IZVEDBENA UREDBA KOMISIJE (EU) št. 299/2013

z dne 26. marca 2013

o spremembi Uredbe (EGS) št. 2568/91 o značilnostih oljčnega olja in olja iz oljčnih tropin ter o ustreznih analiznih metodah

EVROPSKA KOMISIJA JE –

ob upoštevanju Pogodbe o delovanju Evropske unije,

ob upoštevanju Uredbe Sveta (ES) št. 1234/2007 z dne 22. oktobra 2007 o vzpostavitvi skupne ureditve kmetijskih trgov in o posebnih določbah za nekatere kmetijske proizvode („Uredba o enotni SUT“) ([1]) ter zlasti člena 113(1)(a) in točke (a) prvega odstavka člena 121 v povezavi s členom 4 Uredbe,

ob upoštevanju naslednjega:

(1) Uredba Komisije (EGS) št. 2568/91 z dne 11. julija 1991 o značilnostih oljčnega olja in olja iz oljčnih tropin ter o ustreznih analiznih metodah ([2]) opredeljuje kemijske in senzorične značilnosti oljčnega olja in olja iz oljčnih tropin ter metode ocenjevanja teh značilnosti. Navedene metode bi bilo treba posodobiti ob upoštevanju mnenja kemijskih strokovnjakov in v skladu z opravljenim delom v okviru Mednarodnega sveta za oljke (v nadaljnjem besedilu: IOC).

(2) Države članice morajo v skladu s členom 113(3) Uredbe (ES) št. 1234/2007 preveriti, ali oljčno olje in olje iz oljčnih tropin ustrezata tržnim standardom iz Uredbe (EGS) št. 2568/91, in po potrebi uporabiti kazni. Podrobna pravila za navedena preverjanja skladnosti so določena v členih 2 in 2a Uredbe (EGS) št. 2568/91. Navedena pravila bi morala zagotavljati, da oljčno olje, za katero je bil določen standard kakovosti, dejansko ustreza navedenemu standardu. Pravila bi bilo treba podrobneje določiti, vključno z analizo tveganja. Za namene navedenih preverjanj skladnosti bi bilo treba opredeliti pojem „oljčno olje, dano na trg“.

(3) Izkušnje so pokazale nekatere nevarnosti goljufij, ki ovirajo poln učinek varstva potrošnikov na podlagi Uredbe (EGS) št. 2568/91. Imetniki oljčnega olja bi zato morali za vsako kategorijo olja voditi evidenco dobav in izdanih količin. Da bi preprečili pretirano upravno breme in pri tem ne škodovali ciljem registra oljčnega olja, bi moralo biti zbiranje informacij do faze polnjenja oljčnega olja v steklenice omejeno.

(4) Da bi zagotovili nadaljnje spremljanje in ocenili ukrepe iz Uredbe (EGS) št. 2568/91, bi morale države članice ne samo uradno obvestiti Komisijo o nacionalnih izvedbenih ukrepih, temveč ji tudi poročati o rezultatih preverjanj skladnosti.

(5) Da bi nadaljevali usklajevanje z mednarodnimi standardi, ki jih je določil IOC, bi bilo treba nekatere analizne metode iz Uredbe (EGS) št. 2568/91 posodobiti. Analizno metodo iz Priloge XVIII k navedeni uredbi bi bilo torej treba nadomestiti z učinkovitejšo metodo. Primerno je tudi, da se odpravijo nekatere nedoslednosti in pomanjkljivosti analiznih metod iz Priloge IX k Uredbi.

(6) Države članice potrebujejo prehodno obdobje, da lahko začnejo uporabljati nova pravila iz te uredbe.

(7) Komisija je razvila informacijski sistem, ki omogoča elektronsko upravljanje dokumentov in postopkov v okviru lastnih notranjih delovnih postopkov in odnosov z organi, pristojnimi za skupno kmetijsko politiko. Šteje se, da je mogoče z navedenim sistemom izpolniti obveznosti obveščanja iz Uredbe (EGS) št. 2568/91 v skladu z Uredbo Komisije (ES) št. 792/2009 z dne 31. avgusta 2009 o določitvi podrobnih pravil za pošiljanje informacij in dokumentov držav članic Komisiji pri izvajanju skupnih tržnih ureditev, sheme neposrednih plačil, promocije kmetijskih proizvodov in shem, ki veljajo za najbolj oddaljene regije in manjše egejske otoke ([3]).

(8) Uredbo (EGS) št. 2568/91 bi bilo zato treba ustrezno spremeniti.

(9) Upravljalni odbor za skupno ureditev kmetijskih trgov svojega mnenja ni podal v roku, ki ga je določil njegov predsednik –

SPREJELA NASLEDNJO UREDBO:

Člen 1

Uredba (EGS) št. 2568/91 se spremeni:

1. člen 2a se nadomesti z naslednjim:

„*Člen 2a*

1. Za namene tega člena ‚oljčno olje, dano na trg‘ pomeni skupno količino oljčnega olja in olja iz oljčnih tropin posamezne države članice, ki se porabi v navedeni državi članici ali se iz nje izvozi.

([1]) UL L 299, 16.11.2007, str. 1.
([2]) UL L 248, 5.9.1991, str. 1.
([3]) UL L 228, 1.9.2009, str. 3.

2. Države članice zagotovijo, da se na podlagi analize tveganja selektivno in dovolj pogosto opravijo preverjanja skladnosti, in tako zagotovijo, da je oljčno olje, dano na trg, skladno z deklarirano kategorijo.

3. Merila za ocenjevanje tveganja lahko vključujejo:

(a) kategorijo olja, čas proizvodnje, ceno olja v primerjavi z drugimi rastlinskimi olji, mešanje in pakiranje, skladiščne prostore in razmere, državo porekla, namembno državo, prevozno sredstvo ali količino serije;

(b) položaj izvajalcev v tržni verigi, količino in/ali vrednost, ki jo tržijo, razpon kategorij olja, ki jih tržijo, vrsto dejavnosti, ki se izvajajo, kot so mletje, skladiščenje, rafiniranje, mešanje, pakiranje ali prodaja na drobno;

(c) ugotovitve iz prejšnjih pregledov, vključno s številom in vrsto ugotovljenih pomanjkljivosti, običajno kakovost olja, danega na trg, učinkovitost uporabljene tehnične opreme;

(d) zanesljivost sistemov izvajalcev za zagotavljanje kakovosti ali samonadzor v zvezi s skladnostjo s tržnimi standardi;

(e) mesto, kjer se opravi preverjanje, zlasti, če je to mesto prvega vstopa v Unijo, mesto zadnjega izstopa iz Unije, ali mesto, kjer se olje proizvaja, pakira, natovarja ali prodaja končnemu potrošniku;

(f) kakršne koli informacije, ki bi lahko nakazovale tveganje za neskladnost.

4. Države članice vnaprej določijo:

(a) merila za ocenjevanje tveganja za neskladnost serij;

(b) na podlagi analize tveganja za vsako kategorijo tveganja najmanjše število izvajalcev ali serij in/ali količin, pri katerih se preverja skladnost.

Vsako leto je treba izvesti vsaj eno preverjanje skladnosti na tisoč ton oljčnega olja, danega na trg v državi članici.

5. Države članice preverjajo skladnost:

(a) z izvedbo analiz, po katerem koli vrstnem redu, iz Priloge I, ali

(b) z upoštevanjem vrstnega reda iz Priloge Ib o drevesu odločanja, dokler se ne sprejme ena od odločitev iz drevesa odločanja.“

2. Člen 3 se nadomesti z naslednjim:

„*Člen 3*

Kadar se ugotovi, da olje ne ustreza opisu svoje kategorije, mora zadevna država članica, brez poseganja v kakršne koli druge kazni, uporabiti učinkovite, sorazmerne in odvračilne kazni, ki se določijo glede na resnost odkrite nepravilnosti.

Če se pri pregledih odkrijejo večje nepravilnosti, države članice opravljajo pogostejše preglede v zvezi s fazo trženja, kategorijo olja, poreklom ali drugimi merili.“

3. Vstavi se člen 7a:

„*Člen 7a*

Fizične ali pravne osebe in skupine oseb, ki imajo v lasti oljčno olje in olje iz oljčnih tropin od faze pridobivanja olja v oljarni do ustekleničenja, v kakršne koli poslovne ali komercialne namene, morajo za vsako kategorijo teh olj voditi evidence dobav in izdanih količin.

Države članice zagotovijo, da je obveznost iz prvega odstavka ustrezno izpolnjena.“

4. Člen 8 se nadomesti z naslednjim:

„*Člen 8*

1. Države članice morajo obvestiti Komisijo o ukrepih, sprejetih za izvajanje te uredbe. Komisijo obvestijo o kakršnih koli naknadnih spremembah.

2. Države članice Komisiji vsako leto najpozneje 31. maja predložijo poročilo o izvajanju te uredbe v preteklem koledarskem letu. Poročilo vsebuje vsaj rezultate opravljenih preverjanj skladnosti oljčnega olja v skladu s predlogami iz Priloge XXI.

3. Obvestila iz te uredbe se predložijo v skladu z Uredbo Komisije (ES) št. 792/2009 (*).

_____

(*) UL L 228, 1.9.2009, str. 3.“

5. Priloga IX se nadomesti z besedilom iz Priloge I k tej uredbi.

6. Priloga XVIII se nadomesti z besedilom iz Priloge II k tej uredbi.

7. Doda se Priloga XXI, katere besedilo je določeno v Prilogi III k tej uredbi.

Člen 2

Ta uredba začne veljati sedmi dan po objavi v *Uradnem listu Evropske unije*.

Uporablja se od 1. januarja 2014. Člen 8(2) pa se uporablja od 1. januarja 2015.

Ta uredba je v celoti zavezujoča in se neposredno uporablja v vseh državah članicah.

V Bruslju, 26. marca 2013

Za Komisijo
Predsednik
José Manuel BARROSO

PRILOGA I

„PRILOGA IX

SPEKTROFOTOMETRIČNO MERJENJE NA UV-OBMOČJU

PREDGOVOR

Spektrofotometrično merjenje na UV-območju lahko da podatke o kakovosti maščobe, njenem stanju ohranitve in spremembah, ki so jih v njej povzročili tehnološki procesi.

Valovne dolžine, določene v postopku, se absorbirajo zaradi prisotnosti konjugiranih dienov in trienov. Te absorpcije so izražene kot specifične ekstinkcije $E^{1\,\%}_{1\,cm}$ (ekstinkcija 1-odstotne raztopine maščobe v specificiranem topilu, v debelini 1 cm), konvencionalno označene s K (imenuje se tudi „ekstinkcijski koeficient“).

1. PODROČJE UPORABE

Ta metoda opisuje postopek za izvajanje spektrofotometrične preiskave oljčnega olja (opisane v Dodatku) na UV-območju.

2. PRINCIP METODE

Zadevna maščoba se raztopi v zahtevanem topilu in ekstinkcija raztopine se potem določi pri specifični valovni dolžini glede na čisto topilo. Specifične ekstinkcije se izračunajo iz spektrofotometričnih odčitkov. Izračuna se specifična absorbanca pri 232 nm in 268 nm v izo-oktanu ali pri 232 nm in 270 nm v cikloheksanu za koncentracijo 1 g/100 ml v 10-milimetrski kiveti.

3. OPREMA

3.1 Spektrofotometer za merjenje ekstinkcije na UV-območju med 220 in 360 nm z možnostjo odčitavanja posameznih nanometrskih enot. Pred uporabo je priporočljivo preveriti lestvice valovnih dolžin in absorbanc spektrometra, kot sledi.

3.1.1 *Lestvica valovnih dolžin:* preveriti jo je mogoče z referenčnim materialom, ki ga sestavlja filter iz optičnega stekla s holmijevim oksidom, ki ima izrazite absorpcijske pasove. Referenčni material je namenjen preverjanju in kalibriranju lestvic valovnih dolžin spektrofotometrov za vidno in ultravijolično svetlobo z nominalnimi spektralnimi širinami 5 nm ali manj. Izmeri se absorbanca steklenega filtra s holmijevim oksidom proti zraku kot slepemu vzorcu v razponu valovnih dolžin od 640 do 240 nm. Za vsako spektralno širino (0,10 – 0,25 – 0,50 – 1,00 – 1,50 – 2,00 in 3,00) se izvede korekcija bazne linije s praznim nosilcem kivete. Valovne dolžine spektralne širine so navedene v certifikatu referenčnega materiala v standardu ISO 3656.

3.1.2 *Lestvica absorbance:* preveriti jo je mogoče z referenčnim materialom, ki ga sestavljajo štiri raztopine kalijevega dikromata v perklorovi kislini, zaprtega v štirih kvarčnih kivetah za UV-območje, da se izmeri referenčna vrednost linearnosti in fotometrične natančnosti na UV-območju. Kivete, napolnjene s kalijevim dikromatom (40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml in 100 mg/ml), se izmerijo proti slepemu vzorcu perklorove kisline. Neto vrednosti absorbance so navedene v certifikatu referenčnega materiala v standardu ISO 3656.

3.2 Pravokotne kvarčne kivete, s pokrovčki, z optično dolžino 1 cm. Če jih napolnimo z vodo ali drugim primernim topilom, ne smejo kazati razlik med njimi za več kot 0,01 ekstinkcijske enote.

3.3 25-mililitrske merilne bučke.

3.4 Analitska tehtnica, ki omogoča tehtanje do 0,0001 g natančno.

4. REAGENTI

Uporabljajte samo reagente priznane analitske čistosti, razen če ni navedeno drugače.

Topilo: izo-oktan (2,2,4-trimetilpentan) za merjenje pri 232 nm in 268 nm ali cikloheksan za merjenje pri 232 nm in 270 nm z absorbanco, manjšo od 0,12 pri 232 nm in manjšo od 0,05 pri 250 nm, proti destilirani vodi, izmerjeno v 10-milimetrski kiveti.

5. POSTOPEK

5.1 Obravnavani vzorec mora biti popolnoma homogen in brez dvomljivih nečistoč. Olja, ki so pri sobni temperaturi tekoča, je treba prefiltrirati skozi papir pri temperaturi približno 30 °C, trdne maščobe je treba homogenizirati in prefiltrirati pri temperaturi, ki ni več kot 10 °C nad tališčem.

5.2 Točno natehtajte približno 0,25 g (na 1 mg natančno) tako pripravljenega vzorca v 25-mililitrsko merilno bučko, dopolnite do označbe specificirano topilo in homogenizirajte. Tako pripravljena raztopina mora biti popolnoma čista. Če je raztopina opalescentna ali motna, hitro prefiltrirajte skozi papir.

5.3 Napolnite kvarčno kiveto s pripravljeno raztopino in izmerite ekstinkcijo pri ustrezni valovni dolžini med 232 in 276 nm, s tem da topilo uporabite kot referenco.

Izmerjene ekstinkcijske vrednosti morajo biti v razponu od 0,1 do 0,8. Če niso, je treba meritve ponoviti z ustreznimi bolj koncentriranimi ali bolj razredčenimi raztopinami.

Opomba: Ni vedno nujno izmeriti absorbance za celoten razpon valovnih dolžin.

6. IZRAŽANJE REZULTATOV

6.1 Zabeležite specifične ekstinkcije (ekstinkcijske koeficiente) pri različnih valovnih dolžinah, izračunane kot sledi:

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

kjer je:

Kλ = specifična ekstinkcija pri valovni dolžini λ,

Eλ = ekstinkcija izmerjena pri valovni dolžini λ;

c = koncentracija raztopine v g/100 ml;

s = debelina kvarčnih kivet v cm.

Rezultati se izrazijo na dve decimalni mesti natančno.

6.2 **Variacija specifične ekstinkcije (ΔK)**

Spektrofotometrična analiza oljčnega olja v skladu z uradno metodo iz zakonodaje Unije vključuje tudi določitev variacije absolutne vrednosti specifične ekstinkcije (ΔK), ki je podana kot:

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

kjer je Km specifična ekstinkcija pri valovni dolžini m, pri čemer je valovna dolžina za maksimalno absorpcijo odvisna od uporabljenega topila: 270 za cikloheksan in 268 za izo-oktan.

Dodatek

ZNAČILNOSTI OLJČNEGA OLJA

	Kategorija	Metilni estri maščobnih kislin (FAME) in etilni estri maščobnih kislin (FAEE)	Vsebnost kislin (%) (*)	Perok-sidno število mEq 02/kg (*)	Voski mg/kg (**)	2-gliceril monopalmitat (%)	Stigma-stad ien mg/kg (1)	Razlika: ECN42 (HPLC) in ECN42 (teoretični izračun)	K_{232} (*)	K_{270} (*) ,K 270 ali K 268 (5)‘	Delta-K (*) (5)	Organoleptično ocenjevanje Mediana napake (Md) (*)	Organolep-tično ocenjevanje Mediana sadežnosti (Mf) (*)
1.	Ekstra deviško oljčno olje	Σ FAME + FAEE ≤75 mg/kg ali 75 mg/kg <Σ FAME + FAEE ≤150 mg/kg in (FAEE/FAME) ≤1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 če je skupni % palmitinske kisline ≤ 14 % ≤ 1,0 če je skupni % palmitinske kisline > 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
2.	Deviško oljčno olje	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 če je skupni % palmitinske kisline ≤ 14 % ≤ 1,0 če je skupni % palmitinske kisline > 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
3.	Lampante oljčno olje	—	> 2,0	—	≤ 300 (3)	≤ 0,9 če je skupni % palmitinske kisline ≤ 14 % ≤ 1,1 če je skupni % palmitinske kisline > 14 %	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 (2)	—
4.	Rafinirano oljčno olje	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9 če je skupni % palmitinske kisline ≤ 14 % ≤ 1,1 če je skupni % palmitinske kisline> 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
5.	Oljčno olje – mešanica rafiniranega in deviškega oljčnega olja	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9 če je skupni % palmitinske kisline ≤ 14 % ≤ 1,0 če je skupni % palmitinske kisline > 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
6.	Surovo olje iz oljčnih tropin	—	—	—	> 350 (4)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7.	Rafinirano olje iz oljčnih tropin	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8.	Olje iz oljčnih tropin		≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(1) Vsota izomerov, ki jih lahko (ali ne) ločimo s kapilarno kolono.
(2) Ali če je mediana napake manjša ali enaka 3,5 in je mediana sadežnosti 0.
(3) Olja z vsebnostjo voskov med 300 mg/kg in 350 mg/kg se uvrščajo med lampante oljčna olja, če je skupna vsebnost alifatskih alkoholov manjša ali enaka 350 mg/kg ali če je delež eritrodiola in uvaola manjši ali enak 3,5 %.
(4) Olja z vsebnostjo voskov med 300 mg/kg in 350 mg/kg se uvrščajo med surova olja iz oljčnih tropin, če je skupna vsebnost alifatskih alkoholov večja od 350 mg/kg in če je delež eritrodiola in uvaola večji od 3,5 %.
(5) K 270, če je topilo cikloheksan, K 268, če je topilo izo-oktan.“

PRILOGA II

„PRILOGA XVIII

DOLOČANJE RAZLIKE MED DEJANSKO IN TEORETIČNO VSEBNOSTJO TRIACILGLICEROLOV Z EKVIVALENTNIM OGLJIKOVIM ŠTEVILOM (ECN) 42

1. NAMEN

Določanje absolutne razlike med eksperimentalnimi vrednostmi triacilglicerolov (TAG) z ekvivalentnim ogljikovim številom 42 ($ECN42_{HPLC}$) v olju, dobljenimi s tekočinsko kromatografijo visoke ločljivosti, in teoretično vrednostjo triacilglicerolov z ekvivalentnim ogljikovim številom 42 ($ECN\ 42_{teoretično}$), izračunano na podlagi sestave maščobnih kislin.

2. PODROČJE UPORABE

Standard se uporablja za oljčna olja. Metoda se uporablja za odkrivanje prisotnosti majhnih količin semenskih olj (bogatih z linolno kislino) v vsaki posamezni kategoriji oljčnih olj.

3. PRINCIP

Vsebnost triacilglicerolov z ECN 42, določena z analizo tekočinske kromatografije visoke ločljivosti (HPLC), in teoretična vsebnost triacilglicerolov z ECN 42 (izračunana na podlagi določitve sestave maščobnih kislin s plinsko-tekočinsko kromatografijo) sta v okviru določene mejne vrednosti za pristna oljčna olja. Če je razlika večja od vrednosti, sprejetih za posamezno vrsto olja, to pomeni, da olje vsebuje semenska olja.

4. METODA

Metoda za izračun teoretične vsebnosti triacilglicerolov z ECN 42 in razlike glede na podatke tekočinske kromatografije visoke ločljivosti se v bistvu izvaja z uskladitvijo analitičnih podatkov, dobljenih z drugimi metodami. Razlikovati je mogoče med tremi fazami: določanjem sestave maščobnih kislin s kapilarno plinsko kromatografijo, izračunom teoretične sestave triacilglicerolov z ECN 42 in določanjem triacilglicerolov z ECN 42 s tekočinsko kromatografijo visoke ločljivosti.

4.1 **Oprema**

4.1.1 Bučke z okroglim dnom, 250 in 500 ml.

4.1.2 Čaše, 100 ml.

4.1.3 Steklena kromatografska kolona z notranjim premerom 21 mm, dolžine 450 mm, s petelinčkom in standardiziranim konusom (z notranjim obrusom) na vrhu.

4.1.4 Liji ločniki, 250 ml, s standardiziranim konusom (z zunanjim obrusom) na dnu, primerni za pritrditev na vrh kolone.

4.1.5 Steklena paličica dolžine 600 mm.

4.1.6 Stekleni lij s premerom 80 mm.

4.1.7 Merilne bučke, 50 ml.

4.1.8 Merilne bučke, 20 ml.

4.1.9 Rotacijski izparilnik.

4.1.10 Kromatograf za tekočinsko kromatografijo visoke ločljivosti, ki omogoča termostatski nadzor temperature kolone.

4.1.11 Injektorji za vnos 10 µl.

4.1.12 Detektor: diferencialni refraktometer. Občutljivost celotne skale mora biti najmanj 10^{-4} enote lomnega količnika.

4.1.13 Kolona: jeklena cevka, dolga 250 mm in z notranjim premerom 4,5 mm, polnjena z delci silicijevega dioksida premera 5 µm, z 22 do 23 % ogljika v obliki oktadecilsilana.

4.1.14 Programska oprema za obdelavo podatkov.

4.1.15 Stekleničke (viale) s prostornino približno 2 ml, s teflonskimi tesnili in navojnimi zamaški.

4.2 **Reagenti**

Reagenti morajo biti analitsko čisti. Elucijska topila morajo biti razplinjena in se jih lahko večkrat reciklira brez vpliva na ločevanje.

4.2.1 Petroleter 40–60 °C za kromatografijo ali heksan.

4.2.2 Sveže destilirani etil eter brez peroksidov.

4.2.3 Elucijsko topilo za čiščenje olja s kolonsko kromatografijo, mešanica petroletra/etil etra 87/13 (v/v).

4.2.4 Silikagel, 70–230 mesh, tip Merck 7734, s standardizirano 5-odstotno vsebnostjo vode (w/w/).

4.2.5 Steklena volna.

4.2.6 Aceton za HPLC.

4.2.7 Acetonitril ali propionitril za HPLC.

4.2.8 Elucijsko topilo za HPLC: acetonitril + aceton (treba je prilagoditi deleže, da se doseže želeno ločevanje; začnite z mešanico 50: 50) ali propionitril.

4.2.9 Topilo za raztapljanje vzorca: aceton.

4.2.10 Referenčni trigliceridi: uporabijo se lahko komercialni trigliceridi (tripalmitin, triolein itd.) in se potem retencijski časi zapisujejo glede na ekvivalentno ogljikovo število; ali alternativno, referenčni kromatogram, dobljen s sojinim oljem, mešanico 30: 70 sojino olje – oljčno olje in čistim oljčnim oljem (glej opombi 1 in 2 ter slike 1 do 4).

4.2.11 6-mililitrska kolona za ekstrakcijo v trdni fazi, s fazo 1 g silikagela.

4.3 **Priprava vzorcev**

Ker lahko zaradi številnih motečih snovi dobimo lažno pozitivne rezultate, je treba vzorec vedno očistiti po metodi IUPAC št. 2507, ki se uporablja za določanje polarnih spojin v maščobah za cvrtje.

4.3.1 *Priprava kromatografske kolone*

V kolono (4.1.3) vlijemo približno 30 ml elucijskega topila (4.2.3), nato v kolono vstavimo nekaj steklene volne (4.2.5) in jo s stekleno paličico potisnemo na dno (4.1.5).

V 100-mililitrski čaši raztopimo 25 g silikagela (4.2.4) v 80 ml elucijske mešanice (4.2.3.), nato jo skozi stekleni lij prenesemo v kolono (4.1.6).

Da zagotovimo popoln prenos silikagela v kolono, speremo čašo z elucijsko mešanico in tudi to tekočino prenesemo v kolono.

Odpremo petelinček in pustimo, da topilo eluira iz kolone, dokler ne sega približno 1 cm nad silikagel.

4.3.2 *Kolonska kromatografija*

Z natančnostjo 0,001 g natehtamo 2,5 ± 0,1 g olja, po potrebi predhodno prefiltriranega, homogeniziranega in dehidriranega, v 50-mililitrsko merilno bučko (4.1.7).

Raztopimo ga v približno 20 ml elucijskega topila (4.2.3). Po potrebi nekoliko segrejemo, da pospešimo raztapljanje. Ohladimo pri sobni temperaturi in volumen prilagodimo z elucijskim topilom.

Z merilno pipeto vnesemo 20 ml raztopine v kolono, pripravljeno v skladu s točko 4.3.1, odpremo petelinček in pustimo, da topilo eluira do višine plasti silikagela.

Nato eluiramo s 150 ml elucijskega topila (4.2.3.), pri čemer hitrost pretoka topila prilagodimo na približno 2 ml/min (150 ml bo šlo skozi kolono v približno 60–70 minutah).

Eluat se zbira v 250-mililitrski bučki z okroglim dnom (4.1.1), ki je bila predhodno tarirana v peči in natančno stehtana. Topilo odstranimo pri znižanem tlaku v rotacijskem izparilniku (4.1.9) in stehtamo ostanek, ki se bo uporabil za pripravo raztopine za analizo HPLC in pripravek metil estra.

Izkoristek vzorca iz kolone mora biti najmanj 90-odstoten za kategorije oljčnega olja ekstra deviško, deviško, navadno in rafinirano, ter najmanj 80-odstoten za lampante oljčno olje in olje iz oljčnih tropin.

4.3.3 *Čiščenje z ekstrakcijo v trdni fazi*

Kolona s silikagelom za ekstrakcijo v trdni fazi se aktivira s 6 ml heksana (4.2.3) v vakuumu, pri čemer je treba preprečiti izsušitev.

Z natančnostjo 0,001 g natehtamo 0,12 g v 2-mililitrsko vialo (4.1.15) in razredčimo z 0,5 ml heksana (4.2.3).

Raztopino vnesemo v kolono za ekstrakcijo v trdni fazi in eluiramo z 10 ml heksana/dietil etra (87: 13 v/v) (4.2.3) v vakuumu.

Zbrana frakcija se v rotacijskem izparilniku (4.1.9) odpari do suhega pod znižanim tlakom pri sobni temperaturi. Ostanek se raztopi v 2 ml acetona (4.2.6) za analizo triacilglicerolov (TAG).

4.4 **Analiza HPLC**

4.4.1 *Priprava vzorcev za kromatografsko analizo*

5-odstotno raztopino vzorca za analizo pripravimo tako, da v 10-mililitrsko merilno bučko natehtamo 0,5 ± 0,001 g vzorca in dolijemo topilo do oznake 10 ml (4.2.9).

4.4.2 *Postopek*

Pripravimo kromatografski sistem. Elucijsko topilo (4.2.8) črpamo s hitrostjo 1,5 ml/min, da očistimo celotni sistem. Počakamo, da dobimo stabilno bazno linijo.

Vbrizgamo 10 µl vzorca, pripravljenega v skladu s točko 4.3.

4.4.3 *Izračun in izražanje rezultatov*

Uporabimo metodo normalizacije površine, tj. predpostavimo, da je vsota površin vrhov, ki ustreza triacilglicerolom z ekvivalentnim ogljikovim številom od ECN 42 do ECN 52, enaka 100 %.

Izračunamo relativni odstotni delež posameznega triglicerida z uporabo enačbe:

% triglicerida = površina vrha × 100/vsota površin vrhov.

Rezultate je treba podati na vsaj dve decimalni mesti natančno.

Glej opombe od 1 do 4.

4.5 **Izračun sestave triacilglicerolov (mol %) na podlagi podatkov o sestavi maščobnih kislin (površinski %)**

4.5.1 *Določanje sestave maščobnih kislin*

Sestava maščobnih kislin se določi na podlagi standarda ISO 5508 s kapilarno kolono. Metil estri se pripravijo v skladu z dokumentom Mednarodnega sveta za oljčno olje COI/T.20/Dok. št. 24.

4.5.2 *Maščobne kisline za izračun*

Gliceridi se razvrstijo glede na ekvivalentno ogljikovo število (ECN), pri čemer se upoštevajo naslednje ekvivalence med ECN in maščobnimi kislinami. Upoštevane so bile samo maščobne kisline s 16 in 18 ogljikovimi atomi, ker so samo te pomembne za oljčno olje. Maščobne kisline je treba normalizirati do 100 %.

Maščobna kislina (MK)	Kratica	Molekulska masa (M)	ECN
Palmitinska kislina	P	256,4	16
Palmitoleinska kislina	Po	254,4	14
Stearinska kislina	S	284,5	18
Oleinska kislina	O	282,5	16
Linolna kislina	L	280,4	14
Linolenska kislina	Ln	278,4	12

4.5.3 *Pretvorba površinskega % v mole za vse maščobne kisline (1)*

$$\text{mol P} = \frac{\text{površinski \% P}}{\text{M P}} \qquad \text{mol S} = \frac{\text{površinski \% S}}{\text{M S}} \qquad \text{mol Po} = \frac{\text{površinski \% Po}}{\text{M Po}}$$

$$\text{mol O} = \frac{\text{površinski \% O}}{\text{M O}} \qquad \text{mol L} = \frac{\text{površinski \% L}}{\text{M L}} \qquad \text{mol Ln} = \frac{\text{površinski \% Ln}}{\text{M Ln}}$$

4.5.4 *Normalizacija maščobnih kislin do 100 % (2)*

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

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

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

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

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

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

Rezultat pomeni odstotni delež posamezne maščobne kisline v mol % na vseh (1, 2, 3) položajih triacilglicerolov.

Nato so izračunata vsoti nasičenih maščobnih kislin P in S (NMK) ter nenasičenih maščobnih kislin Po, O, L in Ln (NEMK)(3):

mol % NMK = mol % P + mol % S

mol % NEMK = 100 − mol % NMK

4.5.5 *Izračun sestave maščobnih kislin na položajih 2 ter 1 in 3 triacilglicerolov*

Maščobne kisline so razdeljene na naslednje tri skupine: ena za položaj 2 in dve enaki za položaja 1 in 3, z različnimi koeficienti za nasičene (P in S) in nenasičene kisline (Po, O, L in Ln).

4.5.5.1 Nasičene maščobne kisline na položaju 2 [P(2) in S(2)] (4)

mol % P(2) = mol % P (1,2,3) * 0,06

mol % S(2) = mol % S (1,2,3) * 0,06

4.5.5.2 Nenasičene maščobne kisline na položaju 2 [Po(2), O(2), L(2) in Ln(2)] (5):

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

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

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

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

4.5.5.3 Maščobne kisline na položajih 1 in 3 [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) in 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 *Izračun triacilglicerolov*

4.5.6.1 TAG s samo eno maščobno kislino (AAA, tukaj 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 z dvema maščobnima kislinama (AAB, tukaj 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 tremi različnimi maščobnimi kislinami (ABC, tukaj 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 Triacilgliceroli z ekvivalentnim ogljikovim številom (ECN 42)

Triacilgliceroli z ECN 42 se izračunajo po enačbah 7, 8 in 9, nato pa se navedejo v vrstnem redu pričakovane elucije v HPLC (običajno samo trije vrhovi).

LLL

PoLL in položajni izomer LPoL

OLLn ter položajna izomera OLnL in LnOL

PoPoL in položajni izomer PoLPo

PoOLn ter položajna izomera OPoLn in OLnPo

PLLn ter položajna izomera LLnP in LnPL

PoPoPo

SLnLn in položajni izomer LnSLn

PPoLn ter položajna izomera PLnPo in PoPLn

Triacilglicerole z ECN 42 dobimo z vsoto devetih triacilglicerolov, vključno z njihovimi položajnimi izomeri. Rezultate je treba podati na vsaj dve decimalni mesti natančno.

5. VREDNOTENJE REZULTATOV

Primerjata se izračunana teoretična vsebnost in vsebnost, določena z analizo HPLC. Če je absolutna razlika, ki jo dobimo, ko od podatkov HPLC odštejemo teoretične podatke, večja od vrednosti, navedenih za ustrezno kategorijo olja v standardu, vzorec vsebuje semensko olje.

Rezultati so podani na dve decimalni mesti natančno.

6. PRIMER (ŠTEVILKE SE NANAŠAJO NA ODDELKE V BESEDILU METODE)

— 4.5.1 *Izračun mol % maščobnih kislin na podlagi podatkov plinsko-tekočinske kromatografije (normaliziran površinski %)*

Glede sestave maščobnih kislin s plinsko-tekočinsko kromatografijo dobimo naslednje podatke:

MK	P	S	Po	O	L	Ln
M	256,4	284,5	254,4	282,5	280,4	278,4
Površinski %	10,0	3,0	1,0	75,0	10,0	1,0

— 4.5.3 *Pretvorba površinskega % v mole za vse maščobne kisline (glej enačbo 1)*

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

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

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

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

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

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

Skupaj = 0,35821 mol TAG

— 4.5.4 *Normalizacija molov maščobnih kislin do 100 % (glej enačbo 2)*

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

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

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

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

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

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

Skupaj mol % = 100 %

Vsota nasičenih in nenasičenih maščobnih kislin na položajih 1, 2 in 3 TAG (glej enačbo 3):

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

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

— 4.5.5 *Izračun sestave maščobnih kislin na položajih 2 ter 1 in 3 TAG*

— 4.5.5.1 Nasičene maščobne kisline na položaju 2 [P(2) in S(2)] (glej enačbo 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 Nenasičene maščobne kisline na položaju 2 [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) in Ln(1,3)] (glej enačbo 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 Maščobne kisline na položajih 1 in 3 [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) in Ln(1,3)] (glej enačbo 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 *Izračun triacilglicerolov*

Iz izračunane sestave maščobnih kislin na položajih sn-2 in sn-1,3:

MK in	Položaja 1 in 3	Položaj 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 %
Vsota	100,0 %	100,0 %

se izračunajo naslednji triacilgliceroli:

LLL

PoPoPo

PoLL z enim položajnim izomerom

SLnLn z enim položajnim izomerom

PoPoL z enim položajnim izomerom

PPoLn z dvema položajnima izomeroma

OLLn z dvema položajnima izomeroma

PLLn z dvema položajnima izomeroma

PoOLn z dvema položajnima izomeroma

— 4.5.6.1 TAG z eno maščobno kislino (LLL, PoPoPo) (glej enačbo 7)

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

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

— 4.5.6.2 TAG z dvema maščobnima kislinama (PoLL, SLnLn, PoPoL) (glej enačbo 8)

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

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

0,03210 mol PoLL

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

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

0,00094 mol SLnLn

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

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

0,00354 mol PoPoL

— 4.5.6.3 TAG s tremi različnimi maščobnimi kislinami (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn) Glej enačbo 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

ECN 42 = 0,69512 mol TAG

Opomba 1: Vrstni red elucije se lahko določi z izračunom ekvivalentnih ogljikovih števil, pogosto definiranih z odnosom ECN = CN – 2n, kjer je CN ogljikovo število in n število dvojnih vezi; veliko bolj natančno jo je mogoče izračunati z upoštevanjem izvora dvojnih vezi. Če so n_o, n_l in n_{ln} števila dvojnih vezi, ki se pripisujejo oleinski, linolni oziroma linolenski kislini, se ekvivalentno ogljikovo število lahko izračuna s pomočjo relacije v enačbi:

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

kjer se koeficienti d_o, d_l in d_{ln} lahko izračunajo s pomočjo referenčnih trigliceridov. Pod pogoji, določenimi v tem postopku, bo dobljena relacija približno:

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

Opomba 2: Z več referenčnimi trigliceridi je mogoče izračunati tudi resolucijo glede na triolein:

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

z uporabo reduciranega retenzijskega časa RT^1 = RT – RT topilo

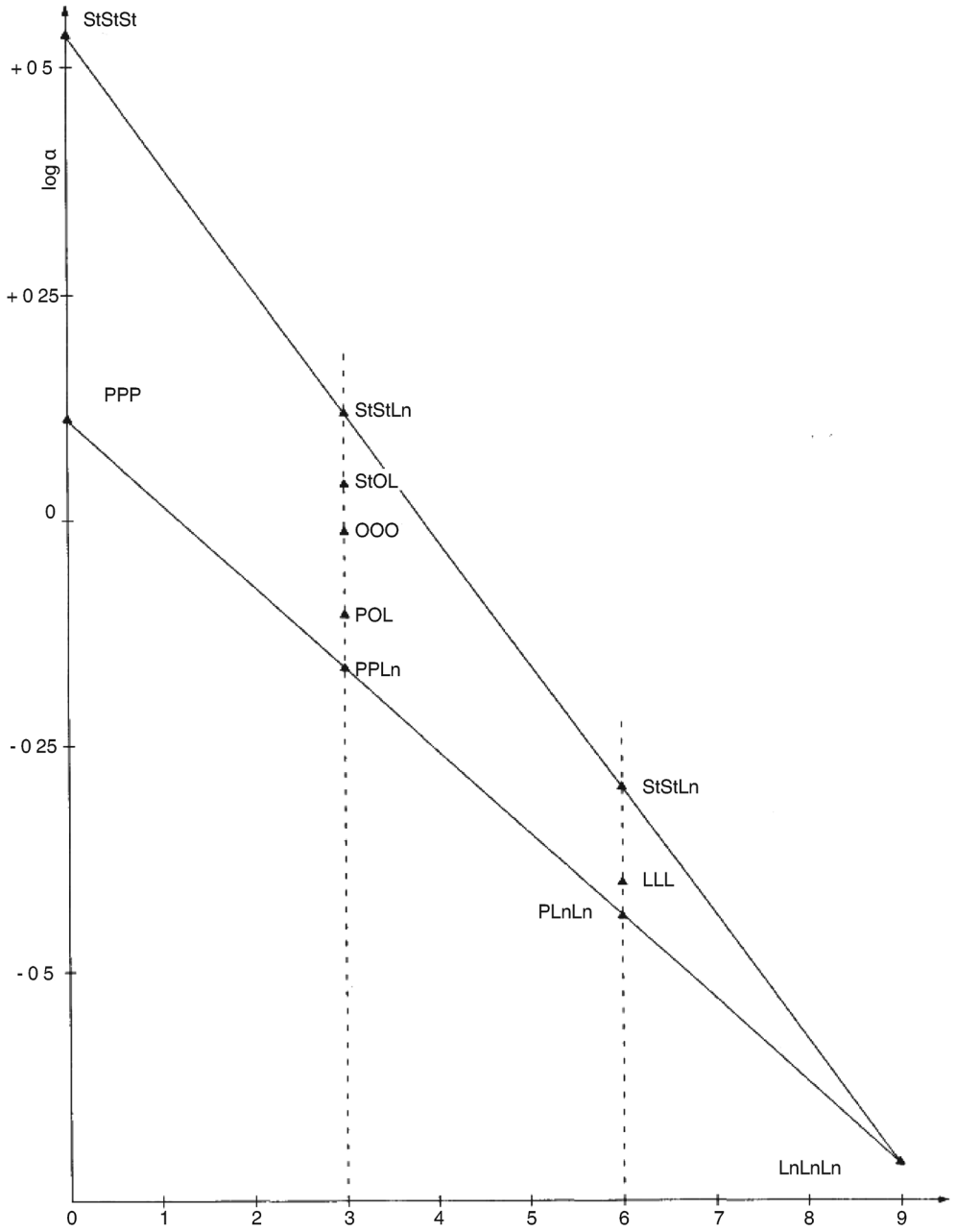
Graf log α kot funkcija f (število dvojnih vezi) omogoča, da se določijo retenzijske vrednosti za vse trigliceride maščobnih kislin, vsebovanih v referenčnih trigliceridih – glej sliko 1.

Opomba 3: Učinkovitost kolone mora omogočati jasno ločevanje vrha trilinoleina od vrhov trigliceridov s sosednjim retenzijskim časom. Elucija se izvede do vrha ECN 52.

Opomba 4: Pravilna meritev površin vseh vrhov, upoštevnih za to določanje, je zagotovljena, če drugi vrh za ECN 50 pokriva 50 % celotne lestvice rekorderja.

Slika 1

Graf log α kot funkcija f (število dvojnih vezi)



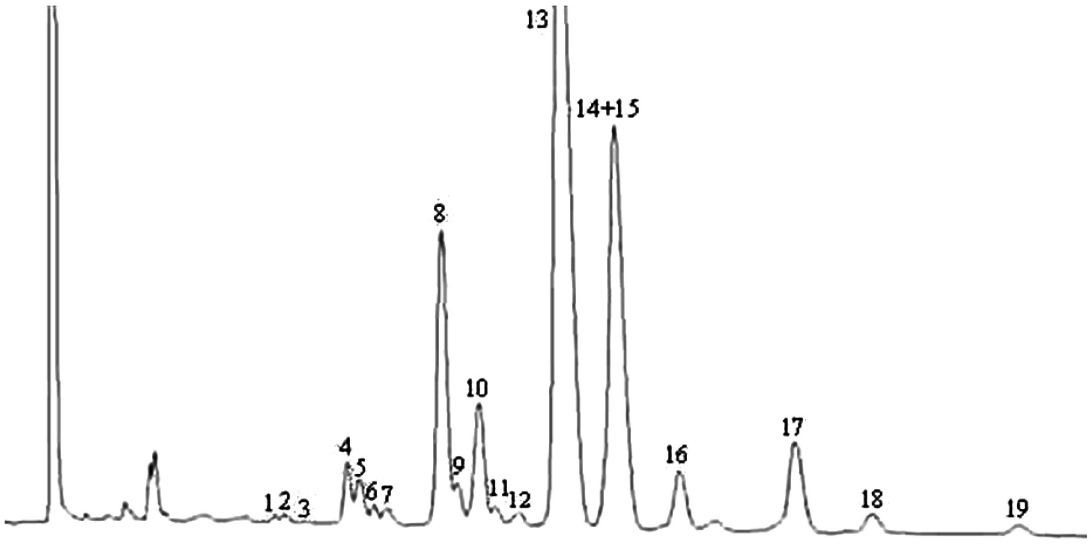
Število dvojnih vezi

La: lavrinska kislina; My: miristinska kislina; P: palmitinska kislina; S: stearinska kislina; O: oleinska kislina; L: linolna kislina; Ln: linolenska kislina

Slika 2

Oljčno olje z nizko vsebnostjo linolne kisline

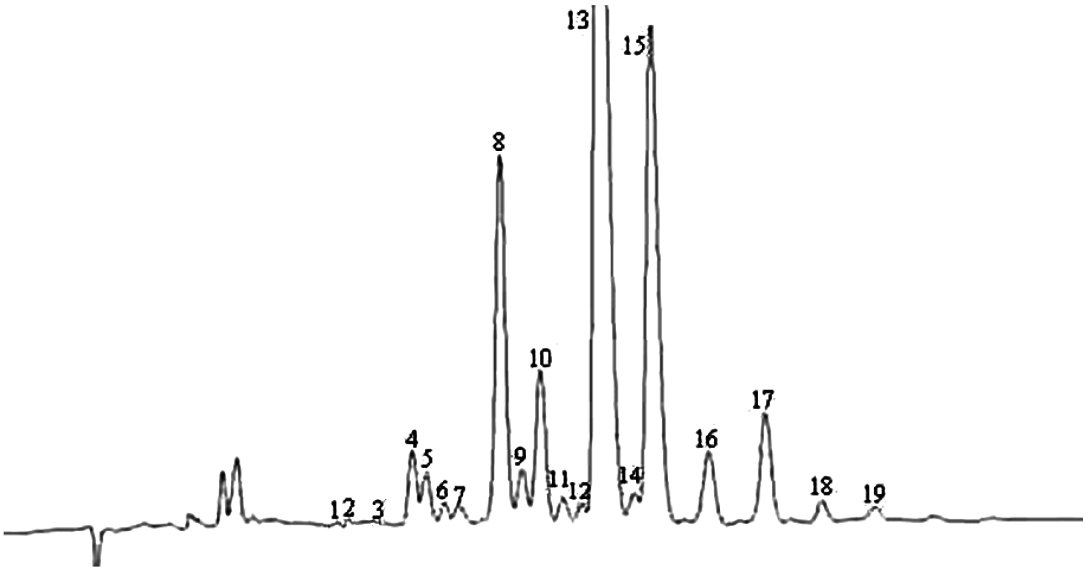
(a)



S topilom: aceton/acetonitril.

PROFIL a: Glavne sestavine kromatografskih vrhov: **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)



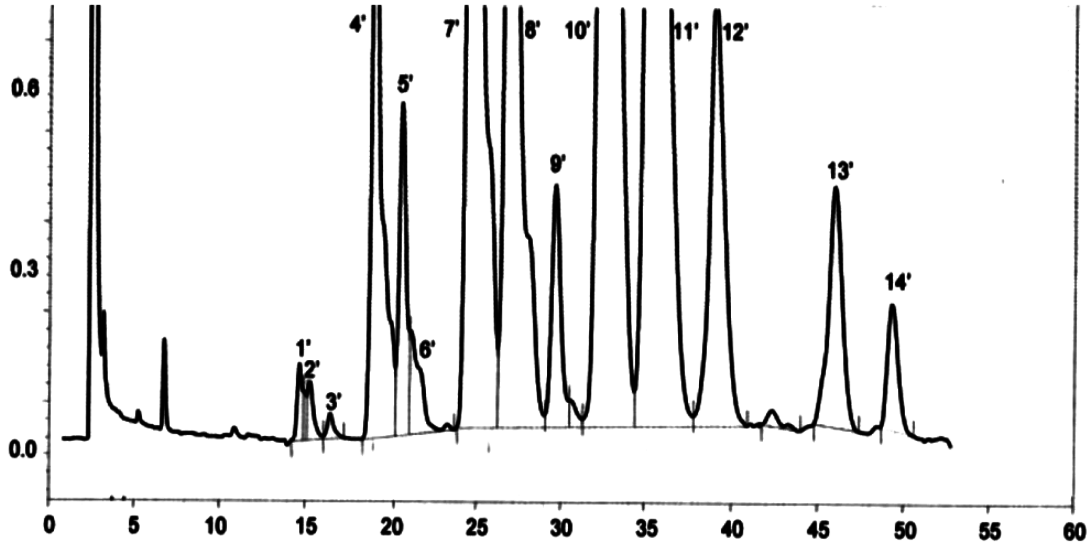
S topilom: propionitril

PROFIL b: Glavne sestavine kromatografskih vrhov: **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

Slika 3

Oljčno olje z visoko vsebnostjo linolne kisline

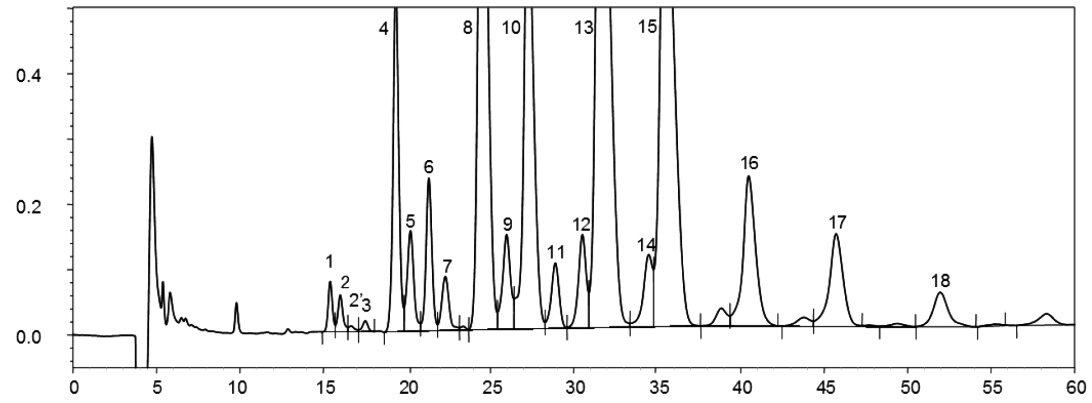
(a)



S topilom: aceton/acetonitril (50:50).

Profil a: Glavne sestavine kromatografskih vrhov: **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 topilom: propionitril.

Profil b: Glavne sestavine kromatografskih vrhov: **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."

PRILOGA III

„PRILOGA XXI

Rezultati preverjanj skladnosti oljčnega olja iz člena 8(2)

				Označevanje						Kemijski parametri			Senzorične značilnosti (4)			Končni sklep	
Vzorec	Kategorija	Država porekla	Kraj inšpekcijskega pregleda (1)	Uradno ime	Označba porekla	Pogoji skladiščenja	Napačni podatki	Čitljivost	S/NS (3)	Parametri zunaj mejnih vrednosti DA/NE	Če je tako, navedite, kateri (2)	S/NS (3)	Mediana napak	Mediana sadežnosti	S/NS (3)	Zahtevan ukrep	Kazen

(1) Notranji trg (oljarna, polnilci, faza prodaje na drobno), izvoz, uvoz.
(2) Vsaka značilnost oljčnega olja iz Priloge I ima oznako.
(3) Skladno/neskladno.
(4) Ne zahteva se za oljčno olje in olje iz oljčnih tropin.“