KOMISIJOS ĮGYVENDINIMO REGLAMENTAS (ES) Nr. 299/2013

2013 m. kovo 26 d.

kuriuo iš dalies keičiamas Reglamentas (EEB) Nr. 2568/91 dėl maišyto alyvuogių aliejaus ir maišyto alyvuogių išspaudų aliejaus savybių ir dėl atitinkamų analizės metodų

EUROPOS KOMISIJA,

atsižvelgdama į Sutartį dėl Europos Sąjungos veikimo,

atsižvelgdama į 2007 m. spalio 22 d. Tarybos reglamentą (EB) Nr. 1234/2007, nustatantį bendrą žemės ūkio rinkų organizavimą ir konkrečias tam tikriems žemės ūkio produktams taikomas nuostatas (Bendrą bendro žemės ūkio rinkų organizavimo reglamentą) ([1]), ypač į jo 113 straipsnio 1 dalies a punktą ir 121 straipsnio pirmos pastraipos a punktą kartu su 4 straipsniu,

kadangi:

(1) 1991 m. liepos 11 d. Komisijos reglamentu (EEB) Nr. 2568/91 dėl maišyto alyvuogių aliejaus ir maišyto alyvuogių išspaudų aliejaus savybių ir dėl atitinkamų analizės metodų ([2]) nustatytos cheminės ir organoleptinės alyvuogių aliejaus ir maišyto alyvuogių išspaudų aliejaus savybės bei šių savybių analizės metodai. Remiantis chemijos ekspertų nuomone ir Tarptautinės alyvuogių aliejaus tarybos (toliau – TAAT) atliekamu darbu minėtus metodus reikėtų atnaujinti;

(2) pagal Reglamento (EB) Nr. 1234/2007 113 straipsnio 3 dalį valstybės narės turi tikrinti, ar alyvuogių aliejus ir maišytas alyvuogių išspaudų aliejus atitinka Reglamente (EEB) Nr. 2568/91 išdėstytus prekybos standartus, ir prireikus skirti baudas. Išsamios minėtų atitikties patikrų taisyklės nurodytos Reglamento (EEB) Nr. 2568/91 2 ir 2a straipsniuose. Tomis taisyklėmis turėtų būti užtikrinta, kad alyvuogių aliejus, kurio kokybės standartas nustatytas, faktiškai atitiktų tokį standartą. Taisykles reikėtų tikslinti, įskaitant rizikos analizę. Minėtų atitikties patikrų tikslais reikėtų apibrėžti sąvoką „parduodamas alyvuogių aliejus“;

(3) iš patirties žinoma, kad yra tam tikra sukčiavimo rizika, dėl kurios vartotojai negali būti visiškai apsaugoti, kaip numatyta Reglamente (EEB) Nr. 2568/91. Todėl alyvuogių aliejaus turėtojai turėtų registruoti kiekvienos kategorijos aliejaus priėmimą ir išdavimą. Siekiant išvengti per didelės administracinės naštos, tačiau nepakenkti alyvuogių aliejaus registro tikslams, informacija turėtų būti renkama tik iki alyvuogių aliejaus išpilstymo į butelius etapo;

(4) siekiant užtikrinti tęstinumą ir įvertinti Reglamento (EEB) Nr. 2568/91 priemones, valstybės narės turėtų pranešti Komisijai ne tik apie nacionalines įgyvendinimo priemones, bet ir apie atitikties patikrų rezultatus;

(5) siekiant tęsti derinimą su TAAT nustatytais tarptautiniais standartais, reikėtų atnaujinti kai kuriuos analizės metodus, nustatytus Reglamente (EEB) Nr. 2568/91. Todėl minėto reglamento XVIII priede pateiktą analizės metodą reikėtų pakeisti efektyvesniu. Taip pat reikėtų ištaisyti keletą to reglamento IX priede pateiktų analizės metodų nenuoseklumų ir neužbaigtumų;

(6) valstybėms narėms reikia pereinamojo laikotarpio, kad jos galėtų pradėti taikyti naujas šiuo reglamentu nustatytas taisykles;

(7) Komisija sukūrė elektroninio dokumentų tvarkymo ir procedūrų valdymo informacinę sistemą, naudojamą vidaus darbo procedūroms ir ryšiams su valdžios institucijomis, dalyvaujančiomis įgyvendinant bendrą žemės ūkio politiką. Manoma, kad naudojantis ta sistema gali būti įvykdyti Reglamente (EEB) Nr. 2568/91 numatyti įpareigojimai teikti pranešimus pagal 2009 m. rugpjūčio 31 d. Komisijos reglamentą (EB) Nr. 792/2009, kuriuo nustatomos išsamios valstybių narių bendrojo rinkų organizavimo įgyvendinimo, tiesioginių išmokų tvarkos, žemės ūkio produktų gamybos ir pardavimo skatinimo, atokiausiems regionams ir mažosioms Egėjo jūros saloms taikomos tvarkos informacijos ir dokumentų teikimo Komisijai taisyklės ([3]);

(8) todėl Reglamentas (EEB) Nr. 2568/91 turėtų būti atitinkamai iš dalies pakeistas;

(9) Bendro žemės ūkio rinkų organizavimo vadybos komitetas nuomonės per pirmininko nustatytą laiką nepateikė,

PRIĖMĖ ŠĮ REGLAMENTĄ:

1 straipsnis

Reglamentas (EEB) Nr. 2568/91 iš dalies keičiamas taip:

1) 2a straipsnis pakeičiamas taip:

„*2a straipsnis*

1. Šiame straipsnyje „parduodamas alyvuogių aliejus“ – visas atitinkamos valstybės narės alyvuogių aliejaus ir alyvuogių išspaudų aliejaus kiekis, suvartojamas toje valstybėje narėje arba eksportuojamas iš tos valstybės narės.

([1]) OL L 299, 2007 11 16, p. 1.
([2]) OL L 248, 1991 9 5, p. 1.
([3]) OL L 228, 2009 9 1, p. 3.

2. Valstybės narės užtikrina, kad atitikties patikros būtų atliekamos atrankiai, remiantis rizikos analize, ir tinkamu dažnumu, taip užtikrinant, kad parduodamas alyvuogių aliejus atitiktų deklaruojamą kategoriją.

3. Rizikos vertinimo kriterijai gali būti šie:

a) aliejaus kategorija, gamybos laikotarpis, aliejaus kaina palyginti su kitokio aliejaus kaina, maišymo ir pakavimo veiksmai, laikymo įrenginiai ir sąlygos, kilmės šalis, paskirties šalis, gabenimo būdas arba partijos apimtis;

b) veiklos vykdytojų padėtis prekybos grandinėje, jų parduodamo aliejaus kiekis ir (arba) vertė, jų parduodamo aliejaus kategorijų įvairovė, vykdomo verslo rūšis, pvz., malimas, laikymas, rafinavimas, maišymas, pakavimas arba mažmeninė prekyba;

c) anksčiau atliktų patikrų rezultatai, įskaitant nustatytų defektų skaičių ir pobūdį, įprastą parduodamo aliejaus kokybę, naudojamos techninės įrangos darbinius parametrus;

d) veiklos vykdytojų taikomų kokybės užtikrinimo sistemų arba savikontrolės sistemų, susijusių su atitiktimi prekybos standartams, patikimumas;

e) vieta, kurioje atliekama patikra, ypač jei tai pirmasis patekimo į Sąjungą taškas, paskutinis taškas prieš išgabenant iš Sąjungos arba vieta, kurioje aliejus gaminamas, pakuojamas, kraunamas arba parduodamas galutiniam vartotojui;

f) bet kokia kita informacija, iš kurios būtų galima įžvelgti neatitikties riziką.

4. Valstybės narės iš anksto nustato:

a) partijų neatitikties reikalavimams rizikos vertinimo kriterijus;

b) remdamosi rizikos analize pagal kiekvieną rizikos kategoriją – mažiausią veiklos vykdytojų arba partijų ir (arba) kiekio, kurių atitikties patikra bus atliekama, kiekį.

Per metus atliekama bent viena kiekvieno tūstančio tonų alyvuogių aliejaus, parduodamo valstybėje narėje, atitikties patikra.

5. Valstybės narės atitiktį tikrina:

a) bet kokia eilės tvarka atlikdamos I priede nurodytas analizes arba

b) laikydamosi Ib priedo schemoje sprendimams priimti nustatytos eilės tvarkos, kol gaunamas vienas šioje schemoje įrašytų atsakymų.“

2) 3 straipsnis pakeičiamas taip:

„*3 straipsnis*

Jei nustatoma, kad aliejus neatitinka jo kategorijos aprašymo, suinteresuota valstybė narė, nedarydama poveikio bet kokioms kitoms bausmėms, taiko veiksmingas, proporcingas ir atgrasias bausmes, atsižvelgdama į nustatyto pažeidimo sunkumą.

Jei atlikus patikras nustatoma didelių pažeidimų, valstybės narės padidina patikrų, susijusių su prekybos etapu, aliejaus kategorija, kilme ar kitais kriterijais, dažnumą.“

3) Įterpiamas 7a straipsnis:

„*7a straipsnis*

Fiziniai arba juridiniai asmenys ir asmenų grupės, laikantys alyvuogių aliejų ir alyvuogių išspaudų aliejų nuo ekstrahavimo malūne iki išpilstymo į butelius (imtinai), nesvarbu, kokiais profesiniais ar komerciniais tikslais, turi registruoti kiekvienos tokio kategorijos aliejaus priėmimą ir išdavimą.

Valstybė narė užtikrina, kad būtų tinkamai laikomasi pirmojoje pastraipoje nustatyto įpareigojimo.“

4) 8 straipsnis pakeičiamas taip:

„*8 straipsnis*

1. Valstybės narės praneša Komisijai apie priemones, kuriomis įgyvendinamas šis reglamentas. Jos praneša Komisijai apie visus vėlesnius jų pakeitimus.

2. Ne vėliau kaip iki kiekvienų metų gegužės 31 d. valstybės narės perduoda Komisijai šio reglamento įgyvendinimo praėjusiais kalendoriniais metais ataskaitą. Ataskaitoje pateikiami bent jau atliktų alyvuogių aliejaus atitikties patikrų rezultatai, kaip nurodyta XXI priede pateiktuose šablonuose.

3. Šiame reglamente nurodyti pranešimai teikiami remiantis Komisijos reglamentu (EB) Nr. 792/2009 (*).

(*) OL L 228, 2009 9 1, p. 3.“

5) IX priedas pakeičiamas šio reglamento I priede pateikiamu tekstu.

6) XVIII priedas pakeičiamas šio reglamento II priede pateikiamu tekstu.

7) Pridedamas XXI priedas, kurio tekstas pateikiamas šio reglamento III priede.

2 straipsnis

Šis reglamentas įsigalioja septintą dieną po jo paskelbimo *Europos Sąjungos oficialiajame leidinyje*.

Jis taikomas nuo 2014 m. sausio 1 d. Tačiau 8 straipsnio 2 dalis taikoma nuo 2015 m. sausio 1 d.

Šis reglamentas privalomas visas ir tiesiogiai taikomas visose valstybėse narėse.

Priimta Briuselyje 2013 m. kovo 26 d.

Komisijos vardu
Pirmininkas
José Manuel BARROSO

I PRIEDAS

„IX PRIEDAS

SPEKTROFOTOMETRINIS TYRIMAS ULTRAVIOLETINĖJE SPEKTRO DALYJE

ĮŽANGA

Spektrofotometrinis tyrimas ultravioletinėje spektro dalyje gali suteikti informacijos apie riebalų kokybę, jų išsilaikymo būklę ir technologinių procesų metu įvykusius pasikeitimus.

Absorbcija metode nurodytų bangų ilgių srityje vyksta dėl konjuguotų dienų ir trienų sistemų buvimo. Ši absorbcija reiškiama kaip savitoji ekstinkcija $E^{1\,\%}_{1\,cm}$ (1 cm sluoksnio storio 1 % riebalų tirpalo tam tikrame tirpiklyje ekstinkcija), pagal susitarimą žymima K raide (taip pat vadinama „ekstinkcijos koeficientu“).

1. TAIKYMAS

Metode aprašyta spektrofotometrinio alyvuogių aliejaus tyrimo (nurodyto priedėlyje) ultravioletinėje spektro dalyje atlikimo tvarka.

2. METODO ESMĖ

Analizuojami riebalai ištirpinami reikiamame tirpiklyje, paskui, esant nustatytam bangos ilgiui, matuojama šio tirpalo ekstinkcija, lyginant su grynu tirpikliu. Pagal spektrofotometrinius duomenis skaičiuojamos savitosios ekstinkcijos vertės. Apskaičiuojama savitoji izooktano sugertis esant 232 nm ir 268 nm bangos ilgiui arba savitoji cikloheksano sugertis esant 232 nm ir 270 nm bangos ilgiui, kai koncentracija yra 1 g/100 ml ir naudojama 10 mm storio kiuvetė.

3. ĮRANGA

3.1. Spektrofotometras ekstinkcijai ultravioletinėje spektro dalyje nuo 220 iki 360 nm matuoti su galimybe gauti nanometro eilės rodmenis. Prieš naudojimą rekomenduojama patikrinti spektrometro bangos ilgį ir sugerties skalę, kaip nurodyta toliau.

3.1.1. *Bangos ilgio skalė*. Ją galima patikrinti naudojant etaloninę medžiagą, kurią sudaro optinio stiklo filtras, kuriame yra holmio oksido, kurios sugerties juostos yra aiškios. Etaloninė medžiaga skirta matomos ir ultravioletinės spektro dalies spektrofotometrų, kurių vardinis spektrinis juostos plotis yra 5 nm arba mažesnis, bangos ilgio skalėms tikrinti ir kalibruoti. Matavimai su stikliniu holmio filtru atliekami sugerties režimu lyginant su tuščiu oro matavimu bangų ilgio intervale nuo 640 iki 240 nm. Atliekama kiekvieno spektrinės juostos pločio (0,10–0,25–0,50–1,00–1,50–2,00 ir 3,00) atskaitos vertės korekcija naudojant tuščią kiuvetės laikiklį. Kiekvieno spektrinio juostos pločio bangos ilgis nurodytas etaloninės medžiagos sertifikate ISO 3656 standarte.

3.1.2. *Sugerties skalė*. Ją galima patikrinti naudojant etaloninę medžiagą, kurią sudaro 4 kalio dichromato tirpalai perchlorato rūgštyje, sandariai uždaryti keturiose UV kvarcinio stiklo kiuvetėse, skirti UV dalies tiesiškumui ir fotometriniam tikslumui matuoti. Matavimai su kalio dichromatu užpildytomis kiuvetėmis (40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml ir 100 mg/ml) atliekami lyginant su perchlorato rūgšties palyginamuoju mėginiu. Galutinės sugerties vertės nurodytos etaloninės medžiagos sertifikate ISO 3656 standarte.

3.2. Stačiakampės 1 cm storio kiuvetės iš kvarcinio stiklo, su dangteliais. Ekstinkcijos skirtumas tarp vandeniu arba kitu tinkamu tirpikliu užpildytų kiuvečių neturi būti didesnis kaip 0,01 ekstinkcijos vieneto.

3.3. 25 ml graduotos matavimo kolbos.

3.4. Analizinės svarstyklės, kurios gali rodyti svorį 0,0001 g tikslumu.

4. REAGENTAI

Naudokite tik pripažintus analiziškai grynus reagentus, nebent nurodyta kitaip.

Tirpiklis: izooktanas (2,2,4-trimetilpentanas) matavimams esant 232 nm ir 268 nm bangos ilgiui arba cikloheksanas matavimams esant 232 nm ir 270 nm bangos ilgiui, kai sugertis esant 232 nm bangos ilgiui yra mažesnė nei 0,12, o esant 250 nm bangos ilgiui mažesnė nei 0,05, lyginant su distiliuotu vandeniu ir matuojant 10 mm kiuvetėje.

5. PROCEDŪRA

5.1. Analizuojamas bandinys turi būti visiškai vienalytis ir be įtartinų priemaišų. Kambario temperatūroje skystas aliejus turi būti nufiltruotas per filtro popierių, esant maždaug 30 °C temperatūrai. Kieti riebalai turi būti homogenizuoti ir nufiltruoti, esant temperatūrai ne aukštesnei kaip 10 °C virš lydymosi temperatūros.

5.2. Apie 0,25 g (1 mg tikslumu) taip paruošto bandinio tiksliai pasveriama 25 ml matavimo kolboje, praskiedžiama nurodytu tirpikliu iki žymės ir sumaišoma. Gautas tirpalas turi būti visiškai skaidrus. Jei atsiranda opalescencija arba drumstumas, reikia greitai nufiltruoti per filtro popierių.

5.3. Kvarcinio stiklo kiuvetė užpildoma gautu tirpalu ir, esant reikiamam bangos ilgiui tarp 232 ir 276 nm, matuojama tirpalo ekstinkcija, palyginimui naudojant tirpiklį.

Gaunamos ekstinkcijos vertės turi būti 0,1–0,8 dydžių intervale. Jei taip nėra, matavimai turi būti pakartoti, naudojant atitinkamai labiau praskiestus arba labiau koncentruotus tirpalus.

PASTABA. Gali neprireikti matuoti sugerties visame bangos ilgio intervale.

6. REZULTATŲ APSKAIČIAVIMAS

6.1. Užrašomos savitosios ekstinkcijos (ekstinkcijos koeficientų) vertės, kurios įvairiems bangų ilgiams apskaičiuojamos pagal formulę:

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

čia:

K_λ – savitoji ekstinkcija, esant bangos ilgiui λ;

E_λ – ekstinkcija, išmatuota esant bangos ilgiui λ;

c – tirpalo koncentracija g/100 ml;

S – kvarcinės kiuvetės storis, cm.

Rezultatai turi būti pateikiami šimtųjų tikslumu.

6.2. **Savitosios ekstinkcijos variacija (ΔK)**

Atliekant spektrofotometrinę alyvuogių aliejaus analizę pagal oficialų metodą, aprašytą Sąjungos teisės aktuose, taip pat nustatoma savitosios ekstinkcijos absoliučiosios vertės variacija (ΔK), apskaičiuojama pagal formulę:

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

kurioje Km yra savitoji ekstinkcija esant bangos ilgiui m, didžiausios absorbcijos bangos ilgis priklauso nuo naudojamo tirpiklio – 270 nm cikloheksano atveju ir 268 izooktano atveju.

Priedėlis

ALYVUOGIŲ ALIEJAUS SAVYBĖS

	Kategorija	Riebalų rūgščių metilo esteriai (FAME) ir riebalų rūgščių etilo esteriai (FAEE)	Rūgštingumas (%) (*)	Peroksidų skaičius mEq 02/kg (*)	Vaškai mg/kg (**)	2-glicerilo monopalmitatas (%)	Stigmastadienų mg/kg ([1])	Skirtumas: ECN42 (HPLC) ir ECN42 (teorinis apskaičiavimas)	K_{232} (*)	K_{270} (*) 'K 270) arba K 268 ([5])'	Delta-K (*) ([5])	Organoleptinis trūkumų vidurkio įvertinimas (Md) (*)	Organoleptinis vaisių likučių vidurkio įvertinimas (Mf) (*)
1.	Aukščiausios kokybės pirmojo spaudimo alyvuogių aliejus	Σ FAME + FAEE ≤75 mg/kg arba 75 mg/kg <Σ FAME + FAEE ≤150 mg/kg ir (FAEE/FAME) ≤1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 jei bendras palmitino rūgšties % ≤ 14 % 1,0 jei bendras palmitino rūgšties % > 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
2.	Pirmojo spaudimo alyvuogių aliejus	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 jei bendras palmitino rūgšties % ≤ 14 % ≤ 1,0 jei bendras palmitino rūgšties % > 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
3.	Klasikinis alyvuogių aliejus („lampante“)	—	> 2,0	—	≤ 300 ([3])	≤ 0,9 jei bendras palmitino rūgšties % ≤ 14 % ≤ 1,1 jei bendras palmitino rūgšties % > 14 %	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 ([2])	—
4.	Rafinuotas alyvuogių aliejus	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9 jei bendras palmitino rūgšties % ≤ 14 % ≤ 1,1 jei bendras palmitino rūgšties % > 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
5.	Maišytas rafinuoto ir pirmojo spaudimo alyvuogių aliejus	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9 jei bendras palmitino rūgšties % ≤ 14 % ≤ 1,0 jei bendras palmitino rūgšties % > 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
6.	Neapdorotas alyvuogių išspaudų aliejus	—	—	—	> 350 ([4])	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7.	Rafinuotas alyvuogių išspaudų aliejus	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8.	Alyvuogių išspaudų aliejus		≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

([1]) Izomerų, kurie (ne)galėtų būti atskirti kapiliarine kolonėle, suma.
([2]) Arba kai trūkumų mediana mažesnė arba lygi 3,5; „vaisių“ požymio mediana lygi 0.
([3]) Aliejai, kuriuose yra nuo 300mg/kg iki 350 mg/kg vaškų, laikomi lampante aliejais, jei bendras alifatinių alkoholių kiekis yra ne didesnis nei 350 mg/kg arba eritrodiolio ir uvaolio procentinė dalis yra ne didesnė nei 3,5.
([4]) Aliejai, kuriuose yra nuo 300 mg/kg iki 350 mg/kg vaškų, laikomi neapdorotais alyvuogių išspaudų aliejais, jei bendras alifatinių alkoholių kiekis yra didesnis nei 350 mg/kg ir jei eritrodiolio ir uvaolio procentinė dalis yra didesnė nei 3,5.
([5]) K 270, jeigu tirpiklis yra cikloheksanas, ir K 268, jeigu tirpiklis yra izooktanas.“

II PRIEDAS

„XVIII PRIEDAS

SKIRTUMO TARP FAKTINIO IR TEORINIO TRIACILGLICEROLIŲ KIEKIO SU ECN 42 NUSTATYMAS

1. TAIKYMAS

Absoliutaus skirtumo tarp eksperimentinių triacilglicerolių (TAG) verčių su ekvivalentiniu anglies skaičiumi 42 ($ECN42_{HPLC}$), gautų tiriant aliejų efektyviąja skysčių chromatografija (HPLC), ir teorinių TAG verčių su ekvivalentiniu anglies skaičiumi 42 (ECN $42_{teorinis}$), apskaičiuotų pagal riebalų rūgščių sudėtį, nustatymas.

2. TAIKYMO SRITIS

Standartas taikomas alyvuogių aliejui. Metodas taikomas mažiems sėklų aliejaus (kuriame daug linolo rūgšties) kiekiams visų rūšių alyvuogių aliejuje aptikti.

3. PRINCIPAS

Gryno alyvuogių aliejaus HPLC analize nustatytas triacilglicerolių kiekis su ECN 42 ir teorinis triacilglicerolių kiekis su ECN 42 (apskaičiuotas remiantis dujų ir skysčių chromatografijos (GLC) būdu nustatyta riebalų rūgščių sudėtimi) atitinka tam tikras ribas. Didesnis skirtumas nei nustatyta kiekvienai aliejaus rūšiai rodo, kad aliejuje yra sėklų aliejaus.

4. METODAS

Teorinio triacilglicerolių kiekio su ECN 42 ir skirtumo lyginant su HPLC duomenimis apskaičiavimas iš esmės atliekamas derinant kitais metodais gautus analizinius duomenis. Galima išskirti tris etapus: riebalų rūgščių sudėties nustatymas kapiliarinės dujų chromatografijos metodu, teorinės triacilglicerolių sudėties su ECN 42 apskaičiavimas, ECN 42 triacilglicerolių nustatymas HPLC metodu.

4.1. **Prietaisai**

4.1.1. Apvaliadugnės kolbos, 250 ir 500 ml.

4.1.2. Laboratorinės stiklinės, 100 ml.

4.1.3. Stiklinė chromatografinė kolonėlė, kurios vidinis skersmuo 21 mm, ilgis 450 mm, su čiaupu ir normalizuotu kūgiu (su vidiniu sriegiu) viršuje.

4.1.4. Dalijamieji piltuvai, 250 ml, su normalizuotu kūgiu (su išoriniu sriegiu) apačioje, tinkami jungti prie kolonėlės viršaus.

4.1.5. Stiklinė lazdelė, 600 mm ilgio.

4.1.6. Stiklinis piltuvas, 80 mm skersmens.

4.1.7. Matavimo kolbos, 50 ml.

4.1.8. Matavimo kolbos, 20 ml.

4.1.9. Sukamasis garintuvas.

4.1.10. Efektyviosios skysčių chromatografijos chromatografas su galimybe termostatu kontroliuoti kolonėlės temperatūrą.

4.1.11. 10 µl švirkštai.

4.1.12. Detektorius – diferencinis refraktometras. Visos skalės jautrumas turi būti ne mažesnis kaip 10^{-4} lūžio rodiklio vieneto.

4.1.13. Kolonėlė – 250 mm ilgio ir 4,5 mm vidinio skersmens nerūdijančio plieno vamzdelis, užpildytas 5 µm skersmens silicio oksido dalelėmis, kuriose yra 22–23 % anglies oktadecilsilano pavidalu.

4.1.14. Duomenų apdorojimo programinė įranga.

4.1.15. Maždaug 2 ml tūrio buteliukai su teflonu dengtomis pertvaromis ir užsukamais dangteliais.

4.2. **Reagentai**

Reagentai turi būti analiziškai gryni. Išplovimo tirpikliai turi būti nudujinti ir gali būti pakartotinai naudojami keletą kartų nepakenkiant atskyrimo kokybei.

4.2.1. Tinkamas chromatografijai petroleteris, virimo temperatūra nuo 40 °C iki 60 °C, arba heksanas.

4.2.2. Prieš analizę distiliuotas etileteris, kuriame nėra peroksidų.

4.2.3. Išplovimo tirpiklis aliejui gryninti kolonėlinės chromatografijos būdu: petroleterio ir etileterio mišinys 87/13 (v/v).

4.2.4. 70–230 mešų *Merck 7734* tipo silikagelis su etaloniniu 5 % (m/m) vandens kiekiu.

4.2.5. Stiklo vata.

4.2.6. HPLC skirtas acetonas.

4.2.7. HPLC skirtas acetonitrilas arba propionnitrilas.

4.2.8. HPLC išplovimo tirpiklis – acetonitrilas + acetonas (proporcijas reikia reguliuoti taip, kad gautųsi reikiamas atskyrimas; pradedama nuo 50:50 mišinio) arba propionnitrilas.

4.2.9. Soliubilizavimo tirpiklis – acetonas.

4.2.10. Standartiniai trigliceridai – gali būti naudojami prekyboje esantys trigliceridai (tripalmitinas, trioleinas ir kt.), tada sulaikymo trukmės grafikas braižomas pagal ekvivalentinį anglies skaičių arba naudojamos etaloninės sojos aliejaus, sojos aliejaus ir alyvuogių aliejaus 30:70 mišinio ir gryno alyvuogių aliejaus chromatogramos (žr. 1 ir 2 pastabas ir 1–4 pav.).

4.2.11. Kietosios fazės ekstrahavimo kolonėlė su 1g silicio dioksido faze, 6 ml.

4.3. **Mėginių ruošimas**

Kadangi dėl kai kurių trukdančių medžiagų gali būti gauti klaidingi teigiami rezultatai, mėginys turi būti visuomet gryninamas pagal IUPAC 2.507 metodą, taikomą poliškiems junginiams kepimo riebaluose nustatyti.

4.3.1. *Chromatografinės kolonėlės paruošimas*

Į kolonėlę (4.1.3) įpilama apie 30 ml išplovimo tirpiklio (4.2.3), tada įdedama stiklo vatos (4.2.5), kuri stikline lazdele (4.1.5) nustumiama į kolonėlės apačią.

25 g silikagelio (4.2.4) 100 ml cheminėje stiklinėje suspenduojama 80 ml išplovimo mišinio (4.2.3); gauta suspensija per stiklinį piltuvą (4.1.6) supilama į kolonėlę.

Kad į kolonėlę būtų supiltas visas silikagelis, cheminė stiklinė plaunama išplovimo mišiniu ir plovimui naudotas skystis taip pat supilamas į kolonėlę.

Atsukamas čiaupas ir tirpikliui leidžiama tekėti iš kolonėlės tol, kol jo lieka maždaug 1 cm virš silikagelio.

4.3.2. *Kolonėlinė chromatografija*

Į 50 ml matavimo kolbą (4.1.7) 0,001 g tikslumu pasveriama 2,5 ± 0,1 g prieš tai filtruoto, homogenizuoto ir, jei reikia, išdžiovinto aliejaus.

Aliejus ištirpinamas maždaug 20 ml išplovimo tirpiklio (4.2.3). Prireikus, kad greičiau ištirptų, šiek tiek pašildoma. Atvėsinama iki kambario temperatūros ir praskiedžiama išplovimo tirpikliu iki žymės.

Matavimo pipete į pagal 4.3.1 punktą paruoštą kolonėlę įpilama 20 ml tirpalo, atsukamas čiaupas ir tirpiklis nuleidžiamas iki silikagelio sluoksnio lygio.

Plaunama 150 ml išplovimo tirpiklio (4.2.3), apie 2 ml/min. tekėjimo greičiu (kad iš kolonėlės ištekėtų 150 ml reikia maždaug 60–70 minučių).

Eliuatas supilamas į 250 ml apvaliadugnę išdžiovintą džiovinimo spintoje ir tiksliai pasvertą kolbą (4.1.1). Tirpiklis nugarinamas sukamajame garintuve (4.1.9) esant sumažintam slėgiui, o likutis, kuris bus naudojamas HPLC analizės tirpalui ir metilesteriui ruošti, pasveriamas.

Mėginio regeneravimas iš kolonėlės aukščiausios kokybės pirmojo spaudimo, pirmojo spaudimo, paprastojo pirmojo spaudimo, rafinuoto alyvuogių aliejaus rūšims turi būti ne mažesnis kaip 90 %, klasikinio alyvuogių aliejaus (*lampante*) ir alyvuogių išspaudų aliejui jis turi būti ne mažesnis kaip 80 %.

4.3.3. *SPE gryninimas*

Silicio oksido SPE kolonėle aktyvuojama per ją praleidžiant 6 ml heksano (4.2.3) esant vakuumui, vengiant sausumo.

0,001 g tikslumu 2 ml buteliuke (4.1.15) pasveriama 0,12 g medžiagos ir praskiedžiama 0,5 ml heksano (4.2.3).

Tirpalas suleidžiamas į SPE kolonėlę ir esant vakuumui plaunamas 10 ml heksano ir dietileterio mišiniu (87:13 v/v) (4.2.3).

Surinktos frakcijos sausai išgarinamos sukamajame garintuve (4.1.9) esant sumažintam slėgiui kambario temperatūroje. Likučiai ištirpinami 2 ml acetone (4.2.6), kad būtų galima analizuoti triacilglicerolius (TAG).

4.4. **HPLC analizė**

4.4.1. *Mėginių ruošimas chromatografinei analizei*

5 % tiriamojo mėginio tirpalas ruošiamas 10 ml matavimo kolboje su padalomis pasveriant 0,5 ± 0,001 g mėginio ir praskiedžiant iki 10 ml soliubilizavimo tirpikliu (4.2.9).

4.4.2. *Procedūra*

Chromatografinė sistema paruošiama darbui. Visai sistemai išplauti 1,5 ml/min. greičiu pumpuojamas išplovimo tirpiklis (4.2.8). Palaukiama, kol gaunama stabili pagrindo linija.

Įšvirkščiama 10 µl pagal 4.3 punktą paruošto mėginio.

4.4.3. *Rezultatų skaičiavimas ir pateikimas*

Taikomas ploto normalizavimo metodas, t. y. daroma prielaida, kad smailių, atitinkančių TAG nuo ECN 42 iki ECN 52, plotų suma lygi 100 %.

Kiekvieno triglicerido ploto dalis procentais apskaičiuojama pagal formulę:

triglicerido % = smailės plotas × 100/smailių plotų suma.

Rezultatai pateikiami bent jau šimtųjų tikslumu.

Žr. 1–4 pastabas.

4.5. **Triacilglicerolių sudėties (molių %) apskaičiavimas pagal riebalų rūgščių sudėties duomenis (ploto %)**

4.5.1. *Riebalų rūgščių sudėties nustatymas*

Riebalų rūgščių sudėtis nustatoma naudojant kapiliarinę kolonėlę pagal ISO 5508 metodą. Metilesteriai ruošiami pagal COI/T.20/Dok. Nr. 24.

4.5.2. *Skaičiavimuose naudojamos riebalų rūgštys*

Gliceridai suskirstomi pagal jų ekvivalentinį anglies skaičių (ECN), atsižvelgiant į tai, kokie ECN priskiriami riebalų rūgštims. Buvo nagrinėjamos tik 16 ir 18 anglies atomų turinčios riebalų rūgštys, nes tik jos yra svarbios alyvuogių aliejaus atveju. Riebalų rūgštis reikėtų normalizuoti iki 100 %.

Riebalų rūgštis (RR)	Santrumpa	Molekulinė masė (MM)	ECN
Palmitino rūgštis	P	256,4	16
Palmitoleino rūgštis	Po	254,4	14
Stearino rūgštis	S	284,5	18
Oleino rūgštis	O	282,5	16
Linolo rūgštis	L	280,4	14
Linoleno rūgštis	Ln	278,4	12

4.5.3. *Visų riebalų rūgščių ploto procentinės dalies vertimas jų molių skaičiumi (1)*

$$\text{P moliai} = \frac{\text{P ploto \%}}{\text{MM P}} \qquad \text{S moliai} = \frac{\text{S ploto \%}}{\text{MM S}} \qquad \text{Po moliai} = \frac{\text{Po ploto \%}}{\text{MM Po}}$$

$$\text{O moliai} = \frac{\text{O ploto \%}}{\text{MM O}} \qquad \text{L moliai} = \frac{\text{L ploto \%}}{\text{MM L}} \qquad \text{Ln moliai} = \frac{\text{Ln ploto \%}}{\text{MM Ln}}$$

4.5.4. *Riebalų rūgščių kiekio normalizavimas iki 100 % (2)*

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

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

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

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

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

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

Gautas rezultatas yra kiekvienos riebalų rūgšties procentais skaičiuojama molinė dalis visose TAG (1,2,3-) padėtyse.

Tada apskaičiuojamas sočiųjų riebalų rūgščių P ir S (SRR) ir nesočiųjų riebalų rūgščių Po, O, L ir Ln (NRR) bendras kiekis (3):

SSR molių % = P molių % + S molių %

NRR molių % = 100 – SSR molių %

4.5.5. *Riebalų rūgščių sudėties TAG 2-ojoje ir 1,3-iojoje padėtyje apskaičiavimas*

Riebalų rūgštys yra pasiskirsčiusios į tris grupes taip: viena 2-ojoje padėtyje ir dvi vienodos 1-ojoje ir 3-iojoje padėtyse, esant skirtingiems koeficientams sočiosioms (P ir S) rūgštims ir nesočiosioms (Po, O, L ir Ln) rūgštims.

4.5.5.1. Sočiosios riebalų rūgštys 2-ojoje padėtyje [P(2) ir S(2)] (4)

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

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

4.5.5.2. Nesočiosios riebalų rūgštys 2-ojoje padėtyje [Po(2), O(2), L(2) ir Ln(2)] (5):

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

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

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

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

4.5.5.3. Riebalų rūgštys 1,3-iojoje padėtyje [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) ir Ln(1,3)] (6):

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

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

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

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

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

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

4.5.6. *Triacilglicerolių kiekio apskaičiavimas*

4.5.6.1. TAG, kuriuos sudaro viena riebalų rūgštis (AAA, čia LLL, PoPoPo) (7)

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

4.5.6.2. TAG, kuriuos sudaro dvi riebalų rūgštys (AAB, čia PoPoL, PoLL) (8)

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

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

4.5.6.3. TAG, kuriuos sudaro trys skirtingos riebalų rūgštys (ABC, čia OLLn, PLLn, PoOLn, PPoLn) (9)

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

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

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

4.5.6.4. Triacilgliceroliai su ECN42

Pagal 7, 8 ir 9 lygtis apskaičiuojamas šių triacilglicerolių su ECN42, išdėstytų pagal tikėtiną jų išplovimo seką HPLC (paprastai tik trys smailės), kiekis.

LLL

PoLL ir padėties izomeras LPoL

OLLn ir padėties izomerai OLnL ir LnOL

PoPoL ir padėties izomeras PoLPo

PoOLn ir padėties izomerai OPoLn ir OLnPo

PLLn ir padėties izomerai LLnP ir LnPL

PoPoPo

SLnLn ir padėties izomeras LnSLn

PPoLn ir padėties izomerai PLnPo ir PoPLn

Triacilgliceroliai su ECN42 pateikiami kaip devynių triacilglicerolių, įskaitant jų padėties izomerus, suma. Rezultatai pateikiami bent jau šimtųjų tikslumu.

5. REZULTATŲ ĮVERTINIMAS

Lyginamas apskaičiuotas teorinis kiekis ir HPLC metodu nustatytas kiekis. Jei skirtumas absoliučiąja verte tarp HPLC duomenų rezultatų ir teorinių duomenų yra didesnis nei atitinkamos kategorijos aliejui standarte nurodyta vertė, mėginyje yra sėklų aliejaus.

Rezultatai pateikiami šimtųjų tikslumu.

6. PAVYZDYS (NUMERACIJA ATITINKA METODO TEKSTO DALIS)

— 4.5.1. *Riebalų rūgščių molių % apskaičiavimas pagal dujų-skysčių chromatografijos (GLC) duomenis (normalizuoto ploto %)*

Taikant GLC gaunami tokie duomenys apie riebalų rūgščių sudėtį:

RR	P	S	Po	O	L	Ln
MM	256,4	284,5	254,4	282,5	280,4	278,4
Ploto %	10,0	3,0	1,0	75,0	10,0	1,0

— 4.5.3. *Visų riebalų rūgščių ploto procentinės dalies vertimas jų molių skaičiumi (žr. 1 formulę)*

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

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

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

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

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

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

Bendras kiekis =
0,35821 moliai TAG

— 4.5.4. *Riebalų rūgščių kiekio normalizavimas iki 100 % (žr. 2 formulę)*

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

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

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

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

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

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

Molių % suma = 100 %

Bendras sočiųjų ir nesočiųjų riebalų rūgščių kiekis 1,2,3 TAG padėtyje (žr. 3 formulę):

SRR molių % = 10,887 % + 2,942 % = **13,829 %**

NRR molių % = 100,000 % – 13,829 % = **86,171 %**

— 4.5.5. *Riebalų rūgščių sudėties TAG 2-ojoje ir 1,3-iojoje padėtyse apskaičiavimas*

— 4.5.5.1. Sočiosios riebalų rūgštys 2-ojoje padėtyje [P(2) ir S(2)] (žr. 4 formulę)

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

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

— 4.5.5.2. Nesočiosios riebalų rūgštys 2-ojoje padėtyje [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) ir Ln(1,3)] (žr. 5 formulę)

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

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

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

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

— 4.5.5.3. Riebalų rūgštys 1,3-iojoje padėtyje [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) ir Ln(1,3)] (žr. 6 formulę)

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

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

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

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

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

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

— 4.5.6. *Triacilglicerolių kiekio apskaičiavimas*

Pagal apskaičiuotą riebalų rūgščių sudėtį 2-ojoje ir 1,3-iojoje padėtyse:

RR	1,3-iojoje padėtyje	2-ojoje padėtyje
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 %
Iš viso	100,0 %	100,0 %

apskaičiuojamas tokių triacilglicerolių kiekis:

LLL

PoPoPo

PoLL su 1 padėties izomeru

SLnLn su 1 padėties izomeru

PoPoL su 1 padėties izomeru

PPoLn su 2 padėties izomerais

OLLn su 2 padėties izomerais

PLLn su 2 padėties izomerais

PoOLn su 2 padėties izomerais

— 4.5.6.1. TAG, kuriuos sudaro viena riebalų rūgštis (LLL, PoPoPo) (žr. 7 formulę)

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

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

— 4.5.6.2. TAG, kuriuos sudaro dvi riebalų rūgštys (PoLL, SLnLn, PoPoL) (žr. 8 formulę)

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

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

0,03210 moliai PoLL

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

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

0,00094 moliai SLnLn

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

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

0,00354 moliai PoPoL

— 4.5.6.3. TAG, kuriuos sudaro trys riebalų rūgštys (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn) (žr. 9 formulę)

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

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

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

0,00761 molių PPoLn

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

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

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

0,43655 molių OLLn

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

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

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

0,06907 molių PLLn

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

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

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

0,04812 molių PoOLn

ECN42 = 0,69512 molių TAG

1 pastaba. Išplovimo tvarka gali būti nustatyta apskaičiuojant ekvivalentinius anglies skaičius, dažnai apibrėžiamus priklausomybe ECN = CN – 2n, kur CN yra anglies atomų skaičius ir n yra dvigubų jungčių skaičius; ji gali būti tiksliau apskaičiuota atsižvelgiant į dvigubos jungties kilmę. Jeigu n_o, n_l ir n_{ln} yra dvigubų jungčių, atitinkamai priskiriamų oleino, linolo ir linoleno rūgštims, skaičiai, ekvivalentinis anglies skaičius gali būti apskaičiuotas taikant formulę:

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

kur koeficientai d_o, d_l ir d_{ln} gali būti apskaičiuoti pagal standartinius trigliceridus. Pagal šiame metode nurodytas sąlygas gauta priklausomybė bus artima:

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

2 pastaba. Su keliais standartiniais trigliceridais galima apskaičiuoti trioleino skiriamąją gebą:

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

naudojant sumažintą sulaikymo trukmę RT^1 = RT – RT tirpiklis.

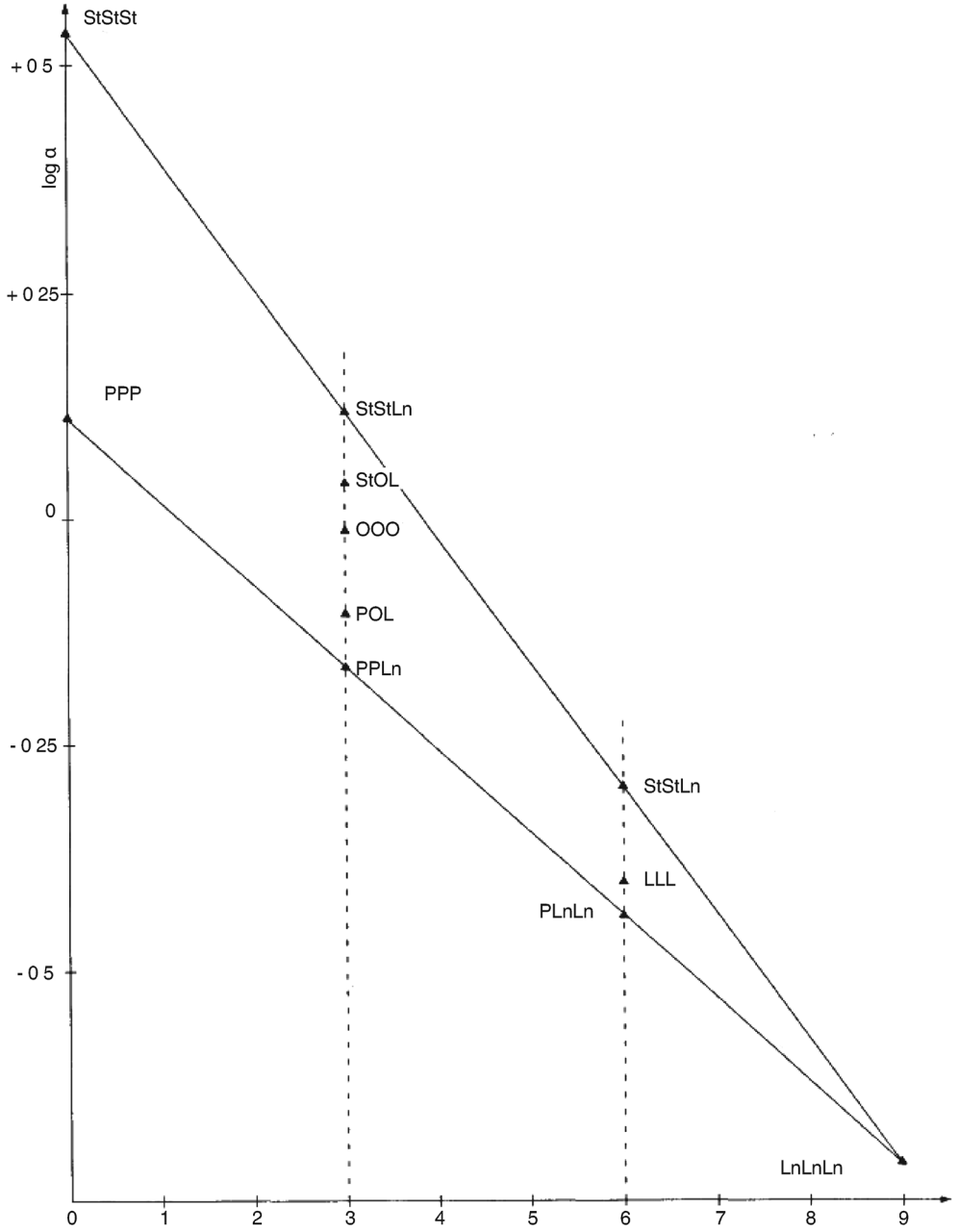
log α priklausomybės nuo f (dvigubų jungčių skaičiaus) grafikas leidžia nustatyti visų orientacinių trigliceridų sudėtyje esančių riebiųjų rūgščių trigleceridų sulaikymo vertes – žr. 1 pav.

3 pastaba. Kolonėlės efektyvumas turėtų būti toks, kad būtų galima aiškiai atskirti trilinoleino smailę nuo trigliceridų smailių su gretima RT. Išplovimas atliekamas iki ECN52 smailės.

4 pastaba. Šio nustatymo atveju teisingas visų aktualių smailių sričių išmatavimas užtikrinamas, jeigu antra smailė, atitinkanti ECN 50, yra 50 % registravimo prietaiso visos skalės aukščio.

1 paveikslas

Log α priklausomybės nuo f (dvigubų jungčių skaičiaus) grafikas



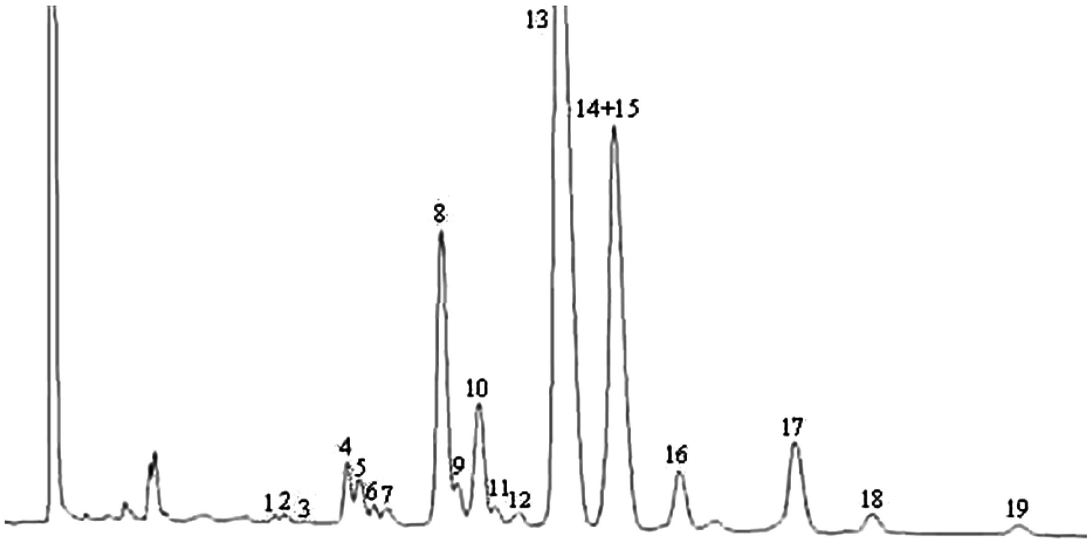
Dvigubų jungčių skaičius

La – lauro rūgštis; My – miristo rūgštis; P – palmitino rūgštis; S – stearino rūgštis; O – oleino rūgštis; L – linolo rūgštis; Ln – linoleno rūgštis

2 paveikslas

Alyvuogių aliejus, kuriame mažai linolo rūgšties

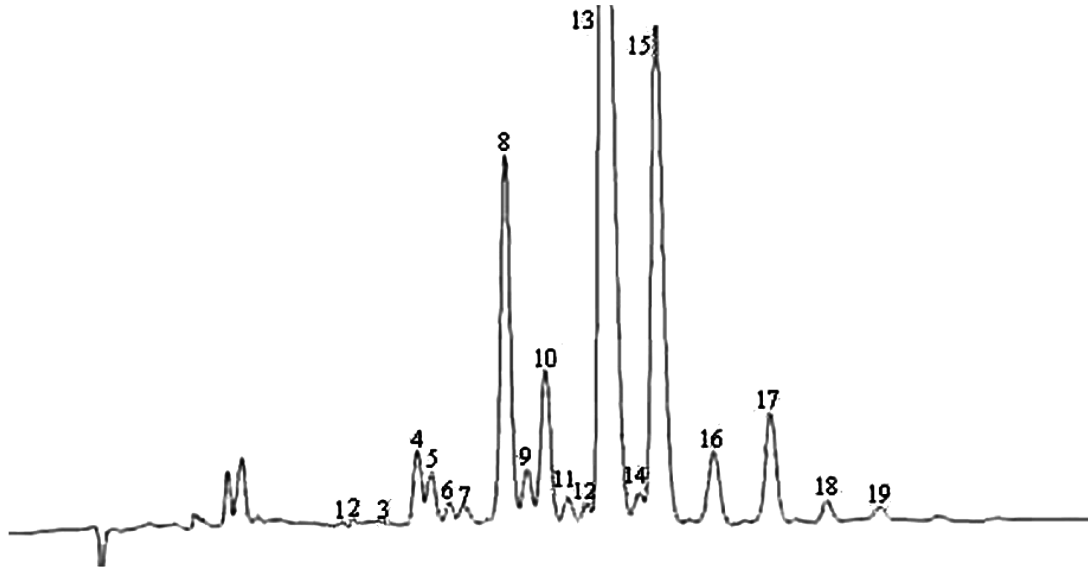
a



Su tirpikliu acetonu / acetonitrilu.

a PROFILIS. Pagrindiniai chromatografinių smailių komponentai: **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



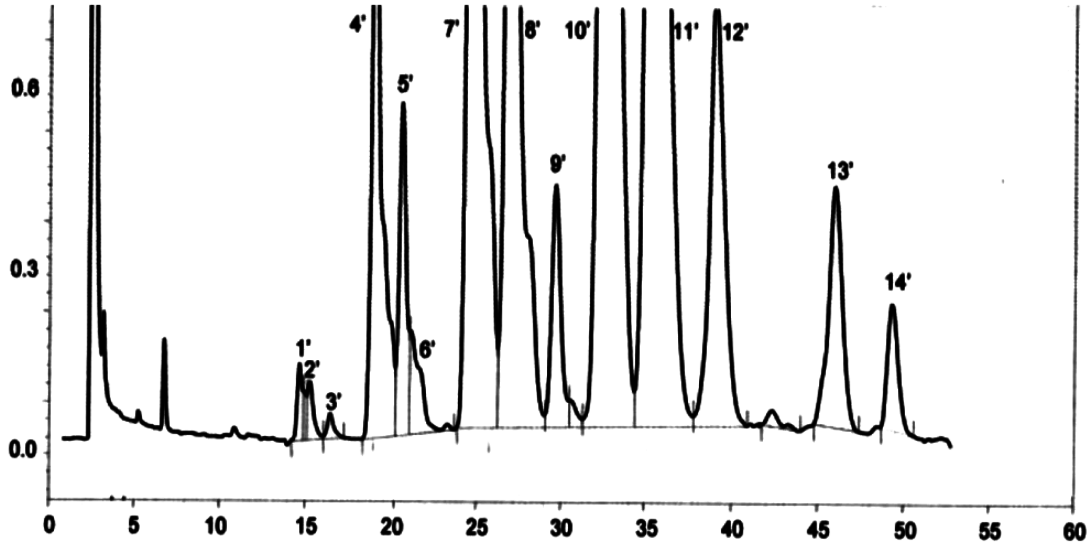
Su tirpikliu proprionnitrilu

b PROFILIS. Pagrindiniai chromatografinių smailių komponentai: **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

3 paveikslas

Alyvuogių aliejus, kuriame daug linolo rūgšties

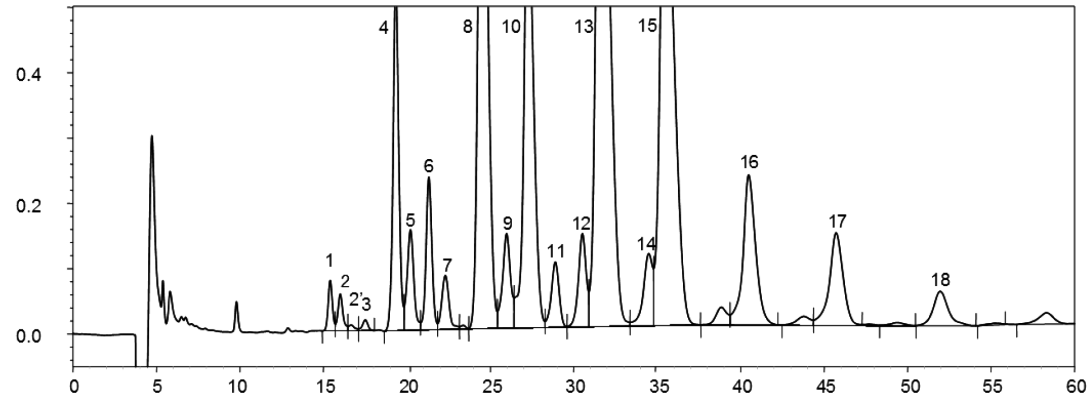
a



Su tirpikliu acetonu / acetonitrilu (50:50).

a profilis. Pagrindiniai chromatografinių smailių komponentai: **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



Su tirpikliu proprionnitrilu.

b profilis. Pagrindiniai chromatografinių smailių komponentai: **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 PRIEDAS

„XXI PRIEDAS

8 straipsnio 2 dalyje nurodytų alyvuogių aliejaus atitikties patikrų rezultatai

				Ženklinimas						Cheminiai parametrai			Organoleptinės savybės ([4])			Galutinė išvada	
Mėginys	Kategorija	Kilmės šalis	Tikrinimo vieta ([1])	Teisinis pavadinimas	Kilmės vietos nuoroda	Laikymo sąlygos	Klaidinga informacija	Įskaitomumas	A/N ([3])	Už ribų išeinantys parametrai T/N	Jeigu taip, nurodykite, koks (kokie) ([2])	A/N ([3])	Trūkumų vidurkis	Vaisių likučių vidurkis	A/N ([3])	Reikiami veiksmai	Sankcijos

([1]) Vidaus rinka (malūnas, išpilstytojai, mažmeninės prekybos etapas), eksportas, importas.
([2]) Kiekviena I priede pateikta alyvuogių aliejaus savybė turi turėti kodą.
([3]) Atitinka / neatitinka.
([4]) Nereikalaujama alyvuogių ir išspaudų aliejui.“