať minimálne 90 % a v prípade lampantového oleja a zvyškového oleja minimálne 80 %.

4.3.3. *Prečistenie SPE*

Silikagelová kolóna SPE sa aktivuje priechodom 6 ml hexánu (4.2.3) vo vákuu, aby sa zabránilo vysušeniu.

S presnosťou 0,001 g navážte do 2 ml ampulky (4.1.15) 0,12 g a rozpustite v 0,5 ml hexánu (4.2.3).

Vlejte roztok do kolóny SPE a eluujte vo vákuu s 10 ml hexán-dietyléteru (v objemovom pomere 87: 13) (4.2.3).

Zachytenú frakciu odparte dosucha v rotačnej odparke (4.1.9) pri zníženom tlaku pri izbovej teplote. Zvyšok rozpustite v 2 ml acetónu (4.2.6) na analýzu triglyceridov.

4.4. **Analýza HPLC**

4.4.1. *Príprava vzoriek na chromatografickú analýzu*

5 % roztok vzorky, ktorá sa bude analyzovať, pripravíte tak, že odvážite 0,5 ± 0,001 g vzorky do 10 ml odmernej banky a doplníte na objem 10 ml solubilizačným rozpúšťadlom (4.2.9.).

4.4.2. *Postup*

Nastavte podmienky na chromatografickom systéme. Pumpujte mobilnú fázu (elučné rozpúšťadlo) (4.2.8) v pomere 1,5 ml/min, aby sa prečistil celý systém. Počkajte, kým nedosiahnete stabilnú základnú líniu.

Nadávkujte 10 µl vzorky pripravenej tak, ako je opísane v bode 4.3.

4.4.3. *Výpočet a vyjadrenie výsledkov*

Použite metódu normalizácie plochy, t. j. predpokladá sa, že suma plôch píkov zodpovedajúcich triglyceridom s ECN 42 – ECN 52 sa rovná 100 %.

Vypočítajte pomerné percentá pre každý triglycerid pomocou tohto vzorca:

% triglyceridu = plocha píku × 100/suma plôch píkov.

Výsledky sa uvádzajú najmenej na dve desatinné miesta.

Pozri poznámky č. 1 – 4.

4.5. **Výpočet zloženia triglyceridov (% mol) z údajov o zložení mastných kyselín (% plochy)**

4.5.1. *Stanovenie zloženia mastných kyselín*

Zloženie mastných kyselín sa stanovuje podľa normy ISO 5508 kapilárnou kolónou. Metylestery sa pripravujú podľa COI/T.20/č. dok. 24.

4.5.2. *Vypočítavané mastné kyseliny*

Glyceridy sa zoskupujú podľa svojho ekvivalentného počtu uhlíkov (ECN), pričom sa berie do úvahy nasledujúca ekvivalencia medzi ECN a mastnými kyselinami. Do úvahy sa berú len mastné kyseliny so 16 a 18 atómami uhlíka, keďže len tieto kyseliny sú významné pre olivový olej. Mastné kyseliny sa normalizujú na 100 %.

Mastná kyselina (FA)	Skratka	Molekulová hmotnosť (MW)	ECN
Kyselina palmitová	P	256,4	16
Kyselina palmitolejová	Po	254,4	14
Kyselina stearová	S	284,5	18
Kyselina olejová	O	282,5	16
Kyselina linolová	L	280,4	14
Kyselina linolénová	Ln	278,4	12

4.5.3. *Prepočet % plochy na moly pre mastné kyseliny (1)*

$$\text{mol P} = \frac{\%\ \text{plochy P}}{\text{MW P}} \qquad \text{mol S} = \frac{\%\ \text{plochy S}}{\text{MW S}} \qquad \text{mol Po} = \frac{\%\ \text{plochy Po}}{\text{MW Po}}$$

$$\text{mol O} = \frac{\%\ \text{plochy O}}{\text{MW O}} \qquad \text{mol L} = \frac{\%\ \text{plochy L}}{\text{MW L}} \qquad \text{mol Ln} = \frac{\%\ \text{plochy Ln}}{\text{MW Ln}}$$

4.5.4. *Normalizácia molov mastných kyselín na 100 % (2)*

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

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

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

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

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

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

Výsledok vyjadruje percentuálny obsah mastných kyselín v molárnych percentách vo všetkých polohách (1, 2, 3) TAG.

Suma nasýtených mastných kyselín P a S (SFA) a nenasýtených mastných kyselín Po, O, L a Ln (UFA) sa potom vypočíta (3):

$$\%\ \text{mol SFA} = \%\ \text{mol P} + \%\ \text{mol S}$$

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

4.5.5. *Výpočet zloženia mastných kyselín v polohách 2 a 1, 3 triglyceridov*

Mastné kyseliny sa rozdeľujú do týchto troch skupín: jedna skupina v polohe 2 a dve rovnaké skupiny v polohách 1 a 3 s rozličnými koeficientmi nasýtených (P a S) a nenasýtených kyselín (Po, O, L a Ln).

4.5.5.1. Nasýtené mastné kyseliny v polohe 2 [P(2) a S(2)] (4):

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

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

4.5.5.2. Nenasýtené mastné kyseliny v polohe 2 [Po(2), O(2), L(2) a Ln(2)] (5):

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

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

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

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

4.5.5.3. Mastné kyseliny v polohách 1,3 [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) a Ln(1,3)] (6):

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

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

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

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

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

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

4.5.6. *Výpočet triglyceridov*

4.5.6.1. TAG s jednou mastnou kyselinou (AAA, tu LLL, PoPoPo) (7):

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

4.5.6.2. TAG s dvoma mastnými kyselinami (AAB, tu PoPoL, PoLL) (8):

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

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

4.5.6.3. TAG s troma rôznymi mastnými kyselinami (ABC, tu OLLn, PLLn, PoOLn, PPoLn) (9):

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

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

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

4.5.6.4. Triglyceridy s ECN42

Triglyceridy ECN42 sa vypočítajú podľa rovníc 7, 8 a 9 a sú dané poradím predpokladanej elúcie v HPLC (zvyčajne len tri píky).

LLL

PoLL a polohový izomér LPoL

OLLn a polohové izoméry OLnL a LnOL

PoPoL a polohový izomér PoLPo

PoOLn a polohové izoméry OPoLn a OLnPo

PLLn a polohové izoméry LLnP a LnPL

PoPoPo

SLnLn a polohový izomér LnSLn

PPoLn a polohové izoméry PLnPo a PoPLn

Triglyceridy s ECN42 sú dané sumou deviatich triglyceridov vrátane ich polohových izomérov. Výsledky sa uvádzajú najmenej na dve desatinné miesta.

5. VYHODNOTENIE VÝSLEDKOV

Porovnáva sa vypočítaný teoretický obsah a obsah stanovený analýzou HPLC. Ak je absolútna hodnota rozdielu údajov z analýzy HPLC po odpočítaní teoretických údajov vyššia ako medzné hodnoty pre príslušnú kategóriu oleja uvedené v norme, vzorka obsahuje olej zo semien.

Výsledky sa uvádzajú na dve desatinné miesta.

6. PRÍKLAD (ČÍSLA SA VZŤAHUJÚ NA ČASTI TEXTU OPISU METÓDY)

— 4.5.1. *Výpočet molárnych percent mastných kyselín z údajov GLC (% normalizovanej plochy)*

Metódou GLC sa získali tieto údaje o zložení mastných kyselín:

Mastná kyselina	P	S	Po	O	L	Ln
MW	256,4	284,5	254,4	282,5	280,4	278,4
% plochy	10,0	3,0	1,0	75,0	10,0	1,0

— 4.5.3 *Prepočet % plochy na moly pre mastné kyseliny [pozri vzorec (1)]*

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

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

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

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

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

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

Spolu = 0,35821 mol TAG

— 4.5.4 *Normalizácia molov mastných kyselín na 100 % [pozri vzorec (2)]*

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

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

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

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

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

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

Spolu % mol = 100 %

Suma nasýtených a nenasýtených mastných kyselín v polohe 1,2,3 TAG [pozri vzorec (3)]:

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

% mol UFA = 100,000 % – 13,829 % = **86,171 %**

— 4.5.5 *Výpočet zloženia mastných kyselín v polohe 2 a polohe 1,3 TAG*

— 4.5.5.1 Nasýtené mastné kyseliny v polohe 2 [P(2) a S(2)] [pozri vzorec (4)]

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

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

— 4.5.5.2 Nenasýtené mastné kyseliny v polohe 2 [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) a Ln(1,3)] [pozri vzorec (5)]

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

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

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

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

— 4.5.5.3 Mastné kyseliny v polohách 1,3 [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) a Ln(1,3)] [pozri vzorec (6)]

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

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

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

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

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

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

— 4.5.6. *Výpočet triglyceridov*

Výpočet zloženia mastných kyselín (FA) v polohách sn-2 a sn-1,3

FA v	pol 1,3	pol 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 %
Spolu	100,0 %	100,0 %

vypočítavajú sa tieto triglyceridy:

LLL

PoPoPo

PoLL s 1 polohovým izomérom

SLnLn s 1 polohovým izomérom

PoPoL s 1 polohovým izomérom

PPoLn s 2 polohovými izomérmi

OLLn s 2 polohovými izomérmi

PLLn s 2 polohovými izomérmi

PoOLn s 2 polohovými izomérmi

— 4.5.6.1. TAG s jednou mastnou kyselinou (LLL, PoPoPo) [pozri vzorec (7)]

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

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

— 4.5.6.2 TAG s dvoma mastnými kyselinami (PoLL, SLnLn, PoPoL) [pozri vzorec (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 TAG s troma rôznymi mastnými kyselinami (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn) pozri vzorec (9)

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

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

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

0,00761 mol PPoLn

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

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

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

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

ECN42 = 0,69512 mol TAG

Poznámka 1: elučné poradie sa môže stanoviť vypočítaním ekvivalentných uhlíkových čísel, často definovaných vzorcom ECN = KN – 2n, kde KN je počet uhlíkov a n je počet dvojitých väzieb; oveľa presnejšie sa poradie vypočíta, ak sa do výpočtu zahrnie počet pôvodných dvojitých väzieb. Ak n_o, n_l a n_{ln} sú počty dvojitých väzieb vlastných kyselinám olejovej, linolovej, prípadne linolénovej, ekvivalentný počet uhlíkov je možné vypočítať pomocou vzorca:

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

kde koeficienty d_o, d_l a d_{ln} sa môžu vypočítať pomocou referenčných triglyceridov. Podľa podmienok presne vymedzených v tejto metóde sa získaná väzba bude približovať k:

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

Poznámka 2: pri niekoľkých referenčných triglyceridoch je možné vypočítať rozlíšenie vzhľadom na trioleín:

$$\alpha = RT^1/RT \text{ trioleín}$$

použitím redukovaného retenčného času RT^1 = RT – RT rozpúšťadlo

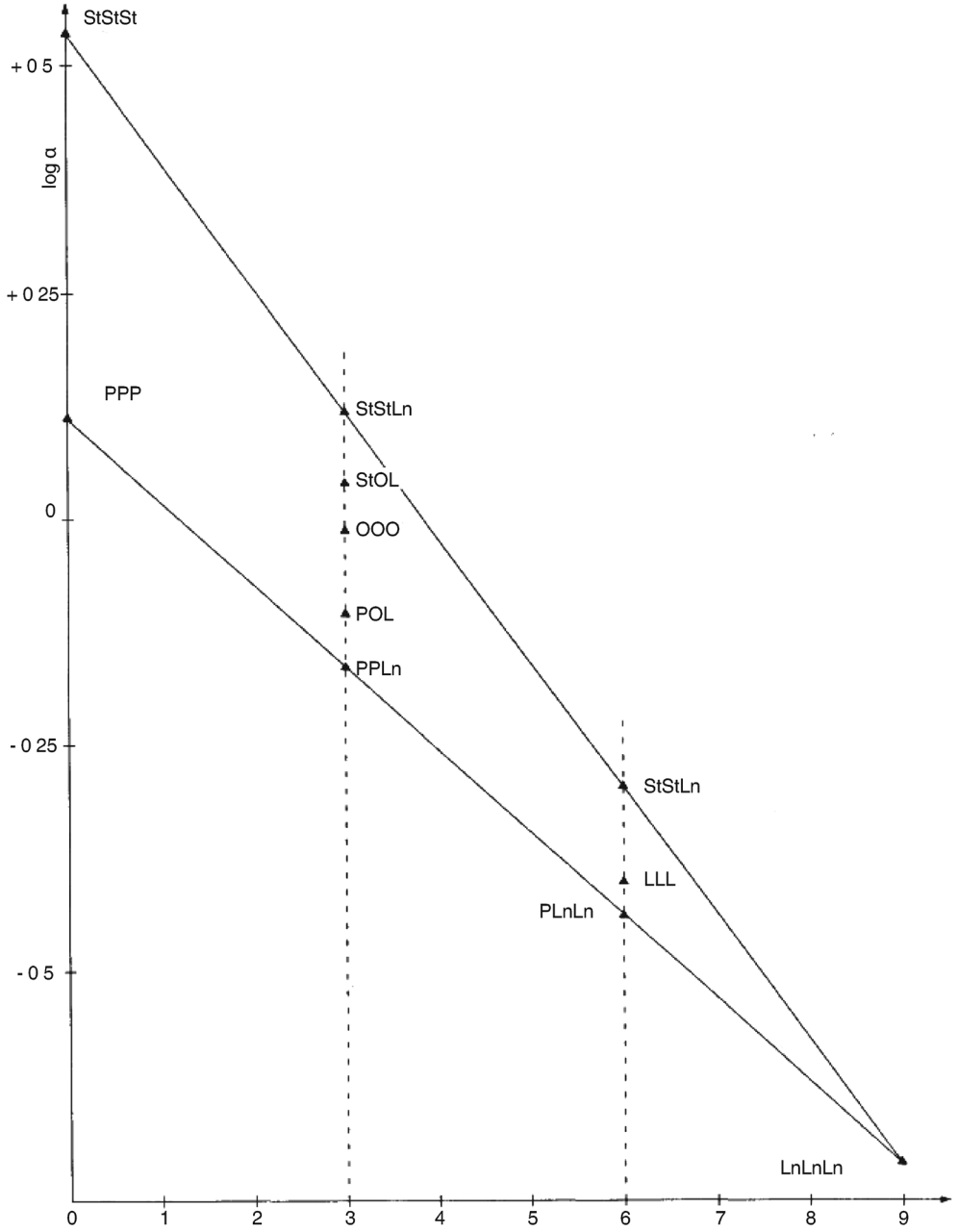
Graf log a oproti f (počet dvojitých väzieb) umožňuje stanoviť retenčné hodnoty pre všetky triglyceridy mastných kyselín obsiahnuté v referenčných triglyceridoch – pozri obrázok 1.

Poznámka 3: účinnosť kolóny by mala umožniť jasnú separáciu píku trilinoleínu od píkov triglyceridov s blízkym retenčným časom RT. Elúcia sa vykonáva po pík ECN 52.

Poznámka 4: správnosť merania plôch všetkých píkov aktuálneho stanovenia je zabezpečená vtedy, ak druhý pík zodpovedajúci ECN 50 dosahuje 50 % celej stupnice zapisovača.

Obrázok 1

Graf log a voči f (počet dvojitých väzieb)



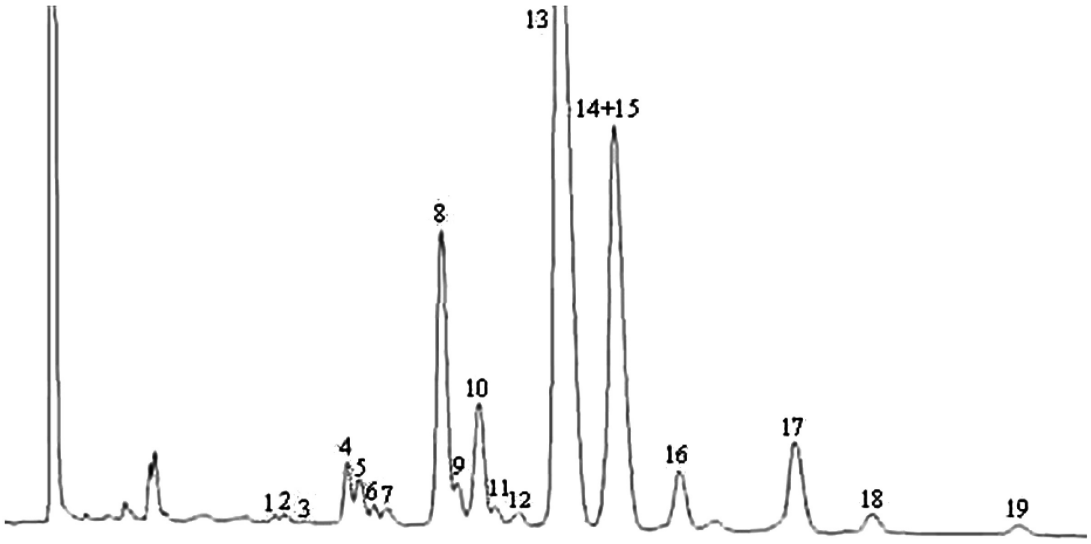
Počet dvojitých väzieb

La: kyselina laurová; My: kyselina myristová; P: kyselina palmitová; S: kyselina stearová; O: kyselina olejová; L: kyselina linolová; Ln: kyselina linolénová

Obrázok 2

Olivový olej s nízkym obsahom kyseliny linolovej

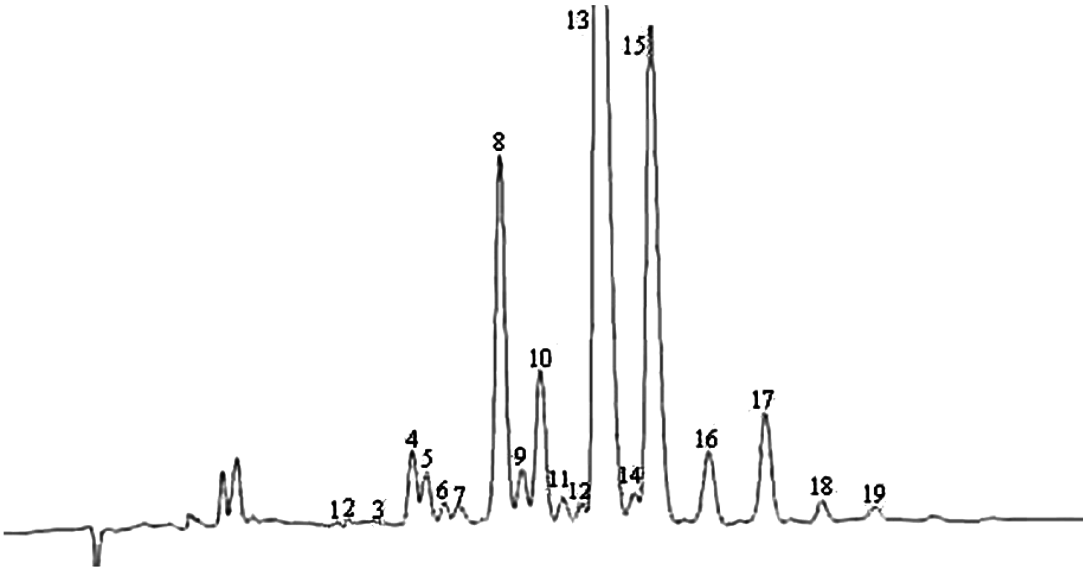
a



S rozpúšťadlom: acetón/acetonitril

PROFIL a: hlavné zložky chromatografických píkov: **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



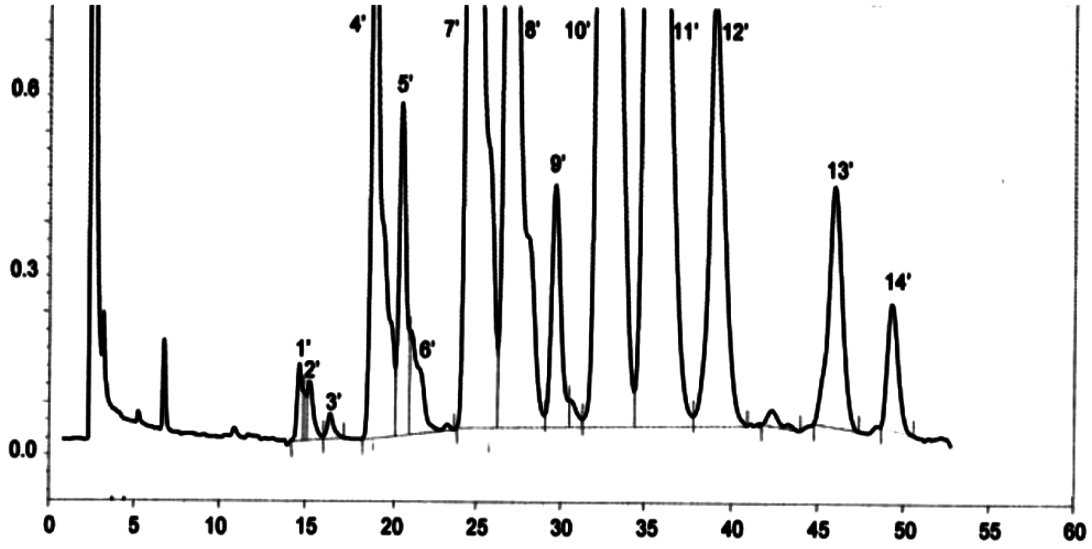
S rozpúšťadlom: propionitril

PROFIL b: hlavné zložky chromatografických píkov: **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.

Obrázok 3

Olivový olej s vysokým obsahom kyseliny linolovej

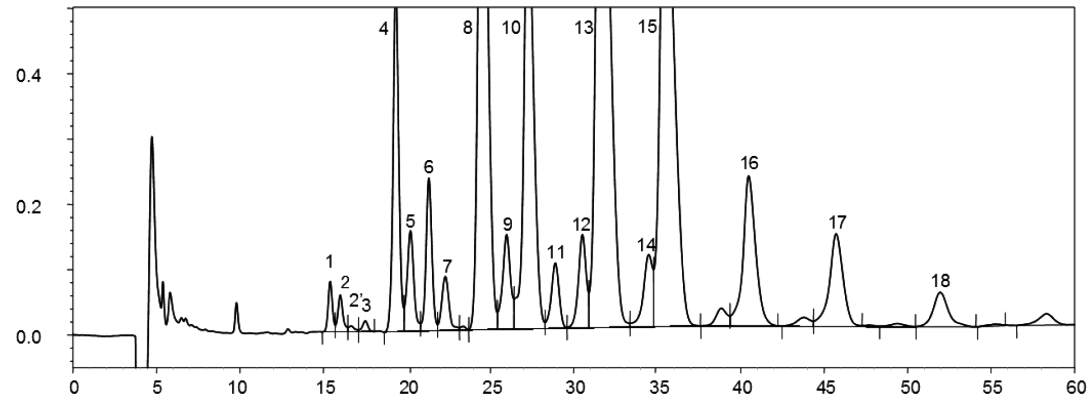
a



S rozpúšťadlom: acetón/acetonitril (50: 50)

Profil a: hlavné zložky chromatografických píkov: **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



S rozpúšťadlom: propionitril

Profil b: hlavné zložky chromatografických píkov: **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."

PRÍLOHA III

„PRÍLOHA XXI

Výsledky kontrol zhody vykonaných na olivovom oleji podľa článku 8 ods. 2

				Označovanie						Chemické parametre			Organoleptické vlastnosti (4)			Záverečné poznámky	
Vzorka	Kategória	Krajina pôvodu	Miesto kontroly (1)	Oficiálny názov	Označenie pôvodu	Podmienky skladovania	Chybné informácie	Čitateľnosť	C/NC (3)	Parametre mimo medzných hodnôt Á/N	Ak áno, uveďte ktoré (2)	C/NC (3)	Medián defektov	Medián ovocnosti	C/NC (3)	Požadované opatrenia	Sankcie

(1) Vnútorný trh (mlyn, plnenie do fliaš, maloobchodný predaj), vývoz, dovoz.
(2) Každá charakteristika olivového oleja stanovená v prílohe I má kód.
(3) Spĺňa/nespĺňa.
(4) Nevyžaduje sa pre olivový olej a zvyškový olej.“