KOMISJONI RAKENDUSMÄÄRUS (EL) nr 299/2013,

26. märts 2013,

millega muudetakse määrust (EMÜ) nr 2568/91 oliiviõlide ja pressimisjääkide omaduste ja asjakohaste analüüsimeetodite kohta

EUROOPA KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Liidu toimimise lepingut,

võttes arvesse nõukogu 22. oktoobri 2007. aasta määrust (EÜ) nr 1234/2007, millega kehtestatakse põllumajandusturgude ühine korraldus ning mis käsitleb teatavate põllumajandustoodete erisätteid (ühise turukorralduse ühtne määrus), [1] eriti selle artikli 113 lõike 1 punkti a ja artikli 121 esimese lõigu punkti a koostoimes artikliga 4,

ning arvestades järgmist:

(1) Komisjoni 11. juuli 1991. aasta määruses (EMÜ) nr 2568/91 (oliiviõlide ja pressimisjääkide [termin on muutunud; uus termin on „oliivijääkõlid"] omaduste ja asjakohaste analüüsimeetodite kohta) [2] on määratletud oliiviõlide ja oliivijääkõlide keemilised ja organoleptilised omadused ning nende hindamise meetodid. Osutatud meetodeid tuleks ajakohastada, toetudes keemiaekspertide arvamustele ja arvestades tööd, mida tehakse rahvusvahelises oliivinõukogus.

(2) Vastavalt määruse (EÜ) nr 1234/2007 artikli 113 lõikele 3 peavad liikmesriigid kontrollima, kas oliiviõli ja oliivijääkõli vastavad määruses (EMÜ) nr 2568/91 sätestatud turustusnormidele, ja kohaldama vajaduse korral karistusi. Määruse (EMÜ) nr 2568/91 artiklites 2 ja 2a on esitatud sellise vastavuskontrolli üksikasjalikud eeskirjad. Osutatud eeskirjadega tuleks tagada, et oliiviõli, mille jaoks on kehtestatud kvaliteedinõuded, vastaks ka tegelikult nendele nõuetele. Eeskirju tuleks muuta üksikasjalikumaks ja lisada ka riskianalüüs. Vastavuskontrolli jaoks tuleks määratleda termin „turustatav oliiviõli".

(3) Kogemused on näidanud pettuseriski olemasolu, mis ei võimalda tagada määrusega (EMÜ) nr 2568/91 ettenähtud tarbijakaitse täieulatuslikku taset. Oliiviõli omajad peaksid seepärast pidama iga kategooria õlide kohta saamise ja väljaandmise registrit. Liigse halduskoormuse vältimiseks, kahjustamata seejuures oliiviõliregistri pidamise eesmärkide saavutamist, peaks teabe kogumine olema piiratud oliiviõli pudelisse villimise etapiga.

(4) Määruse (EMÜ) nr 2568/91 jätkumeetmete tagamiseks ja meetmete hindamiseks peaksid liikmesriigid teatama komisjonile mitte üksnes oma siseriiklikud rakendusmeetmed, vaid ka vastavuskontrolli tulemused.

(5) Rahvusvahelise oliivinõukogu kehtestatud rahvusvaheliste standarditega ühtlustamise jätkamiseks tuleks ajakohastada teatavaid analüüsimeetodeid, mis on esitatud määruses (EMÜ) nr 2568/91. Seepärast tuleks kõnealuse määruse XVIII lisas sätestatud analüüsimeetod asendada tõhusama meetodiga. Samuti on vaja parandada teatavates IX lisas esitatud analüüsimeetodites leiduvad vastuolud ja puudused.

(6) Käesolevas määruses esitatud uute eeskirjade kohaldamiseks on liikmesriikidel vaja üleminekuperioodi.

(7) Komisjon on loonud infosüsteemi, mis võimaldab elektrooniliselt hallata dokumente ja menetlusi komisjonisiseses töökorralduses ning ühise põllumajanduspoliitikaga seotud asutustega suhtlemisel. Eeldatakse, et määruses (EMÜ) nr 2568/91 sätestatud teatamiskohustusi saab täita kõnealuse süsteemi kaudu kooskõlas komisjoni 31. augusti 2009. aasta määrusega (EÜ) nr 792/2009, milles sätestatakse üksikasjalikud eeskirjad turgude ühise korralduse rakendamist, otsemaksete režiimi, põllumajandustoodete müügiedendamist ning äärepoolseimates piirkondades ja väiksematel Egeuse mere saartel kohaldatavat korda käsitlevate teabe ja dokumentide esitamiseks liikmesriikidelt komisjonile [3].

(8) Seepärast tuleks määrust (EMÜ) nr 2568/91 vastavalt muuta.

(9) Põllumajandusturgude ühise korralduse komitee ei ole oma eesistuja määratud tähtaja jooksul arvamust esitanud,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

Artikkel 1

Määrust (EMÜ) nr 2568/91 muudetakse järgmiselt.

1) Artikkel 2a asendatakse järgmisega:

„*Artikkel 2a*

1. Käesolevas artiklis tähendab asjaomase liikmesriigi „turustatav oliiviõli" oliiviõli ja oliivijääkõli summaarset kogust, mis tarbitakse kõnealuses liikmesriigis või eksporditakse kõnealusest liikmesriigist.

[1] ELT L 299, 16.11.2007, lk 1.
[2] EÜT L 248, 5.9.1991, lk 1.
[3] ELT L 228, 1.9.2009, lk 3.

2. Liikmesriik tagab, et vastavuskontrolle tehakse valikuliselt, toetudes riskianalüüsile, ja piisavalt sageli tagamaks, et turustatav oliiviõli vastab deklareeritud kategooriale.

3. Riski hindamise kriteeriumid võivad olla muu hulgas:

a) õli kategooria, tootmise ajavahemik, õli hind muude taimeõlidega võrreldes, segamis- ja pakkimistoimingud, hoidmisvõimalused ja -tingimused, päritoluriik, sihtkohariik, transpordivahend või partii maht;

b) käitaja asukoht turustamisahelas, tema turustatava õli kogus ja/või väärtus, tema turustatavate õlikategooriate sortiment, äritegevuse tüüp, nagu pressimine, säilitamine, rafineerimine, segamine, pakkimine või jaemüük;

c) eelmiste kontrollide tulemused, sealhulgas leitud vigade arv ja liik, turustatavate õlide tavapärane kvaliteet, kasutatavat tehnilist varustust iseloomustavad näitajad;

d) käitajate kasutatava turustamisstandarditele vastavuse alase kvaliteeditagamise süsteemi või enesekontrolli süsteemi usaldusväärsus;

e) kontrolli teostamise koht, eriti kui see on Euroopa Liitu esmase sisenemise koht, Euroopa Liidust väljumise viimane punkt või koht, kus õlisid toodetakse, pakitakse, laaditakse või müüakse lõpptarbijale;

f) mis tahes muu teave, mis võib viidata standarditele mittevastavuse ohule.

4. Liikmesriigid sätestavad eelnevalt järgmist:

a) partiide standarditele mittevastavuse ohu hindamise kriteeriumid;

b) iga riskikategooria riskianalüüsi põhjal minimaalne arv ettevõtjaid või partiisid ja/või koguseid, mille vastavust tuleb kontrollida.

Liikmesriigis turustatava oliiviõli iga tuhande tonni kohta tuleb teha vähemalt üks vastavuse kontroll aastas.

5. Liikmesriik kontrollib vastavust järgmiselt:

a) viies selleks ükskõik millises järjekorras läbi I lisas sätestatud analüüsid või

b) Ib lisa otsustamisskeemil sätestatud järjekorras, kuni saavutatakse mõni otsustamisskeemil nimetatud otsustest."

2) Artikkel 3 asendatakse järgmisega:

„*Artikkel 3*

Kui selgub, et õli ei vasta oma kategooria kirjeldusele, kohaldab asjaomane liikmesriik tõhusaid, proportsionaalseid ja hoiatavaid rahalisi karistusi, mis määratakse kindlaks eeskirjade eiramise raskusastet arvesse võttes, ilma et see piiraks muude karistuste kohaldamist.

Kui kontrolli tulemusel ilmnevad märkimisväärsed eeskirjade eiramised, suurendab liikmesriik turustamisstaadiumi, õli kategooria, päritolu või muude kriteeriumide alusel kontrollimise sagedust."

3) Lisatakse artikkel 7a:

„*Artikkel 7a*

Füüsilised või juriidilised isikud või isikute rühmad, kes omavad oliiviõli või oliivijääkõli alates eraldamisest pressimiskäitises kuni villimisetapini (kaasa arvatud) mis tahes kutseliseks või äriliseks otstarbeks, on kohustatud pidama iga sellise kategooria õli saamise ja väljaandmise registrit.

Liikmesriik tagab, et esimeses lõigus sätestatud kohustust korralikult täidetaks."

4) Artikkel 8 asendatakse järgmisega:

„*Artikkel 8*

1. Liikmesriik teatab komisjonile käesoleva määruse rakendamiseks võetud meetmed. Ta teavitab komisjoni kõigist hilisematest muudatustest.

2. Hiljemalt iga aasta 31. mail edastab liikmesriik komisjonile aruande käesoleva määruse rakendamise kohta eelmisel kalendriaastal. Aruanne sisaldab vähemalt oliiviõlide vastavuskontrolli tulemusi vastavalt XXI lisas sätestatud vormidele.

3. Käesolevas määruses osutatud teatised edastatakse vastavalt komisjoni määrusele (EÜ) nr 792/2009 (*).

(*) ELT L 228, 1.9.2009, lk 3."

5) IX lisa asendatakse käesoleva määruse I lisas esitatud tekstiga.

6) XVIII lisa asendatakse käesoleva määruse II lisas esitatud tekstiga.

7) Lisatakse XXI lisa, mille tekst on sätestatud käesoleva määruse III lisas.

Artikkel 2

Käesolev määrus jõustub seitsmendal päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Liidu Teatajas*.

Määrust kohaldatakse alates 1. jaanuarist 2014. Artikli 8 lõiget 2 kohaldatakse siiski alates 1. jaanuarist 2015.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 26. märts 2013

Komisjoni nimel
president
José Manuel BARROSO

I LISA

„IX LISA

SPEKTROFOTOMEETRILINE ANALÜÜS ULTRAVIOLETTPIIRKONNAS

EESSÕNA

Spektrofotomeetriline analüüs ultraviolettpiirkonnas võib anda teavet rasva kvaliteedi, säilivusseisundi ja tehnoloogilistest protsessidest tulenenud muutuste kohta.

Käesolevas meetodis osutatud lainepikkustel esinev neeldumine on tingitud konjugeeritud dieen- ja trieensüsteemide olemasolust. Need neeldumised on väljendatud eriekstinktsioonina $E^{1\,\%}_{1\,cm}$ (teatavas lahustis valmistatud 1 % rasvalahuse 1 cm paksuse kihi ekstinktsioon), mida tavaliselt väljendatakse tähisega K (tuntud ka ekstinktsioonikoefitsiendina).

1. KÄSITLUSALA

Käesolevas meetodis kirjeldatakse oliiviõli ultraviolettpiirkonna spektrofotomeetrilise analüüsi (kirjeldus vt liide) läbiviimist.

2. MEETODI PÕHIMÕTE

Rasv lahustatakse ettenähtud lahustis ja lahuse ekstinktsioon määratakse kindlaks teataval lainepikkusel, kasutades võrdluslahusena puhast lahustit. Eriekstinktsioonid arvutatakse spektrofotomeetri lugemite põhjal. Arvutatakse eriekstinktsioon 232 nm ja 268 nm juures isooktaanis või 232 nm ja 270 nm juures tsükloheksaanis kontsentratsioonil 1 g 100 ml kohta küvetis läbimõõduga 10 mm.

3. SEADMED

3.1. Spektrofotomeeter ekstinktsiooni mõõtmiseks ultraviolettpiirkonnas 220–360 nm vahel, mis võimaldaks tulemusi lugeda ühe nanomeetri täpsusega. Enne kasutamist soovitatakse kontrollida spektrofotomeetri lainepikkuse ja neeldumise skaalat vastavalt järgmisele eeskirjale.

3.1.1. *Lainepikkuse skaala*. Selle kontrollimiseks võib kasutada võrdlusmaterjali, milleks on holmiumoksiidi sisaldavast optilisest klaasist filter, millel on selged neeldumisribad. Osutatud võrdlusmaterjal on ette nähtud selliste nähtava ja ultraviolettvalguse spektrofotomeetrite lainepikkuse skaala kontrollimiseks ja kaliibrimiseks, mille spektririba nimilaius on 5 nm või väiksem. Holmiumklaasfiltrit mõõdetakse neeldumisrežiimis, kasutades võrdluseks õhku, lainepikkuse vahemikus 640–240 nm. Iga spektriribalaiuse (0,10 – 0,25 – 0,50 – 1,00 – 1,50 – 2,00 ja 3,00) jaoks tehakse tühja küvetihoidjaga 0-joone parandus. Spektriribalaiuste lainepikkused on loetletud võrdlusmaterjali sertifikaadis standardis ISO 3656.

3.1.2. *Neelduvuse skaala*. Seda võib kontrollida võrdlusmaterjali kasutamisega; võrdlusmaterjalina kasutatakse nelja kaaliumdikromaadi lahust perkloorhappes, mis on pandud nelja UV-piirkonnas töötamiseks ettenähtud kvartsküvetti; küvetid on suletud ja nendega mõõdetakse UV-piirkonnas skaala lineaarsust ja määramise fotomeetrilist täpsust. Kaaliumdikromaadi lahustega küvettide (40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml and 100 mg/ml) mõõtmisel kasutatakse võrdluslahusena perkloorhapet. Neelduvuse väärtused on loetletud võrdlusmaterjali sertifikaadis standardis ISO 3656.

3.2. Risttahukakujulised korgiga kvartsküvetid optilise tee pikkusega 1 cm. Vee või mõne muu sobiva lahustiga täitmise korral ei tohiks küvettide tulemuste erinevus olla suurem kui 0,01 ekstinktsiooniühikut.

3.3. 25 ml mõõtekolvid.

3.4. Analüütiline kaal, millelt saab andmeid lugeda täpsusega 0,0001 g.

4. REAGENDID

Kui ei ole öeldud teisiti, kasutatakse ainult tunnustatud analüütiliselt puhtaid reaktiive.

Lahusti: isooktaan (2,2,4-trimetüülpentaan) mõõtmiseks 232 nm ja 268 nm juures või tsükloheksaan mõõtmiseks 232 nm ja 270 nm juures, mille neelduvus 10 mm küvetis 232 nm juures on väiksem kui 0,12 ja neelduvus 250 nm juures destilleeritud vee vastu mõõtmisel on väiksem kui 0,05.

5. TÖÖ KÄIK

5.1. Kõnealune proov peab olema täiesti homogeenne ja heljuvate lisanditeta. Toatemperatuuril vedelad õlid filtritakse läbi paberi temperatuuril ligikaudu 30 °C, tahked rasvad homogeenitakse ja filtritakse temperatuuril, mis võib olla rasva sulamistemperatuurist kuni 10 °C kõrgem.

5.2. 25 ml mõõtekolbi kaalutakse ligikaudu 0,25 g (täpsusega 1 mg) eespool kirjeldatud viisil ettevalmistatud proovi, täidetakse ettenähtud lahustiga kuni märgini ning homogeenitakse. Tekkiv lahus peab olema täiesti selge. Opalestsentsi või hägususe korral tuleb proov kiiresti läbi paberi filtreerida.

5.3. Kvartsküvett täidetakse saadud lahusega ning ekstinktsioonid mõõdetakse nõutavatel lainepikkustel vahemikus 232 ja 276 nm, võttes võrdluseks kasutatud lahusti.

Registreeritud ekstinktsiooniväärtused peavad jääma vahemikku 0,1–0,8. Vastasel korral tuleb mõõtmisi korrata ja kasutada vajaduse korral vähem või rohkem lahjendatud lahuseid.

MÄRKUS: neelduvuse mõõtmine kogu lainepikkuse vahemikus ei tarvitse olla vajalik.

6. TULEMUSTE VÄLJENDAMINE

6.1. Registreeritakse eriekstinktsioonid (ekstinktsioonikoefitsiendid) eri lainepikkustel, mis arvutatakse järgmise võrrandi alusel:

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

kus:

Kλ = on eriekstinktsioon lainepikkusel λ;

Eλ = on ekstinktsioon lainepikkusel λ;

c = on lahuse kontsentratsioon g/100 ml;

s = on lahusekihi paksus ehk kvartsküveti läbimõõt (cm).

Tulemused väljendatakse kahe kümnendikkoha täpsusega.

6.2. **Eriekstinktsiooni variatsioon (ΔK)**

ELi ametliku meetodi kohasel oliiviõli spektrofotomeetrilisel analüüsil määratakse ka eriekstinktsiooni absoluutväärtuse variatsioon (ΔK), mis arvutatakse järgmiselt:

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

kus Km on eriekstinktsioon lainepikkusel m; maksimaalse neeldumise lainepikkus sõltub kasutatavast lahustist: 270 tsükloheksaani puhul ja 268 isooktaani puhul.

Liide

OLIIVIÕLI NÄITAJAD

	Kategooria	Rasvhapete metüülestrid (FAME) ja rasvhapete etüülestrid (FAEE)	Happelisus (%) (*)	Peroksiidindeks mekv O2 / kg (*)	Vahad mg/kg (**)	2-glütserüülmonopalmitaat (%)	Stigmastadieen mg/kg [1]	Vahe: ECN42 (HPLC) ECN42 (teoreetiliselt arvutatud)	K_{232} (*)	K_{270} (*) 'K 270 või K 268 [5]'	Delta-K (*) [5]	Organoleptiline hindamine Puuduse mediaan (Md) (*)	Organoleptiline hindamine Viljale iseloomulikkuse mediaan (Mf)(*)
1.	Ekstra-neitsioliiviõli	Σ FAME + FAEE ≤75 mg/kg või 75 mg/kg <Σ FAME + FAEE ≤150 mg/kg ja (FAEE/FAME) ≤1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 kui palmitiinhappe üldsisaldus % ≤ 14 % 1,0 kui palmitiinhappe üldsisaldus % > 14%	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
2.	Neitsioliiviõli	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 kui palmitiinhappe üldsisaldus % ≤ 14% ≤ 1,0 kui palmitiinhappe üldsisaldus % > 14%	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
3.	Lambiõli	—	> 2,0	—	≤ 300 [3]	≤ 0,9 kui palmitiinhappe üldsisaldus % ≤ 14 % ≤ 1,1 kui palmitiinhappe üldsisaldus % > 14%	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 [2]	—
4.	Rafineeritud oliiviõli	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9 kui palmitiinhappe üldsisaldus % ≤ 14 % ≤ 1,1 kui palmitiinhappe üldsisaldus % > 14%	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
5.	Rafineeritud ja neitsioliiviõlist koosnev oliiviõli	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9 kui palmitiinhappe üldsisaldus % ≤ 14 % ≤ 1,0 kui palmitiinhappe üldsisaldus % > 14%	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
6.	Töötlemata oliivijääkõli	—	—	—	> 350 [4]	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7.	Rafineeritud oliivijääkõli	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8.	Oliivijääkõli		≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

[1] Kokku isomeere, mis õnnestus (mida ei õnnestunud) lahutada kapillaarkolonniga.
[2] Või kui puuduse mediaan on 3,5 või väiksem ja viljale iseloomulikkuse mediaan on 0.
[3] Õlisid vahasisaldusega 300–350 mg/kg käsitatakse lambiõlidena, kui alifaatsete alkoholide üldsisaldus on 350 mg/kg või väiksem või kui erütrodiooli ja uvaooli sisaldus on 3,5 % või väiksem.
[4] Õlisid vahasisaldusega 300–350 mg/kg käsitatakse töötlemata oliivijääkõlidena, kui alifaatsete alkoholide üldsisaldus on üle 350 mg/kg ning kui erütrodiooli ja uvaooli sisaldus on suurem kui 3,5 %.
[5] K 270, kui lahusti on tsükloheksaan, K 268, kui lahusti on isooktaan."

II LISA

„XVIII LISA

ECN 42-TRIATSÜÜLGLÜTSEROOLIDE TEGELIKU JA TEOREETILISELT ARVUTATUD SISALDUSE VAHE MÄÄRAMINE

1. KASUTUSALA

Kõrgefektiivse vedelikkromatograafiaga (HPLC) määratud ekvivalentse süsinikuarvuga 42 ($ECN42_{HPLC}$) triatsüülglütseroolide eksperimentaalsete väärtuste ja rasvhappekoostisest arvutatud ekvivalentse süsinikuarvuga 42 ($ECN42_{teoreetiline}$) triatsüülglütseroolide teoreetiliste väärtuste absoluutarvulise vahe määramine.

2. KOHALDAMISALA

Käesolevat normi kohaldatakse oliiviõlidele. Meetodit võib kasutada (linoolhapperikka) seemneõli väikeste koguste avastamiseks iga kategooria oliiviõlides.

3. PÕHIMÕTE

HPLC-analüüsiga määratud ECN42-triatsüülglütseroolide sisaldus ja ECN42-triatsüülglütseroolide teoreetiline sisaldus (mis on arvutatud gaas-vedelik-kromatograafiaga määratud rasvhappekoostise põhjal) on ehtsate oliiviõlide puhul omavahel teataval määral kooskõlas. Nende vahe, mis on suurem iga õlitüübi jaoks heakskiidetud väärtusest, osutab sellele, et õli sisaldab seemneõlisid.

4. MEETOD

ECN42-triatsüülglütseroolide teoreetilise sisalduse arvutamine ja HPLC-andmetega võrdlemisest vahe leidmine toimub peamiselt muude meetoditega saadud analüüsiandmetega kooskõlastamise kaudu. Selles on võimalik eristada kolme etappi: rasvhappekoostise määramine kapillaargaasikromatograafiaga, ECN42-triatsüülglütseroolide teoreetilise sisalduse arvutamine, ECN42-triatsüülglütseroolide määramine HPLC meetodiga.

4.1. **Seadmed**

4.1.1. 250 ml ja 500 ml ümarapõhjalised kolvid.

4.1.2. 100 ml keeduklaasid.

4.1.3. Klaasist kromatograafiakolonn sisediameetriga 21 mm ja pikkusega 450 mm, varustatud kraaniga ja ülaosas normaallihvmuhviga.

4.1.4. 250 ml jaotuslehtrid, normaallihvkerniga alumises osas, mis sobib ühendamiseks kolonni ülemise otsaga.

4.1.5. 600 mm pikkune klaaspulk.

4.1.6. Klaaslehter läbimõõduga 80 mm.

4.1.7. 50 ml mõõtkolvid.

4.1.8. 20 ml mõõtkolvid.

4.1.9. Pöördauruti.

4.1.10. Kõrgefektiivne vedelikkromatograaf, mille kolonni temperatuuri on võimalik hoida etteantud väärtuse juures.

4.1.11. Sissesüstimissüsteem, millesse on võimalik süstida 10 µl proove.

4.1.12. Detektorina kasutatakse diferentsiaalrefraktomeetrit. Kogu mõõtepiirkonna ulatuses peaks tundlikkus olema vähemalt 10^{-4} murdumisnäitaja ühikut.

4.1.13. Kolonn: roostevabast terasest toru pikkusega 250 mm ja sisediameetriga 4,5 mm, täidiseks on ränidioksiidiosakesed läbimõõduga 5 µm; täidis sisaldab 22–23 % süsinikku oktadetsüülsilaani kujul.

4.1.14. Andmetöötlustarkvara.

4.1.15. Umbes 2 ml ruumalaga viaalid, millel on keeratavad korgid ja teflontihendid.

4.2. **Reaktiivid**

Kõik reaktiivid peaksid olema puhtusastmega „analüütiliselt puhas". Elueerimislahustid peaksid olema gaasivabad ja neid võib korduvalt kasutada, ilma et see mõjutaks lahutust.

4.2.1. Kromatograafiliselt puhas petrooleeter keemistemperatuuriga 40–60 °C või heksaan.

4.2.2. Värskelt destilleeritud peroksiidivaba dietüüleeter.

4.2.3. Elueerimislahusti õli puhastamiseks kolonnkromatograafia abil: petrooleetri ja etüüleetri segu komponentide suhtega 87/13 (v/v).

4.2.4. Silikageel, mešš 70–230, tüüp Merck 7734, veesisaldus standarditud 5 massiprotsendile.

4.2.5. Klaasvatt.

4.2.6. Atsetoon HPLC jaoks.

4.2.7. Atsetonitriil või propionitriil HPLC jaoks.

4.2.8. HPLC-elueerimislahusti: atsetonitriil + atsetoon (vahekorda tuleb soovitud lahutuse saamiseks kohandada; alustada tuleks seguga 50:50) või propionitriil.

4.2.9. Solubiliseerimislahusti: atsetoon.

4.2.10. Võrdlustriglütseriidid: võib kasutada müügil olevaid triglütseriide (tripalmitiin, trioleiin, jne); nende retentsiooniajad kantakse graafikule funktsioonina ekvivalentsest süsinikuaatomite arvust; samuti võib kasutada võrdluskromatogramme, mis on saadud sojaõliga, seguga sojaõli-oliiviõli 30:70 ja puhta oliiviõliga (vt märkused 1 ja 2 ning joonised 1–4).

4.2.11. Tahke faasi ekstraktsiooni kolonn mahuga 6 ml, sisaldab 1 g ränidioksiidi.

4.3. **Proovi ettevalmistamine**

Kuna mitmed segavad ained võivad anda valepositiivseid tulemusi, tuleb proov alati puhastada vastavalt IUPACi meetodile 2.507, mida kasutatakse polaarsete ühendite määramiseks praadimisõlides.

4.3.1. *Kromatograafilise kolonni ettevalmistamine*.

Kolonni (4.1.3) valatakse umbes 30 ml elueerimislahustit (4.2.3), seejärel pannakse kolonni veidi klaasvatti (4.2.5) ja lükatakse see klaaspulga (4.1.5) abil kolonni põhja.

100 ml keeduklaasis suspendeeritakse 25 g silikageeli (4.2.4) 80 ml elueerimissegus (4.2.3), seejärel kallatakse suspensioon klaaslehtri (4.1.6) abil kolonni.

Silikageeli täielikuks ülekandmiseks kolonni loputatakse keeduklaasi elueerimisseguga ja kantakse ka loputamiseks kasutatud vedelikukogused kolonni.

Avatakse kraan ja lastakse lahustil kolonnist läbi voolata, kuni lahusti nivoo jääb umbes 1 cm kõrgusele silikageeli pinnast.

4.3.2. *Kolonnkromatograafia*

50 ml mõõtkolbi (4.1.7) kaalutakse täpsusega 0,001 g 2,5 ± 0,1 g õli, mis on eelnevalt filtritud, homogeenitud ja vajaduse korral muudetud veevabaks.

Õli lahustatakse umbes 20 ml elueerimislahustis (4.2.3). Vajaduse korral soojendatakse veidi, et hõlbustada lahustumist. Jahutatakse toatemperatuurini ja täiendatakse elueerimislahustiga märgini.

Mõõtpipetiga viiakse 20 ml lahust punkti 4.3.1 kohaselt ettevalmistatud kolonni, avatakse kraan ja lastakse lahustil voolata, kuni nivoo kolonnis jõuab silikageelikihi pinnani.

Seejärel elueeritakse 150 ml elueerimislahustiga (4.2.3), seades lahusti voolukiiruseks umbes 2 ml/min (150 ml lahusti voolamiseks läbi kolonni kulub umbes 60–70 minutit).

Eluaat kogutakse 250 ml ümarkolbi (4.1.1), mis on eelnevalt ahjus kuumutatud konstantse kaaluni ja täpselt kaalutud. Lahus aurutatakse pöördaurutil (4.1.9) vaakumis lahustist kuivaks ja kaalutakse jääk, mida kasutatakse HPLC-analüüsi ja metüülestrite sünteesimiseks kasutatavate lahuste valmistamiseks.

Proovist peab pärast kolonni olema võimalik taastuvastada vähemalt 90 % ekstraneitsiõli, neitsiõli, tavalise rafineeritud oliiviõli ja oliiviõli eri kategooriate puhul ning vähemalt 80 % lambiõli ja oliivijääkõli puhul.

4.3.3. *Puhastamine tahke faasi ekstraktsiooniga*

Ränidioksiidi sisaldav tahke faasi ekstraktsiooni kolonn aktiveeritakse, milleks sellest lastakse vaakumis läbi 6 ml heksaani (4.2.3), kuid välditakse kolonni kuivaks jäämist.

Kaalutakse 0,12 g täpsusega 0,001 g 2 ml viaali (4.1.15) ja lahustatakse 0,5 ml heksaanis (4.2.3).

Lahus kantakse tahke faasi ekstraktsiooni kolonni ja voolutatakse siis vaakumit kasutades 10 ml heksaani-dietüüleetri seguga vahekorras 87:13 mahuosa (4.2.3).

Kogutud fraktsioon aurutatakse rotaatoril (4.1.9) vaakumis toatemperatuuril kuivaks. Jääk lahustatakse 2 ml atsetoonis (4.2.6) triatsüülglütseroolide analüüsiks.

4.4. **HPLC-analüüs**

4.4.1. *Proovide ettevalmistamine kromatograafilise analüüsi jaoks*

Valmistatakse uuritava proovi 5 % lahus, milleks kaalutakse 10 ml mõõtkolbi 0,5 ± 0,001 g proovi ja katseklaas täidetakse solubiliseerimislahustiga (4.2.9) kuni 10 ml märgini.

4.4.2. *Analüüsi käik*

Koostatakse kromatograafiasüsteem. Kogu süsteemi läbipesemiseks pumbatakse sellest läbi elueerimislahustit (4.2.8) kiirusega 1,5 ml/min. Oodatakse, kuni tekib stabiilne nulljoon.

Kolonni süstitakse 10 µl proovi, mis on ette valmistatud vastavalt punktile 4.3.

4.4.3. *Arvutuskäik ja tulemuste esitamine*

Kasutatakse pindalade normeerimise meetodit, mille puhul eeldatakse, et ekvivalentse süsinikuaatomite arvuga 42 kuni 52 triatsüülglütseroolide piikide pindalade summa on 100 %.

Iga triglütserooli suhteline protsendiline sisaldus arvutatakse järgmise võrrandiga:

triglütserooli % = piigi pindala × 100/piigipindalade summa.

Tulemused esitatakse vähemalt kahe kümnendikkoha täpsusega.

Vt joonealused märkused 1–4.

4.5. **Triatsüülglütseroolse koostise (moolprotsent) arvutamine rasvhappekoostise andmetest (pindalaprotsent)**

4.5.1. *Rasvhappekoostise määramine*

Rasvhappekoostis määratakse meetodiga ISO 5508 kapillaarkolonni abil. Metüülestrid valmistatakse vastavalt dokumendis COI/T.20/Doc. No 24 esitatud eeskirjale.

4.5.2. *Arvutustes kasutatavad rasvhapped*

Glütseroolid rühmitatakse nende ekvivalentse süsinikuaatomite arvu (ECN) järgi, võttes arvesse ECNi ja rasvhapete järgmisi ekvivalentsusi. Arvestatakse üksnes rasvhappeid süsinikuaatomite arvuga 16 ja 18, kuna üksnes nimetatud rasvhapped on oliiviõli puhul olulised. Rasvhapped tuleks normeerida 100 %-le.

Rasvhape	Lühend	Molekulmass (MW)	ECN
Palmitiinhape	P	256,4	16
Palmitoleiinhape	Po	254,4	14
Stеariinhape	S	284,5	18
Oleiinhape	O	282,5	16
Linoolhape	L	280,4	14
Linoleenhape	Ln	278,4	12

4.5.3. *Pindalaprotsentide (area %) teisendamine kõikide rasvhapete moolideks (1) (area % X on rasvhappe X pindalaprotsent ja MW X on rasvhappe X molekulmass)*

$$\text{P moolid} = \frac{\text{area \% P}}{\text{MW P}} \qquad \text{S moolid} = \frac{\text{area \% S}}{\text{MW S}} \qquad \text{Po moolid} = \frac{\text{area \% Po}}{\text{MW Po}}$$

$$\text{O moolid} = \frac{\text{area \% O}}{\text{MW O}} \qquad \text{L moolid} = \frac{\text{area \% L}}{\text{MW L}} \qquad \text{Ln moolid} = \frac{\text{area \% Ln}}{\text{MW Ln}}$$

4.5.4. *Rasvhapete moolide normeerimine 100 %-le (2)*

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

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

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

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

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

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

Tulemuseks saadakse iga rasvhappe moolprotsendiline osa 1,2,3-asendatud triatsüülglütseroolides.

Seejärel arvutatakse küllastunud rasvhapete (*saturated fatty acids*, SFA) P ja S ning küllastumata rasvhapete (*unsaturated fatty acids*, UFA) Po, O, L ja Ln summad (3):

SFA mool % = P mool % + S mool %

UFA mool % = 100 – SFA mool %

4.5.5. *Triatsüülglütseroolide 2- ja 1,3-asendis olevate rasvhapete koostise arvutamine*

Rasvhapped jagatakse järgmisel viisil kolme rühma: üks rühm, milles rasvhape on 2-asendis, ning kaks identset rühma, milles rasvhape on 1- ja 3-asendis, kusjuures küllastunud (P ja S) ning küllastumata (Po, O, L ja Ln) hapete koefitsiendid on erinevad.

4.5.5.1. Küllastunud rasvhapped 2-asendis [P(2) ja S(2)] (4)

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

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

4.5.5.2. Küllastumata rasvhapped 2-asendis [Po(2), O(2), L(2) ja Ln(2)] (5):

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

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

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

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

4.5.5.3. Rasvhapped 1,3-asendis [P(1,3), S(1,3), Po(1,3) O(1,3), L(1,3) ja Ln(1,3)] (6)

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

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

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

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

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

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

4.5.6. *Triatsüülglütseroolide arvutamine*

4.5.6.1. Ühe rasvhappe triatsüülglütseroolid (tähis AAA, siin: LLL, PoPoPo) (7)

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

4.5.6.2. Kahe rasvhappe triatsüülglütseroolid (tähis AAB, siin: PoPoL, PoLL) (8)

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

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

4.5.6.3. Kolme erineva rasvhappe triatsüülglütseroolid (tähis ABC, siin: OLLn, PLLn, PoOLn, PPoLn) (9)

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

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

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

4.5.6.4. Triatsüülglütseroolid ekvivalentse süsinikuaatomite arvuga 42 (ECN42)

ECN42-triatsüülglütseroolid arvutatakse võrranditega 7, 8 ja 9 ning need on esitatud vastavalt nende oodatavale elueerumisele HPLCga määramisel (tavaliselt ainult kolm piiki).

LLL

PoLL ja asendiisomeer LPoL

OLLn ning asendiisomeerid OLnL ja LnOL

PoPoL ja asendiisomeer PoLPo

PoOLn ning asendiisomeerid OPoLn ja OLnPo

PLLn ning asendiisomeerid LLnP ja LnPL

PoPoPo

SLnLn ja asendiisomeer LnSLn

PPoLn ning asendiisomeerid PLnPo ja PoPLn

ECN42-triatsüülglütseroolid esitatakse üheksa triatsüülglütserooli ja nende asendiisomeeride summana. Tulemused esitatakse vähemalt kahe kümnendikkoha täpsusega.

5. TULEMUSTE HINDAMINE

Arvutusega määratud teoreetilist sisaldust võrreldakse HPLC-analüüsi abil määratud sisaldusega. Kui HPLC-andmetest määratud sisalduse ja teoreetiliselt arvutatud sisalduse vahe absoluutväärtus on suurem väärtusest, mis on asjaomase õlikategooria jaoks esitatud standardis, sisaldab proov seemneõli.

Tulemused esitatakse kahe kümnendikkoha täpsusega.

6. NÄIDE (NUMBRITEGA ON VIIDATUD MEETODI KIRJELDUSE PUNKTIDELE)

— 4.5.1. *Rasvhapete moolprotsendi arvutamine gaas-vedelik-kromatograafia andmetest (normeeritud pindalaprotsent)*

Gaas-vedelik-kromatograafia abil on rasvhappekoostise kohta saadud järgmised andmed:

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

— 4.5.3. *Pindalaprotsentide teisendamine kõikide rasvhapete moolideks (vt võrrand 1)*

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

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

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

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

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

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

Kokku = 0,35821 mooli triatsüülglütseroole

— 4.5.4. *Rasvhapete moolide normeerimine 100 %-le (vt võrrand 2)*

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

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

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

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

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

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

Kokku moolprotsente = 100 %

Triatsüülglütseroolide 1,2,3-asendis olevate küllastunud ja küllastumata rasvhapete summa (vt võrrand 3):

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

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

— 4.5.5. *Triatsüülglütseroolide 2- ja 1,3-asendis olevate rasvhapete koostise arvutamine*

— 4.5.5.1. Küllastunud rasvhapped 2-asendis [P(2) ja S(2)] (vt võrrand 4)

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

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

— 4.5.5.2. Küllastumata rasvhapped 2-asendis [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) ja Ln(1,3)] (vt võrrand 5)

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

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

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

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

— 4.5.5.3. Rasvhapped 1,3-asendis [P(1,3), S(1,3), Po(1,3) O(1,3), L(1,3) ja Ln(1,3)] (vt võrrand 6)

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

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

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

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

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

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

— 4.5.6. *Triatsüülglütseroolide arvutamine*

Arvutatud stereokeemilise numeratsiooni kohaselt 2- ja 1,3-asendis olevate rasvhapete koostisest:

Rasvhape	1,3-asendis	2-asendis
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 %
Summa	100,0 %	100,0 %

arvutatakse järgmised triatsüülglütseroolid:

LLL

PoPoPo

PoLL ühe asendiisomeeriga

SLnLn ühe asendiisomeeriga

PoPoL ühe asendiisomeeriga

PPoLn kahe asendiisomeeriga

OLLn kahe asendiisomeeriga

PLLn kahe asendiisomeeriga

PoOLn kahe asendiisomeeriga

— 4.5.6.1. Ühe rasvhappega triatsüülglütseroolid (LLL, Po,Po,Po) (vt võrrand 7)

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

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

— 4.5.6.2. Kahe rasvhappega triatsüülglütseroolid (PoLL, SLnLn, PoPoL) (vt võrrand 8)

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

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

0,03210 PoLL mooli

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

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

0,00094 SLnLn mooli

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

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

0,00354 PoPoL mooli

— 4.5.6.3. Kolme erineva rasvhappe triatsüülglütseroolid (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn) (vt võrrand 9)

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

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

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

0,00761 PPoLn mooli

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

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

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

0,43655 OLLn mooli

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

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

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

0,06907 PLLn mooli

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

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

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

0,04812 PoOLn mooli

ECN42-triatsüülglütseroole = 0,69512 mooli

Märkus 1: elueerumisjärjekorda võib määrata ekvivalentse süsinikuarvu arvutamise teel, mida väljendab sageli seos ECN = CN – 2n, kus CN on süsinikuaatomite arv ja n on kaksiksidemete arv; kaksiksideme päritolu arvesse võttes on seda võimalik täpsemalt arvutada. Kui n_o, n_l ja n_{ln} on vastavalt oleiinhappele, linoolhappele ja linoleenhappele omistatud kaksiksidemete arvud, on ekvivalentset süsinikuaatomite arvu võimalik arvutada järgmise valemiga:

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

milles koefitsiente d_o, d_1 ja d_{1n} on võimalik arvutada võrdlustriglütseriidide andmetest. Käesolevas meetodis täpsustatud tingimustel on võrrand ligikaudu järgmine:

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

Märkus 2: mitme võrdlustriglütseriidi abil on võimalik arvutada trioleiini lahutus:

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

kasutades taandatud retentsiooniaega RT^1 = RT – RT lahusti.

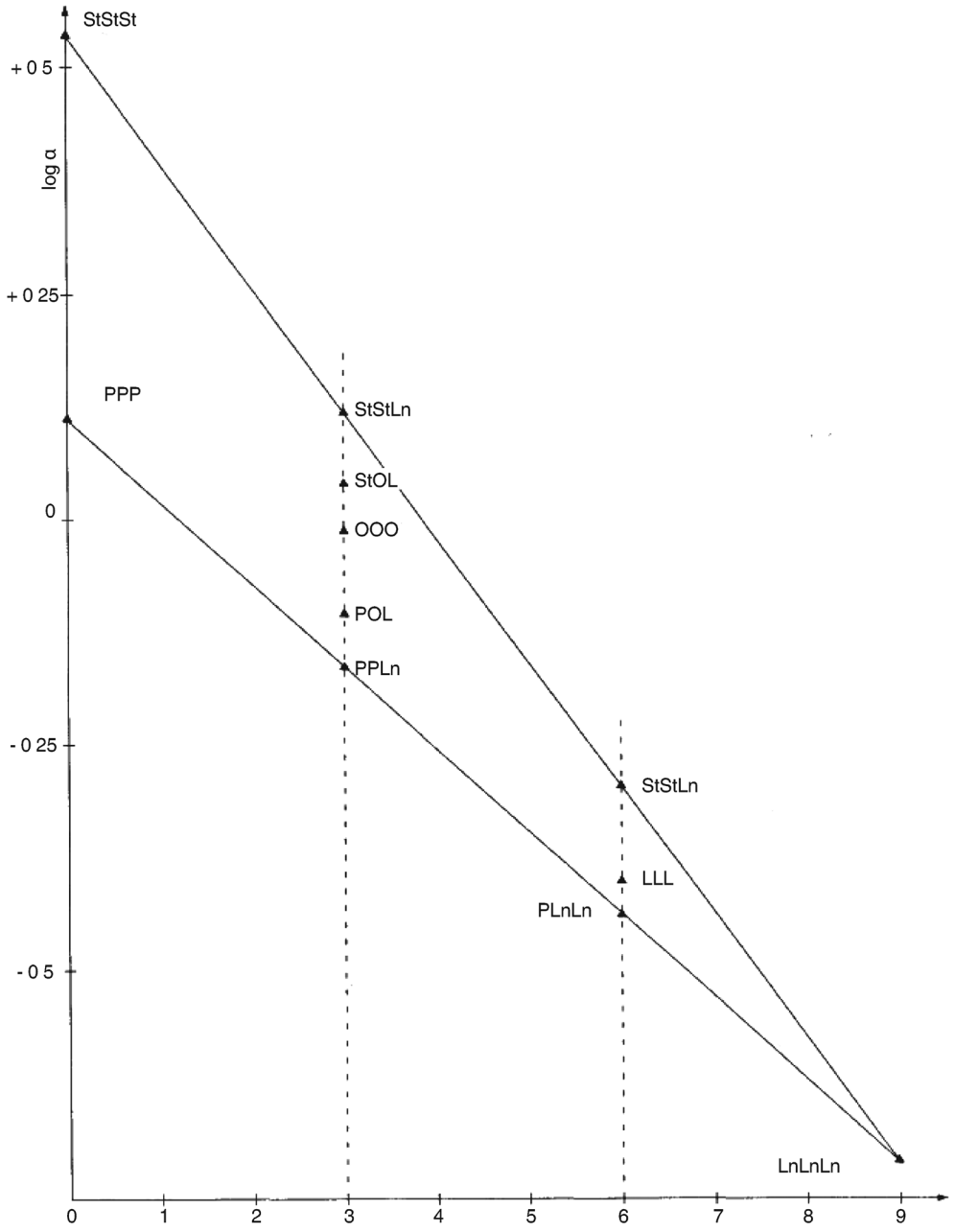
log α ja kaksiksidemete arvu f vahelise sõltuvuse graafiku järgi saab määrata kindlaks kõikide võrdlustrigütseriidides sisalduvate rasvhapete triglütseriidide retentsiooniajad (vt joonis 1).

Märkus 3: kolonni lahutusvõime peab võimaldama trilinoleiini piigi selget eristumist lähedase retentsiooniajaga triglütseriidide piikidest. Voolutamist jätkatakse kuni ECN52 piigini.

Märkus 4: kõikide kõnealuse analüüsi seisukohast huvipakkuvate piikide pindalade õige määramine on tagatud juhul, kui ECN50-le vastava teise piigi kõrgus on 50 % meeriku täisskaalast.

Joonis 1

Graafik: log α sõltuvus kaksiksidemete arvust f



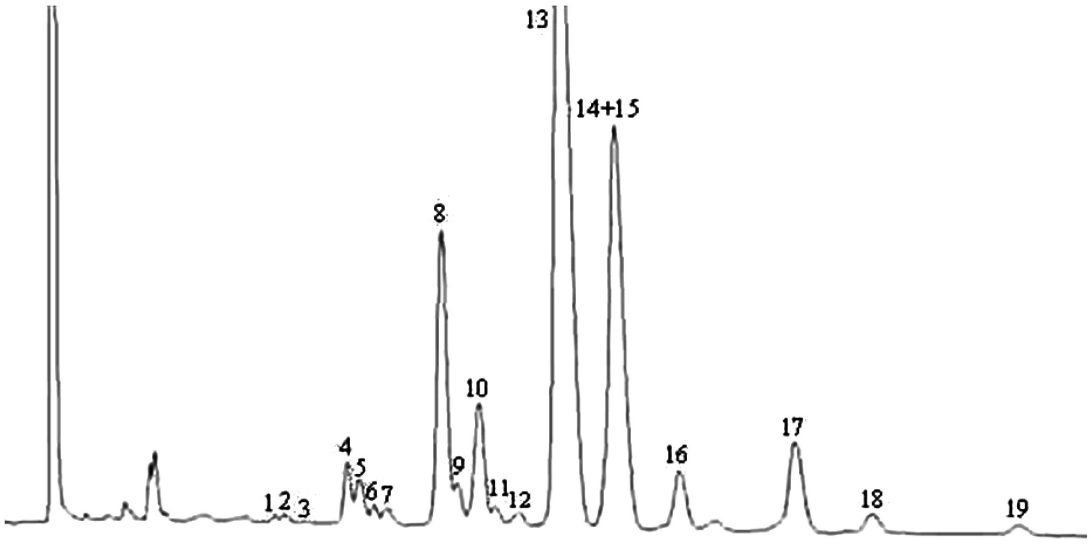
Kaksiksidemete arv

La: lauriinhape; My: müristiinhape; P: palmitiinhape; S: stеariinhape; O: oleiinhape; L: linoolhape; Ln: linoleenhape.

Joonis 2

Vähese linoolhappesisaldusega oliiviõli

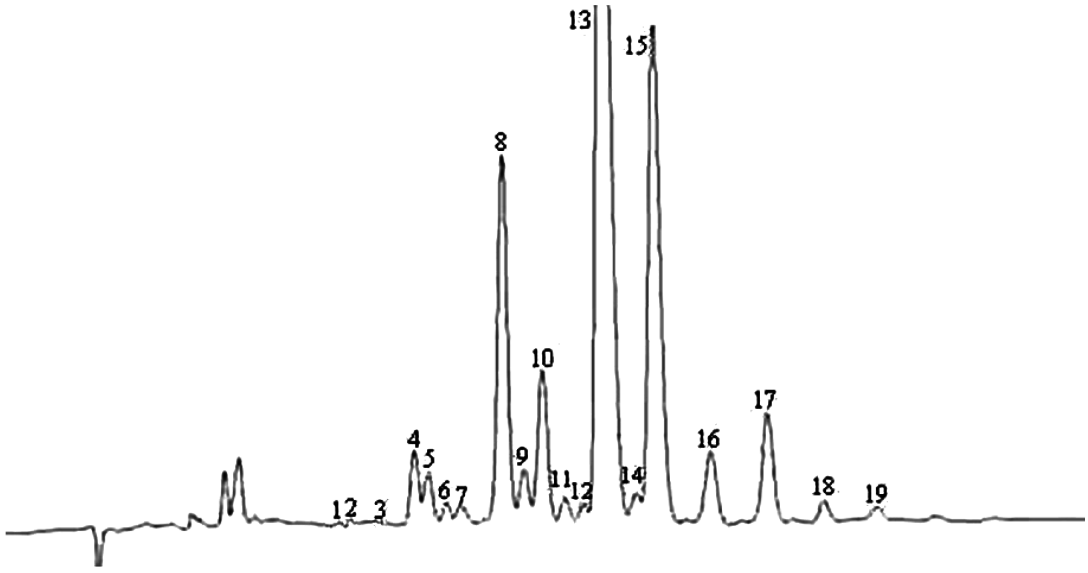
a)



Lahusti: atsetoon/atsetonitriil.

Kromatogramm a: kromatograafiliste piikide peamised komponendid: **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)



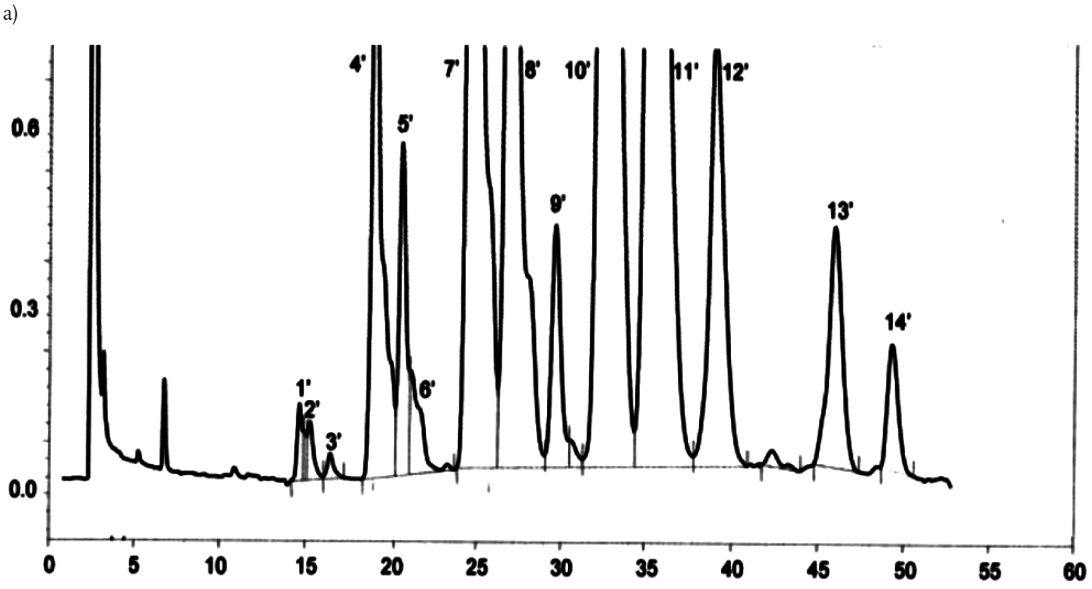
Lahusti: propionitriil

Kromatogramm b: kromatograafiliste piikide peamised komponendid: **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.

Joonis 3

Suure linoolhappesisaldusega oliiviõli

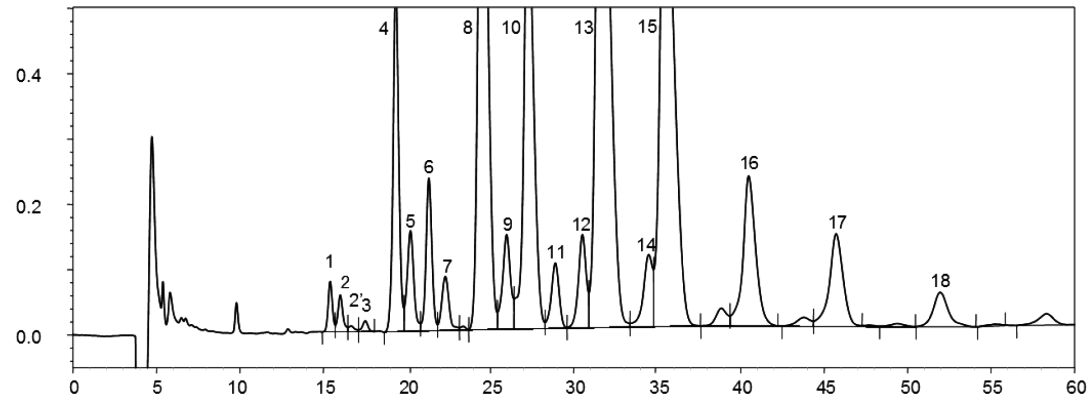
a)



Lahusti: atsetoon/atsetonitriil (50:50).

Kromatogramm a: kromatograafiliste piikide peamised komponendid: **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)



Lahusti: propionitriil.

Kromatogramm b: kromatograafiliste piikide peamised komponendid: **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."

III LISA

„XXI LISA

Oliiviõlide vastavuse artikli 8 lõikes 2 osutatud kontrollimise tulemused

				Märgistamine						Keemilised näitajad			Organoleptilised omadused (4)			Lõppjäreldus	
Proov	Kategooria	Päritoluriik	Kontrollimise koht (1)	Ametlik nimi	Päritolunimetus	Säilitustingimused	Vigane teave	Loetavus	V/EV (3)	Näitajate kõrvalekalded on üle piiri Jah/Ei	Kui „jah”, siis millised (2)	V/EV (3)	Puuduse mediaan	Puuviljasuse mediaan	V/EV (3)	Vajalik meede	Karistused

(1) Siseturg (tootmiskäitis, villimiskäitis, jaemüügietapp), eksport, import.
(2) Igale I lisas esitatud oliiviõli näitajale on omistatud kood.
(3) Vastab / Ei vasta.
(4) Ei nõuta oliiviõli ja oliivijääkõli puhul.”