

KOMISSIO ASETUS (EY) N:o 796/2002,**annettu 6 päivänä toukokuuta 2002,****oliiviöljyn ja uutetun oliiviöljyn ominaisuuksista sekä niiden määrittämenetelmistä annetun asetuksen (ETY) N:o 2568/91 sekä tariffi- ja tilastonimikkeistöstä ja yhteisestä tullitariffista annetun neuvoston asetuksen (ETY) N:o 2658/87 liitteessä olevien lisähuomautusten muuttamisesta**

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

2568/91 5 artikla ja liite XIV sekä eräät asetuksessa (ETY) N:o 2568/91 olevat virheet.

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon rasva-alan yhteisestä markkinajärjestelystä 22 päivänä syyskuuta 1966 annetun neuvoston asetuksen N:o 136/66/ETY⁽¹⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 1513/2001⁽²⁾, ja erityisesti sen 35 a artiklan,

ottaa huomioon tariffi- ja tilastonimikkeistöstä ja yhteisestä tullitariffista 23 päivänä heinäkuuta 1987 annetun neuvoston asetuksen (ETY) N:o 2658/87⁽³⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna komission asetuksella (EY) N:o 578/2002⁽⁴⁾, ja erityisesti sen 9 artiklan,

sekä katsoo seuraavaa:

- (1) Oliiviöljyn ja uutetun oliiviöljyn ominaisuuksista sekä niiden määrittämenetelmistä 11 päivänä heinäkuuta 1991 annetussa komission asetuksessa (EY) N:o 2568/91⁽⁵⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 2042/2001⁽⁶⁾, määritellään oliiviöljyn ja uutetun oliiviöljyn (oliivin puristemassaöljyn) fysikaaliset, kemialliset ja aistinvaraiset ominaisuudet sekä kyseisten ominaisuuksien arviointimenetelmät. Asetuksen N:o 136/66/ETY liitteessä olevassa 4 kohdassa tarkoitetun, 1 päivästä marraskuuta 2001 sovellettavan raa'an oliivin puristemassaöljyn luokan uuden määritelmän mukaan tietyt oliivin puristemassasta saadut öljyt vastaavat tiettyjä ominaisuuksia lukuun ottamatta oliivilamppuöljyjä.
- (2) Jotta analyttisen parametrin puuttuessa voitaisiin erottaa toisistaan oliivin puristemassasta sentrifugoimalla saadut öljyt oliivilamppuöljyistä, olisi vahvistettava vaha-, erytrodioli- ja uvaolikoostumukseen tai alifaattisten alkoholien kokonaiskoostumukseen liittyvät raja-arvot riippumatta öljyjen valmistustavasta. Tätä varten olisi määriteltävä menetelmä alifaattisten alkoholien kokonaispitoisuuden määrittämiseksi.
- (3) Kyseisten uusien raja-arvojen vahvistamisen vuoksi on tarpeen muuttaa asetuksen (ETY) N:o 2658/87 liitteessä I oleva yhdistetyn nimikkeistön 15 ryhmän lisähuomautus 2. Tässä yhteydessä olisi poistettava asetuksen (ETY) N:o

- (4) Öljyjen rasvahappokoostumuksen määrittämiseen tarkoitettujen rasvahappojen metyyliesterien valmistusmenetelmien yhdenmukaistamiseksi tällä hetkellä voimassa olevassa asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteessä X B esitettyjen menetelmien lukumäärä voidaan määrittämenetelmien teknisen kehityksen ansiosta rajata öljyjen vapaiden happojen pitoisuuden perusteella kahteen.
- (5) Kansainvälinen oliiviöljyneuvosto on saatujen kokemusten perusteella kehittänyt uuden neitsytoliiviöljyn aistinvaraisten ominaisuuksien arviointimenetelmän. Kyseinen menetelmä on luotettavampi ja yksinkertaisempi kuin asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteessä XII säädetty menetelmä. Liitteessä XII säädetty menetelmä olisi siis korvattava uudella neitsytoliiviöljyjen aistinvaraisten ominaisuuksien arviointimenetelmällä.
- (6) Uuden aistinvaraisen arviointimenetelmän soveltamiseksi on tarpeen säätää välimiesmenettelystä silloin, jos ilmoitettu luokka ja arvioinnin tekevän hyväksytyn raadin määrittelemä luokka poikkeavat toisistaan.
- (7) Määritysten tekemisedellytysten varmistamiseksi ja eräiden alueiden maantieteellisten eroavaisuuksien huomioon ottamiseksi on tarpeen säätää sääolojen vuoksi eri määräajoista näytteiden lähettämiseksi laboratorioon näytteenoton jälkeen. Öljyjen luokittelun osalta olisi täsmennettävä, että määritystuloksia verrataan asetuksessa (ETY) N:o 2568/91 säädettyihin rajoihin, joissa on jo otettu huomioon käytettävien määrittämenetelmien toistettavuuden ja uusittavuuden marginaalit.
- (8) Tässä asetuksessa säädettyjä muutoksia olisi sovellettava vasta 1 päivästä syyskuuta 2002, jotta aikaa jäisi uusiin standardeihin sopeutumiselle ja niiden soveltamisen vaatimien välineiden käyttöönotolle ja jottei kauppakäynnille aiheutettaisi häiriöitä; lisäksi olisi säädettävä poikkeuksesta ennen kyseistä päivämäärää vähittäiskauppaa varten pakattujen oliiviöljyjen ja oliivin puristemassaöljyjen osalta.

⁽¹⁾ EYVL 172, 30.9.1966, s. 3025/66.⁽²⁾ EYVL L 201, 26.7.2001, s. 4.⁽³⁾ EYVL L 256, 7.9.1987, s. 1.⁽⁴⁾ EYVL L 97, 13.4.2002, s. 1.⁽⁵⁾ EYVL L 248, 5.9.1991, s. 1.⁽⁶⁾ EYVL L 276, 19.10.2001, s. 8.⁽⁹⁾ Tässä asetuksessa säädetty toimenpiteet ovat rasvan hallintokomitean ja tullikoodeksikomitean lausuntojen mukaiset niiden toimivaltaan kuuluviin asioihin liittyvien toimenpiteiden osalta,

ON ANTANUT TÄMÄN ASETUKSEN:

1 artikla

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

1) Muutetaan 2 artiklan 1 kohta seuraavasti:

a) Korvataan kolmas luetelmakohta seuraavasti:

— vahapitoisuuden määrittäminen liitteen IV menetelmällä,”;

b) Lisätään luetelmakohta seuraavasti:

— alifaattisten alkoholien pitoisuuden määrittäminen liitteen XIX menetelmällä.”

2) Korvataan 2 artiklan 2 kohta seuraavasti:

”2. Kansallisilta viranomaisilta tai näiden edustajilta edellytettävistä neitsyoliiviöljyn aistinvaraisten ominaisuuksien tarkistuksesta vastaavat jäsenvaltioiden hyväksymät maistajaraadit.

Ensimmäisessä kohdassa tarkoitetun oliiviöljyn aistinvaraisten ominaisuuksien katsotaan olevan yhdenmukaisia ilmoitetun oliiviöljyluokan kanssa, jos asianomaisen jäsenvaltion hyväksymä raati vahvistaa kyseisen luokituksen.

Jos hyväksytty raati ei vahvista ilmoitusta ilmoitetun oliiviöljyluokan aistinvaraisten ominaisuuksien osalta, kansalliset viranomaiset tai niiden edustajat teettävät asianomaisen pyynnöstä muilla hyväksytyillä raadeilla kaksi seurantamääritystä, joista ainakin toisen tekee asianomaisen tuottajajäsenvaltion hyväksymä raati. Kyseisten ominaisuuksien katsotaan olevan yhdenmukaisia ilmoitettujen ominaisuuksien kanssa, jos ilmoitettu luokitus vahvistetaan molemmissa seurantamäärityksissä. Päinvastaisessa tapauksessa seurantamäärityksen kustannuksista vastaa asianomainen, sanotun kuitenkin rajoittamatta seuraamusten soveltamista.”

3) Korvataan 2 artiklan 3 kohdan toinen alakohta seuraavasti:

”Rajoittamatta standardin EN ISO 5555 ja standardissa EN ISO 661 olevan 6 luvun määräysten soveltamista näytteet on sijoitettava viipymättä valolta ja lämmöltä suojattuun paikkaan ja lähetettävä laboratorioon määritettäväksi viimeistään:

- lokakuun ja toukokuun välisenä aikana näytteenottoa seuraavana kymmenentenä työpäivänä, ja
- kesäkuun ja syyskuun välisenä aikana näytteenottoa seuraavana viidentenä työpäivänä.”

4) Lisätään 2 artiklaan 5 kohta seuraavasti:

”5. Määritystuloksia verrataan suoraan tässä asetuksessa säädettyihin rajoihin oliiviöljyn ominaisuuksien määrittämiseksi 1 kohdassa säädettyjä menetelmiä noudattaen.”

5) Poistetaan 3 ja 3 a artikla.

6) Asetuksen 3 b artiklasta tulee 3 artikla.

7) Korvataan 4 artiklan 1 kohta seuraavasti:

”1. Jäsenvaltiot voivat hyväksyä maistajaraateja, jotta kansalliset viranomaiset tai niiden edustajat voivat arvioida ja valvoa aistinvaraisia ominaisuuksia.

Jäsenvaltioiden on vahvistettava hyväksymistä koskevat edellytykset etenkin siten, että:

- liitteessä XII olevan 4 kohdan edellytykset täyttyvät,
- raadin puheenjohtajan koulutuksesta vastaa laitos jäsenvaltion tässä tarkoituksessa hyväksymin edellytyksin,
- hyväksynnän pätevyys ratkaistaan jäsenvaltion käyttöönottamassa vuotuisessa valvontajärjestelmässä saatujen tulosten perusteella.

Kunkin jäsenvaltion on toimitettava komissiolle luettelo hyväksytyistä raadeista ja tämän kohdan mukaisesti toteutetuista toimenpiteistä.”

8) Poistetaan 5 artikla.

9) Muutetaan liitteet tämän asetuksen liitteen mukaisesti.

2 artikla

Muutetaan asetuksen (ETY) N:o 2658/87 liitteessä I oleva yhdistetyn nimikkeistön 15 ryhmän lisähuomautus 2 seuraavasti:

1) Korvataan B kohdan I kohdan a alakohta seuraavasti:

”a) vahapitoisuus on enintään 300 mg/kg;”.

2) Korvataan B kohdan I kohdan g alakohdan 4 alakohta seuraavasti:

”4) aistein todettavien ominaisuuksien virheiden mediaani on yli 6 asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteen XII mukaisesti.”.

3) Korvataan B kohdan II kohdan g alakohta seuraavasti:

”g) aistein todettavien ominaisuuksien virheiden mediaani on enintään 6 asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteen XII mukaisesti.”.

4) Korvataan D kohdan b alakohta seuraavasti:

”b) erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on yli 4,5.”.

3 artikla

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

Vähittäiskauppaa varten pakattuihin oliiviöljyihin ja oliivin puristemassaöljyihin sitä sovelletaan 1 päivästä syyskuuta 2002.

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

Tehty Brysselissä 6 päivänä toukokuuta 2002.

Komission puolesta

Franz FISCHLER

Komission jäsen

LIITE

- 1) Muutetaan asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteitä koskeva yhteenveto seuraavasti:
 - a) Poistetaan liitteestä XIV ilmaisu "Yhdistetyn nimikkeistön 15 ryhmän lisähuomautukset 2, 3 ja 4".
 - b) Lisätään otsikko seuraavasti: "Liite XIX: Alifaattisten alkoholien pitoisuuden määritysmenetelmä".
- 2) Korvataan liite I seuraavasti:

OLIIVIÖLJYJEN OMINAISUUDET

Luokka	Happo- pitoisuus (%) (*)	Peroksidiluku mekv 02/kg (*)	Halogenoidut liuottimet mg/kg (*) (1)	Vahat mg/kg (**)	Triglyseridin 2-asemassa olevat tyydyt- tyneet rasva- hapot (%)	Stigmasta- dieeni mg/kg (2)	HPLC:llä määritetyn ja teoreettisesti lasketun ECN42:n välinen ero	K ₂₃₂ (*)	K ₂₇₀ (*)	K ₂₇₀ alumii- nioksidikäsit- telyn jälkeen (3)	Delta-K (*)	Aistinva- rainen arvio Virheen medi- aani (Md) (*)	Aistinva- rainen arvio Hedelmä- syyden medi- aani (Mf) (*)
1. Ekstra-neitsytoliiviöljy	≤ 1,0	≤ 20	≤ 0,20	≤ 250	≤ 1,3	≤ 0,15	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,20	≤ 0,10	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
2. Neitsytoliiviöljy	≤ 2,0	≤ 20	≤ 0,20	≤ 250	≤ 1,3	≤ 0,15	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,10	≤ 0,01	Md ≤ 2,5	Mf > 0
3. Yleisen kauppalaadun neitsytoliiviöljy	≤ 3,3	≤ 20	≤ 0,20	≤ 250	≤ 1,3	≤ 0,15	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,10	≤ 0,01	Md ≤ 6,0 (*)	—
4. Neitsytoliiviöljy	> 3,3	> 20	> 0,20	≤ 300 (5)	≤ 1,3	≤ 0,50	≤ 0,3	≤ 3,70	> 0,25	≤ 0,11	—	Md > 6	—
5. Puhdistettu oliiviöljy	≤ 0,5	≤ 5	≤ 0,20	≤ 350	≤ 1,5	—	≤ 0,3	≤ 3,40	≤ 1,20	—	≤ 0,16	—	—
6. Oliiviöljy	≤ 1,5	≤ 15	≤ 0,20	≤ 350	≤ 1,5	—	≤ 0,3	≤ 3,30	≤ 1,00	—	≤ 0,13	—	—
7. Raaka oliivin puriste- massaöljy	> 0,5 (**)	—	—	>350 (6)	≤ 1,8	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—	—
8. Puhdistettu oliivin puris- temassaöljy	≤ 0,5	≤ 5	≤ 0,20	> 350	≤ 2,0	—	≤ 0,5	≤ 5,50	≤ 2,50	—	≤ 0,25	—	—
9. Oliivin puristemassaöljy	≤ 1,5	≤ 15	≤ 0,20	> 350	≤ 2,0	—	≤ 0,5	≤ 5,30	≤ 2,00	—	≤ 0,20	—	—

(1) Elektronikaappausdetektorin havaitsemien halogenisoitujen yhdisteiden yläraja yhteensä.

Kunkin yksittäisen havaitun yhdisteen yläraja on 0,10 mg/kg.

(2) Sellaisten isomeerien yhteismäärä, joka voidaan (tai jota ei voida) erottaa kapillaarikolonnin avulla.

(3) Jos K₂₇₀ ylittää kyseisen luokan raja-arvon, K₂₇₀ on määritettävä uudelleen alumiinioksidikäsitteilyn jälkeen, jotta puhdistetut öljyt voidaan määritellä.

(4) Jos hedelmäisyyden mediaani on 0, virheiden mediaani saa olla enintään 2,5.

(5) Kun öljyn vahapitoisuus on 300—350 mg/kg, sitä pidetään lamppuöljynä, jos alifaattisten alkoholien kokonaispitoisuus on enintään 350 mg/kg tai jos erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on enintään 3,5 prosenttia.

(6) Kun öljyn vahapitoisuus on 300—350 mg/kg, sitä pidetään oliivin puristemassaöljynä, jos alifaattisten alkoholien kokonaispitoisuus on yli 350 mg/kg ja jos erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on yli 3,5 prosenttia.

Luokka	Happopitoisuus						Trans-oleiini-isomeerien summa (%)	Translinoli-isomeerien ja translinoleeni-isomeerien summa (%)	Kolesteroli (%)	Brassikasteroli (%)	Kampesteroli (%)	Stigmasteroli (%)	Beetasitosteroli (%) ⁽¹⁾	Delta-7-stigmastanolinoli (%)	Sterolit yhteensä (mg/kg)	Erytrodioli ja uvaoli (%) ^(**)
	Myristiini (%)	Linoleeni (%)	Arakidiini (%)	Eikosaeeni (%)	Beheeni (%)	Lignose-riini (%)										
1. Ekstra-neitsytoliiviöljy	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
2. Neitsytoliiviöljy	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
3. Yleisen kauppalaadun neitsytoliiviöljy	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
4. Neitsytoliivilamppuöljy	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,10	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5 ⁽²⁾
5. Puhdistettu oliiviöljy	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
6. Oliiviöljy	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,30	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 000	≤ 4,5
7. Raaka oliivin puristemassaöljy	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,20	≤ 0,10	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	—	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 2 500	> 4,5 ⁽³⁾
8. Puhdistettu oliivin puristemassaöljy	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 800	> 4,5
9. Oliivin puristemassaöljy	≤ 0,05	≤ 0,9	≤ 0,6	≤ 0,4	≤ 0,3	≤ 0,2	≤ 0,40	≤ 0,35	≤ 0,5	≤ 0,2	≤ 4,0	< Kamp.	≥ 93,0	≤ 0,5	≥ 1 600	> 4,5

⁽¹⁾ Seuraavien summa: delta-5,23-stigmastadieeni + kolesteroli + beetasitosteroli + sitostanoli + delta-5-avenasteroli + delta-5,24-stigmastadieeni.

⁽²⁾ Kun öljyn vahapitoisuus on 300—350 mg/kg, sitä pidetään lamppuöljynä, jos alifaattisten alkoholien kokonaispitoisuus on enintään 350 mg/kg tai jos erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on enintään 3,5 prosenttia.

⁽³⁾ Kun öljyn vahapitoisuus on 300—350 mg/kg, sitä pidetään oliivin puristemassaöljynä, jos alifaattisten alkoholien kokonaispitoisuus on yli 350 mg/kg ja jos erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on yli 3,5 prosenttia.

Huom.

a) Määritystulokset on ilmaistava yhtä monen desimaalin tarkkuudella kuin kunkin ominaisuuden osalta esitetään.

Viimeinen ilmaistava luku on pyöristettävä yhdellä yksiköllä ylöspäin, jos sitä seuraava luku on suurempi kuin 4.

b) Jos yksikin ominaisuus poikkeaa annetuista arvoista, öljyn luokka muutetaan tai sen puhtausarvoa ei hyväksytä.

c) Öljyn laatuun viittaavat tähdellä (*) merkityt ominaisuudet tarkoittavat, että:

— lamppuoliiviöljyn osalta sitä koskevia rajoja (lukuun ottamatta K₂₃₂:ta) ei tarvitse noudattaa samanaikaisesti;

— jos jotain rajaa ei noudateta muiden neitsytoliiviöljyjen osalta, luokkaa muutetaan, mutta se säilyy edelleen luokiteltuna johonkin neitsytoliiviöljyluokkaan.

d) Kahdella tähdellä (**) merkityt ominaisuudet tarkoittavat että kyseisen oliivin puristemassaöljyn osalta kaikkia rajoja ei tarvitse noudattaa samanaikaisesti."

3) Korvataan liite X B seuraavasti:

"LIITE X B

OLIIVIÖLJYN JA OLIIVIN PURISTEMASSAÖLJYN RASVAHAPPOJEN METYYLIESTEREIDEN VALMISTAMINEN

Oliiviöljyn ja oliivin puristemassaöljyn metyyliesterien valmistamiseksi suositellaan seuraavia kahta menetelmää:

Menetelmä A: Transesteröinti kaliumhydroksidin metanoliliuoksella kylmässä.

Menetelmä B: Metylointi natriummetylaatin metanoliliuoksella kuumassa, minkä jälkeen esteröinti happamassa ympäristössä.

Menetelmä valitaan määriteltävän analyttisen parametrin ja öljyluokan perusteella seuraavasti:

- a) E₄₂-triglyseridien määrittäminen ja teoreettisten pitoisuuksien välisen eron määrittäminen:
- menetelmää A sovelletaan kaikkien luokkien öljyihin sen jälkeen, kun öljy on puhdistettu piihappogelikolonissa;
- b) rasvahappokoostumuksen määrittäminen:
- menetelmää A sovelletaan suoraan seuraavien luokkien öljynäytteisiin:
 - neitsytoliiviöljy, jonka vapaiden happojen pitoisuus on alle 3,3 %,
 - puhdistettu oliiviöljy,
 - oliiviöljy (neitsytoliiviöljyn ja pudistetun oliiviöljyn sekoitus),
 - puhdistettu oliivin puristemassaöljy,
 - oliivin puristemassaöljy (neitsytoliiviöljyn ja puhdistetun oliivin puristemassaöljyn sekoitus),
 - menetelmää B sovelletaan sellaisenaan seuraavien luokkien öljynäytteisiin:
 - neitsytoliiviöljy, jonka vapaiden happojen pitoisuus on yli 3,3 %,
 - Raaka oliivin puristemassaöljy,
- c) trans-isomeerien rasvahappojen määrittäminen:
- menetelmää A sovelletaan suoraan seuraavien luokkien öljynäytteisiin:
 - neitsytoliiviöljy, jonka vapaiden happojen pitoisuus on alle 3,3 %,
 - puhdistettu oliiviöljy,
 - oliiviöljy (neitsytoliiviöljyn ja pudistetun oliiviöljyn sekoitus),
 - puhdistettu oliivin puristemassaöljy,
 - oliivin puristemassaöljy (neitsytoliiviöljyn ja puhdistetun oliivin puristemassaöljyn sekoitus),
 - menetelmää B sovelletaan seuraavien luokkien öljyihin sen jälkeen, kun öljy on puhdistettu piihappogelikolonissa:
 - neitsytoliiviöljy, jonka vapaiden happojen pitoisuus on yli 3,3 %,
 - raaka oliivin puristemassaöljy.

ÖLJYNÄYTTEIDEN PUHDISTAMINEN

Näytteet on tarvittaessa puhdistettava piihappogelikolonissa käyttäen liuottimena heksaania/dietyylioksidia (87:13, v/v) IUPAC 2.507 -menetelmässä kuvatulla tavalla.

Vaihtoehtoisesti voidaan tehdä kiinteäfaasiuutto piihappopatruunoita käyttäen. Piihappopatruuna (1 g, 6 ml) laitetaan tyhjiöluottilaitteeseen ja pestään 6 ml:lla heksaania. Tyhjiöinti lopetetaan, jottei kolonni kuivu. Kolonniin laitetaan öljyliuos (noin 0,12 g) 0,5 ml:ssa heksaania. Tyhjiöidään, jotta liuos imeytyy piihappoon, eluoidaan tyhjiössä 10 ml:lla heksaania/dietyylioksidia (87:13 v/v). Homogenoidaan eluaatti kokonaan ja jaetaan se kahdeksi yhtä suureksi näytteeksi. Toinen näyte haihdutetaan kuiviin alipaineessa pyöröhaihduttajassa huoneenlämmössä. Jäännös liotetaan 1 ml:aan heptaania. Saadusta liuksesta voidaan määrittää rasvahapot kaasukromatografialla. Toinen näyte haihdutetaan ja liotetaan jäännös 1 ml:aan asetonia triglyseridien määrittämiseksi tarvittaessa HPCL-menetelmällä.

RASVAHAPPOJEN METYYLIESTERIEN VALMISTUSMENETELMÄT

1 Menetelmä A: Transesteröinti kaliumhydroksidin metanoliliuoksella kylmässä

1.1 Soveltamisala

Tätä nopeaa menetelmää sovelletaan oliiviöljyihin ja oliivin puristemassaöljyihin, joiden vapaiden happojen pitoisuus on alle 3,3 %. Vapaat rasvahapot eivät esteröidy kaliumhydroksidilla. Rasvahappojen etyyliesterit transesteröityvät hitaammin kuin glyserolierit, ja on mahdollista, että ne metyloituvat vain osittain.

1.2 Periaate

Metyyliesterit muodostuvat transesteröitymällä kaliumhydroksidin metanoliliuoksessa välivaiheessa ennen saippuointia (ISO 5509:2000 -menetelmän 5 kohta, IUPAC 2.301 -menetelmän 5 kohta).

1.3 Reagenssit

Metanolia, jossa enintään 0,5 % (m/m) vettä.

Heptania kromatografiaa varten.

Kaliumhydroksidin noin 2 N metanoliliuos, joka saadaan liuottamalla 11,2 grammaa kaliumhydroksidia 100 ml:aan metanolia.

1.4 Välineistö

Kierrekorkkisia koeputkia (tilavuus 5 ml), joiden korkissa PTFE-liitos.

Mitta- tai automaattipipetit, 2 ja 0,2 ml.

1.5 Suoritus

Mitataan 5 ml:n kierrekorkilliseen koeputkeen noin 0,1 grammaa näyteöljyä. Lisätään 2 ml heptania ja ravistetaan. Lisätään 0,2 ml kaliumhydroksidin 2 N metanoliliuosta, suljetaan tiiviisti PTFE-liitoksella varustetulla korkilla, ravistetaan voimakkaasti 30 sekuntia. Putken annetaan seistä kunnes liuoksen pintakerros kirkastuu. Erotetaan pintakerros, jossa metyyliesterit ovat. Heptaniliuos voidaan injektoida kromatografiin. Liuos on syytä säilyttää jääkaapissa kunnes se määritetään kromatografilla. Liuosta ei suositella säilytettäväksi yli 12:ta tuntia.

2 Menetelmä B: Metylointi natriummetylaatin metanoliliuoksella kuumassa, minkä jälkeen esteröinti happamassa ympäristössä**2.1 Soveltamisala**

Tätä menetelmää sovelletaan oliiviöljyihin ja oliivin puristemassaöljyihin, joiden vapaiden happojen pitoisuus on yli 3,3 %.

2.2 Periaate

Vapaiden rasvahappojen neutralointi ja glyseridien emäksinen metanolyysi, minkä jälkeen rasvahapot esteröidään happamassa ympäristössä (IUPAC 2.301 -menetelmän 4.2 kohta).

2.3 Reagenssit

- heptania kromatografiaa varten,
- metanolia, jossa enintään 0,05 % (m/m) vettä,
- natriummetylaatin 0,2 N metanoliliuos, joka saadaan liuottamalla 5 g natriumia 1 000 ml:aan metanolia (voidaan valmistaa kaupallisesta liuoksesta),
- fenoliftaleiinin 0,2 % metanoliliuos,
- rikkihapon 1 N metanoliliuos, joka saadaan lisäämällä 3 ml 96 %:sta rikkihappoa 100 ml:aan metanolia,
- natriumkloridin kyllästettyä vesiliuosta.

2.4 Välineistö

- tasapohjainen mittapullo, tilavuus 50 ml, pitkä- ja kapeakaulainen ja hiosliitoksella varustettu,
- palautusjäähdytin. Ilmapalautusjäähdytin (1 m), jossa hiosliitos,
- Kiehumakivi
- Lasisuppilo

2.5 Suoritus

Kaadetaan 0,25 g näyteöljyä hiottukaulaiseen 50 ml:n pulloon. Lisätään lasisuppilon avulla 10 ml natriummetylaatin 0,2 N metanoliliuosta ja kiehumakivi. Palautusjäähdytin asennetaan paikoilleen, ravistetaan ja keitetään kiehuvaaksi. Liuoksen on muututtava kirkkaaksi noin 10 minuutissa. Reaktio on käytännössä loppunut 15 minuutin kuluttua. Otetaan pullo lämmönlähteestä, odotetaan palautuksen loppumista, poistetaan jäähdyttäjää ja lisätään 2 tippaa fenoliftaleiiniliuosta. Lisätään muutama ml rikkihapon 1 N metanoliliuosta kunnes se muuttuu värittömäksi, minkä jälkeen lisätään vielä 1 ml. Kytetään jäähdytin päälle ja kuumennetaan uudestaan kiehuvaaksi noin 20 minuutin ajan. Otetaan pullo lämmönlähteestä ja jäädytetään juoksevan veden alla. Poistetaan jäähdyttäjää, lisätään 20 ml kyllästettyä natriumkloridiliuosta ja ravistetaan. Lisätään 5 ml heptania, suljetaan pullo ja ravistetaan voimakkaasti 15 sekuntia.

Annetaan erottua, kunnes molemmat faasit ovat täysin erottuneet. Lisätään kyllästettyä natriumkloridiliuosta kunnes vesifaasi nousee pullon kaulan alareunan tasalle. Pullon kaulassa oleva pintafaasi sisältää metyyliesterit. Saatu liuos voidaan injektoida kaasukromatografiin.

Huom: Menetelmää B käytettäessä metylointi on tehtävä vetokaapissa.

2.6 Vaihtoehtoja menetelmän B mukaiselle metyloinnille

2.6.1 Menetelmä C

2.6.1.1 Periaate

Määritettävä rasva tai öljy käsitellään vetykloridin metanoliliuoksella suljetussa suppilossa 100 °C:ssa.

2.6.1.2 Välineistö

- Noin 5 ml:n vahvaseinäinen lasisuppilo (korkeus 40—45 mm, halkaisija 14—16 mm).
- Mittapipettejä, 1 ja 2 ml.

2.6.1.3 Reagenssit

Kloorivetyhapon 2 % metanoliliuos, valmistettu kaasumaisesta kloorivetyhaposta ja vedettömästä metanolista (Huom. 1).

Heksaania kromatografiaa varten

Huom 1: On mahdollista käyttää kaupallisia kloorivetyhapon metanoliliuoksia. Pieniä määriä vetykloridikaasua voidaan helposti valmistaa laboratoriossa lisäämällä kaupalliseen liuokseen ($p = 1,18$) muutama tippa väkevää rikkihappoa. Metanoli absorboi vetykloridihappoa hyvin nopeasti, minkä vuoksi se on liuotettava varovasti, esimerkiksi johtamalla kaasu pieneen, ylösalaisin olevaan pulloon, jonka suu koskettaa nestepintaa. Vetykloridin metanoliliuosta voidaan valmistaa suuria määriä etukäteen, sillä se säilyy pimeässä erittäin hyvin lasitulpallisissa pulloissa. Reagenssi voidaan valmistaa myös liuottamalla asetyylikloridia vedettömään metanoliin.

2.6.1.4 Suoritus

- Ennalta natriumsulfaatilla kuivattua ja suodatettua rasvaa tai öljyä punnitaan 0,2 g lasipulloon ja lisätään 2 ml vetykloridin metanoliliuosta. Suljetaan pullo.
- Upotetaan pullo 100 °C:een 40 minuutiksi.
- Jäähdytetään pullo juoksevan veden alla, avataan ja lisätään 2 ml tislattua vettä ja 1 ml heksaania.
- Sentrifugoidaan ja poistetaan heksaanifaasi, joka on valmis käytettäväksi.

2.6.2 Menetelmä D

2.6.2.1 Periaate

Määritettävää rasvaa tai öljyä kuumennetaan palautusjäähdyttimellä varustetussa koeputkessa metanolin, heksaanin ja rikkihapon kanssa. Syntyneet metyyliesterit uutetaan petrolietterillä.

2.6.2.2 Välineistö

- Hiosliitoksella varustettu koeputki, tilavuus noin 20 ml, jossa noin 1 m:n pituinen ilmapalautusjäähdytin.
- Mittapipetti, 5 ml
- Erotussuppilo, 50 ml
- Koeputkia, 10 ja 25 ml
- Kartiopohjainen koeputki, tilavuus 15 ml.

2.6.2.3 Reagenssit

- Metylointireagenssi: vedettömän metanolin, heksaanin ja väkevän rikkihapon ($p = 1,84$) seos 75:25:1 (v/v/v).

- Petrolieetteri, 40—60 °C.
- Vedetön natriumsulfaatti.

2.6.2.4 Suoritus

Punnitaan 20 ml:n putkeen 0,1 g öljyä ja lisätään 5 ml metylointireagenssia.

Palautusjäähdytin asennetaan paikoilleen ja koeputkea kuumennetaan 30 minuuttia kiehuvaan vesihauteeseen (Huom. 2).

Seos siirretään kvantitatiivisesti 50 ml:n erotussuppiloon käyttäen 10 ml tislattua vettä ja 10 ml petrolieetteriä. Ravistetaan voimakkaasti ja odotetaan faasien erottumista. Erotetaan vesifaasi ja pestään eetterifaasi kaksi kertaa 20 ml:lla tislattua vettä. Erotussuppiloon lisätään pieni määrä vedetöntä natriumsulfaattia, ravistetaan, annetaan laskeutua muutama minuutti ja suodatetaan. Suodos kerätään 15 ml:n kartiopohjaiseen koeputkeen.

Liutin haihdutetaan vesihauteessa typpivirrassa.

Huom. 2: Kiehumisen hillitsemiseksi koeputkeen asetetaan lasisauva ja estetään vesihauteen lämpötilaa nousemasta yli 90 °C:n.

3 Tarkkuusparametrit

Kansainvälisen oliiviöljyneuvoston menetelmässä COI/T.20/DOC. nro 24 esitetään menetelmien A ja B tarkkuuden tilastollinen arvio.

SUOSITUKSET OLIIVIÖLJYN JA OLIIVIN PURISTEMASSAÖLJYN RASVAHAPPOJEN ESTERIEN KAASUKROMATOGRAFIESTA MÄÄRITYSTÄ VARTEN

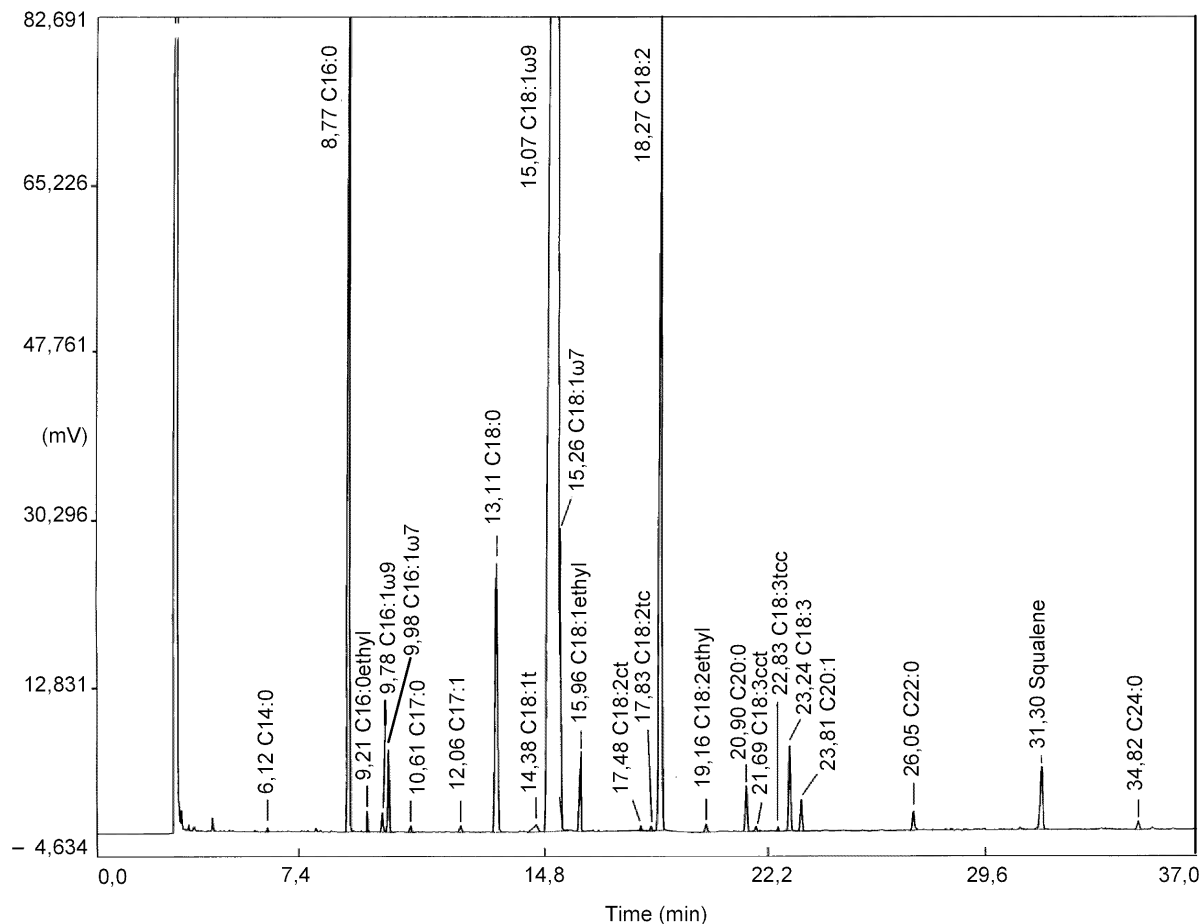
1 Suoritus

Rasvahappojen esterien heksaaniliuosten kaasukromatografinen määrittäminen tehdään ISO 5508 -standardin mukaisesti käyttämällä kapillaarikolonnia (pituus 50 m × sisähalkaisija 0,25 tai 0,32 mm), joka on varustettu syanopropysilikonipinnoitteella, kuten trans-isomeerien rasvahappojen määrittämiseksi on vahvistettu. (ks. COI/T.20/Asiakirja nro 17).

Kuviossa 1 esitetään rasvahappojen metyyli- ja etyyliestereitä sekä metyyliestereiden trans-isomeerejä sisältävän oliivin puristemassaöljyn tyypillinen kromatogrammi.

2 Laskeminen

- 2.1 Rasvahappokoostumuksen ja ECN42:n laskemiseksi on otettava huomioon seuraavat rasvahapot:
 - Myristiinihappo (C14:0).
 - Palmitiinihappo (C16:0) Metyyli- ja etyyliestereitä vastaavien piikkien pinta-alojen summa.
 - Palmitoleiinihappo (C16:1) Metyyliestereiden ω 9- ja ω 7 -isomeerejä vastaavien piikkien pinta-alojen summa.
 - Heptadekaanihappo (C17:0).
 - Heptadekeenihihappo (C17:1).
 - Steariinihappo (C18:0).
 - Oleiinihappo (C18:1) Metyyliestereiden ω 9- ja ω 7 -isomeerejä, etyyliestereitä sekä metyyliestereiden trans-isomeerejä vastaavien piikkien pinta-alojen summa.
 - Linolihihappo (C18:2) Metyyli- ja etyyliestereitä ja metyyliestereiden trans-isomeerejä vastaavien piikkien pinta-alojen summa.
 - Arakidiinihappo (C20:0).
 - Linoleenihihappo (C18:3) Metyyliestereitä ja metyyliestereiden trans-isomeerejä vastaavien piikkien pinta-alojen summa.
 - Eikosaenihihappo (C20:1).
 - Behenihihappo (C22:0).
 - Lignoseriinihihappo (C24:0).
 - Skvaleenia ei oteta huomioon kokonaispinta-alaa laskettaessa.
 - 2.2 Trans-C18:1:n prosenttiosuutta laskettaessa käytetään kyseisen rasvahapon metyyliestereitä vastaavaa piikkiä. Trans-C18:2 ja trans-C18:3:n summan saamiseksi lasketaan yhteen kaikki molempien rasvahappojen trans-isomeerejä vastaavat piikit. Kokonaispinta-alan laskemiseksi otetaan huomioon kaikki 2.1 kohdassa mainitut piikit. (ks. COI/T.20/Asiakirja nro 17).
- Kunkin rasvahapon prosenttiosuus lasketaan seuraavan kaavan mukaisesti:
- $$\% X = (\text{pinta-ala } X \times 100) / (\text{kokonaispinta-ala})$$



Kuvio 1: Metylaatiomenetelmällä kylmässä saatu oliivin puristemassaöljyn kromatogrammi. Kromatogrammin piikit vastaavat metyyliestereitä, ellei toisin mainita.”

4) Korvataan liite XII seuraavasti:

”LIITE XII

NEITSYTOLIIVIÖLJYN AISTINVARAINEN ARVIOINTI

1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA

Tällä menetelmällä on tarkoitus vahvistaa asetuksen N:o 136/66/ETY liitteessä olevassa 1 kohdassa tarkoitettujen neitsytoliiviöljyjen aistinvaraisten ominaisuuksien arvioimiseksi tarvittavat perusteet ja kuvata menetelmä niiden luokitteluksi tältä osin.

Kuvattua menetelmää sovelletaan ainoastaan neitsytoliiviöljyjen luokitteluun hedelmäisyyden ja virheiden määrän mukaan, jotka määrittää 4 kohdan mukaisesti raadin muodostava ryhmä valittuja ja koulutettuja maistajia.

2 YLEISTÄ

Yleisen perustanaston, maistamishuoneen, yleisen menettelyn ja öljyjen maistamislasiensa osalta suositellaan noudatettavaksi kansainvälisen oliiviöljyneuvoston ohjeita.

3 ERITYINEN SANASTO

3.1 Positiiviset ominaisuudet

Hedelmäinen: oliivien lajikkeesta riippuvat, suoraan tai jälkivaiheessa havaitut hajuaistimukset, jotka ovat ominaisia hyvänlaatuisista ja tuoreista, raaoista tai kypsistä oliiveista saadulle öljylle.

Karvas: raaoista tai vielä kypsyvistä oliiveista saadun öljyn ominaismaku.

Pistävä: pistelevä suutuntuma, joka on ominainen kasvukauden alussa pääasiassa vielä raaoista oliiveista tuotetuille öljyille.

3.2 Negatiiviset ominaisuudet

Tunkkainen: maku, joka on ominainen kasovina varastoiduista oliiveista, joissa käyminen on päässyt pitkälle, saadulle öljylle.

Homeinen, kostea: maku, joka on ominainen sellaisista oliiveista saadulle öljylle, joita on säilytetty useita päiviä kosteissa olosuhteissa, joissa niihin on päässyt kasvamaan sienirihmastoja ja homeita.

Sakkainen: maku, joka on ominainen öljylle, joka on ollut kosketuksissa tynnyrien ja sammioiden pohjasakan kanssa.

Viinimäinen-etikkainen: eräille öljyille ominainen viiniä tai etikkaa muistuttava maku. Se johtuu pääasiassa oliivien käymisestä, joka johtaa etikkahapon, etyyliasetaatin ja etanolin muodostumiseen.

Metallinen: maku, joka muistuttaa metallia. Se on ominainen öljylle, joka on ollut pitkäaikaisessa kosketuksessa metallinpintojen kanssa murskauksen, sekoituksen, puristuksen tai varastoinnin aikana.

Eltaantunut: hapettuneisiin öljyihin liittyvä maku.

Paistunut tai palanut: öljyille ominainen maku, joka johtuu liiallisesta tai liian pitkästä kuumentamisesta valmistuksen aikana, varsinkin kun tahnaa sekoitetaan ja kuumennetaan samanaikaisesti ja se tehdään sopimattomissa lämpöolosuhteissa.

Heinämainen-puumainen: eräiden kuivista oliiveista saatujen öljyjen maku.

Karkea: eräiden öljyjen aiheuttama paksu, tahmea tuntu suussa.

Rasvainen: öljyn maku, joka muistuttaa petrolia, rasvaa tai mineraaliöljyä.

Sivumaku: maku, joka syntyy kun öljy on ollut kauan kosketuksissa veden kanssa.

Suolavesi: suolaliemessä säilötyistä oliiveista saadun öljyn maku.

Espartoheinä: uusien espartomattojen läpi puristetun öljyn maku. Se voi olla erilainen sen mukaan, oliko mattojen esparto vihreää vai kuivaa.

Maa: pesemättömistä maahan pudonneista tai mutaisista oliiveista saadun öljyn maku.

Toukkainen: oliivikärpäsien (*Bactrocera Oleae*) toukkien pilaamista oliiveista saadun öljyn maku.

Kurkku: sellaisen öljyn maku, jota on säilytetty ilmatiiviissä peltiastioissa liian kauan; se johtuu 2,6-nonadie-naalin muodostumisesta.

4 RAATI

Jäsenvaltion nimittämään raatiin kuuluu puheenjohtaja ja 8—12 maistajaa. Markkinointivuonna 2001/2002 maistajia voi kuitenkin olla alle 8.

Puheenjohtajalla on oltava vankka koulutus ja asiantuntemus, ja hänen on tunnettava perusteellisesti kaikki öljytyypit. Hän on vastuussa raadista, sen järjestämisestä ja toiminnasta, näytteiden valmistelemisesta, koodauksesta ja esittelystä maistajille sekä tietojen keruusta ja niiden käsittelystä tilastollisesti.

Puheenjohtaja valitsee maistajat. Lisäksi hän huolehtii maistajien koulutuksesta ja näiden tehtävien valvonnasta varmistaakseen, että maistajien soveltuvuus tehtäväänsä säilyy asianmukaisena.

Oliiviöljyn aistinvaraisten ominaisuuksien tarkastukseen osallistuvat maistajat on kansainvälisen oliiviöljyneuvoston neitsytoliiviöljyn pätevien maistajien valintaa, koulutusta ja valvontaa koskevien ohjeiden mukaisesti valittava ja koulutettava sen mukaan, miten he pystyvät erottamaan toisistaan samankaltaisia näytteitä.

Raatiin on sitouduttava osallistumaan havaintoja koskevien perusteiden säännölliseksi valvomiseksi ja yhdenmukaistamiseksi kansallisella, yhteisön tai kansainvälisellä tasolla suunniteltuihin aistinvaraisiin arviointeihin. Lisäksi niiden on toimitettava asianomaiselle jäsenvaltiolle vuosittain tiedot raadin kokoonpanosta ja hyväksyttynä raatina tehtyjen arviointien lukumäärästä.

5 AISTINVARAINEN ARVIOINTIMENETTELY JA LUOKITTELU

5.1 Miten maistaja käyttää profiililomaketta

Maistajan käyttämä profiililomake on tämän menetelmän lisäyksessä A.

Kunkin raatiin kuuluvan maistajan on haistettava ja maistettava ⁽¹⁾ tarkasteltavaa maistelulasissa olevaa öljyä ja arvioitava haju-, maku- ja suutuntumahavaintoja sekä kineettisiä havaintoja. Sen jälkeen hänen on merkittävä profiililomakkeeseensa kunkin negatiivisen ja positiivisen ominaisuuden voimakkuusaste.

Jos maistaja havaitsee negatiivisia ominaisuuksia, joita ei ole merkitty profiililomakkeeseen, ne on merkittävä kohtaan 'muut' ja käytettävä niitä tämän menetelmän 3.2 kohdassa määriteltyjä ilmaisuja, jotka parhaiten kuvaavat kyseisiä ominaisuuksia.

5.2 Miten raadin puheenjohtaja käyttää tietoja

Raadin puheenjohtajan on kerättävä kunkin maistajan täyttämät profiililomakkeet ja tarkistettava merkityt voimakkuusasteet. Jos havaitaan poikkeavuuksia, puheenjohtaja pyytää maistajaa tarkistamaan profiililomakkeensa ja tarvittaessa toistamaan kokeen.

Raadin puheenjohtaja voi viedä kunkin maistajan tiedot tietokonesovellukseen mediaanin laskemiseksi (lisäys B). Kutakin näytettä koskevat tiedot kootaan taulukkoon, jossa on sarakkeet kullekin 10:lle aistihavaintoa koskevalle ilmaisulle ja maistajien lukumäärää vastaava määrä rivejä.

Kun vähintään puolet raadin jäsenistä on merkinnyt negatiivisen ominaisuuden kohtaan 'muut', raadin puheenjohtajan on laskettava kyseisen ominaisuuden mediaani ja tehtävä vastaava luokitus.

Kun kyse on vaatimustenmukaisuustarkastuksina tai seurantamäärityksinä tehdyistä arvioinneista, raadin puheenjohtajan on arvioitettava öljy aistinvaraisesti kolme kertaa vähintään yhden päivän välein. Ilmaisujen mediaani lasketaan kaikkien profiililomakkeisiin kolmessa testissä merkittyjen tietojen perusteella.

5.3 Öljyjen luokittelu

Öljy luokitellaan jäljempänä esitettyihin luokkiin virheiden ja hedelmäisyyden mediaanin mukaan. Virheiden mediaanilla tarkoitetaan voimakkaimmin havaitun negatiivisen ominaisuuden mediaania. Kyseisen negatiivisen ominaisuuden robustin variaatiokertoimen on oltava enintään 20 prosenttia.

- a) *Ekstra-neitsytoliiviöljy*: virheiden mediaani on 0 ja hedelmäisyyden mediaani yli 0;
- b) *neitsytoliiviöljy*: virheiden mediaani on 0—2,5 ja hedelmäisyyden mediaani yli 0;
- c) *yleisen kauppalaadun neitsytoliiviöljy*: virheiden mediaani on 2,5—6,0 tai virheiden mediaani on korkeintaan 2,5 ja hedelmäisyyden mediaani 0;
- d) *neitsytoliivilamppuöljy*: virheiden mediaani on yli 6,0.

Luokat c ja d korvataan kuitenkin 1 päivästä marraskuuta 2003 seuraavalla luokalla:

- c) *Oliivilamppuöljy*: virheiden mediaani on yli 2,5 tai virheiden mediaani on korkeintaan 2,5 ja hedelmäisyyden mediaani 0.

5.4 Erityistapaukset

Jos jonkin muun positiivisen ominaisuuden kuin hedelmäisyyden mediaani on yli 5,0, raadin puheenjohtaja tekee siitä merkinnän öljyn arviointitodistukseen.

⁽¹⁾ Maistaja voi kieltäytyä maistamasta, jos hänen mielestään näytteessä on jokin erittäin vastenmielinen ominaisuus. Tästä poikkeuksellisesti tapahtumasta on tehtävä merkintä profiililomakkeeseen.

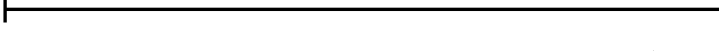
LISÄYS A

Profiililomake

(maistajan käyttöön)

HAVAITUT VIRHEET

VOIMAKKUUS

Tunkkainen	
Homeinen, kostea	
Viinimäinen—etikkainen	
Sakkainen	
Metallinen	
Eltaantunut	
Muut (täsmennettävä)	

HAVAITUT POSITIIVISET OMINAISUUDET

Hedelmäinen	
Karvas	
Pistävä	

Maistajan nimiNäytteen tunnusPäiväys:

LISÄYS B

MEDIAANIN JA LUOTTAMUSVÄLIN LASKUTAPA

Mediaani

$$Me = [P(X < X_m) \leq 1/2 \wedge P(X \leq X_m) \geq 1/2]$$

Mediaani on reaaliluku X_m , joka osoittaa, että todennäköisyys (P) siihen, että jakauman arvot (X) ovat pienempiä kuin X_m , on korkeintaan 0,5 ja että samanaikaisesti todennäköisyys (P) siihen, että jakauman arvot ovat korkeintaan X_m , on vähintään 0,5. Toisen määritelmän mukaan mediaani on 50. prosenttipiste suuruusjärjestykseen asetetuista luvuista. Toisin sanoen mediaani on keskimäinen suuruusjärjestykseen asetetuista luvuista, jos niitä on pariton määrä, tai kahden keskimäisen luvun keskiarvo, jos suuruusjärjestykseen asetettuja lukuja on parillinen määrä.

Robusti keskihajonta

$$S = \frac{1,25 \text{ IQR}}{1,35 \sqrt{N}}$$

Jotta mediaanin variaatiosta saataisiin luotettava arvio, on käytettävä Sturtin ja Kendallin arviointimenetelmää robustin keskihajonnan määrittämiseksi. Asymptootisen keskihajonnan (S) kaava sisältää arvot N ja IQR. N on havaintojen lukumäärä ja IQR kvartiilivälin pituus eli kyseessä olevien tietojen variaation robusti arvio (täsmälleen 50 prosenttia minkä tahansa todennäköisyysjakauman havainnoista on kvartiilivälillä). Kvartiiliväli lasketaan laskemalla 75. ja 25. prosenttipisteen välinen poikkeama.

$$\text{IQR} = 75. \text{ prosenttipiste} - 25. \text{ prosenttipiste}$$

Prosenttipiste on arvo X_{pc} , joka osoittaa että todennäköisyys (P) siihen, että jakauman arvot ovat pienempiä kuin X_{pc} , on korkeintaan tietty prosentti, ja että samanaikaisesti todennäköisyys siihen, että jakauman arvot ovat korkeintaan X_{pc} , on vähintään kyseinen prosentti. Prosentti ilmoittaa tietyn jakauman arvon. Kun kyseessä on mediaani, se on 50/100.

$$\text{Prosenttipiste} = [P(X < X_{pc}) \leq \frac{n}{100} \wedge P(X \leq X_{pc}) \geq \frac{n}{100}]$$

Prosenttipiste on siis jakauman arvo, joka vastaa tiettyä aluetta, joka on määritelty jakauman tai tiheyden kaarelta. Esimerkiksi 25. prosenttipiste osoittaa jakauman arvoa, joka vastaa aluetta kohdassa 0,25 tai 25/100.

Robusti variaatiokerroin (%)

$$\text{CVR} = \frac{S}{Me} 100$$

Robusti variaatiokerroin on puhdas (eli dimensioton) luku, joka osoittaa analysoitavan lukujoukon variaation prosenttiosuuden suhteessa mediaanin arvoon Me. Tämän vuoksi kyseinen kerroin on erittäin hyödyllinen raadin jäsenten luotettavuuden tarkistamiseksi.

95 prosentin luottamusväli suhteessa mediaaniin

95 prosentin luottamusväli (IC) (ensimmäisen lajin virheen arvo on 0,05 tai 5 prosenttia) kuvaa väliä, jolla mediaanin arvo voi vaihdella, jos koe olisi mahdollista toistaa lukemattomia kertoja. Käytännössä luottamusväli osoittaa kokeen vaihteluväliä valituissa toimintaolosuhteissa, jos kokeen voisi toistaa useita kertoja. Luottamusvälin, kuten robustin variaatiokerroimenkin avulla voidaan arvioida kokeen luotettavuus.

$$I. C. \text{ Sup.} = Me + (c.S)$$

$$I. C. \text{ Inf.} = Me - (c.S)$$

jossa c on 1,96 kun luottamusväli on 0,95.

Luokittelu tehdään vertaamalla mediaanin arvoja menetelmän 5.3 kohdassa määriteltyihin vertailuväleihin. Tietokone-sovelluksen avulla luokittelu voidaan esittää visuaalisesti tilastotiedoista koottuna taulukkona tai kaaviona.”

- 5) Poistetaan liite XIV.
- 6) Lisätään liite XIX seuraavasti:

"LIITE XIX

ALIFAATTISTEN ALKOHOLIEN PITOISUUDEN MÄÄRITTÄMINEN KAASUKROMATOGRFISESTI KAPILLAARIKOLONNILLA

1 TARKOITUS

Tässä kuvataan menetelmä rasvojen tai öljyjen sisältämien yksinkertaisten alifaattisten alkoholien pitoisuuden ja niiden kokonaispitoisuuden määrittämiseksi.

2 MENETELMÄN PERIAATE

Rasva tai öljy, johon on lisätty 1-eikosanolia sisäiseksi standardiksi, saippuoidaan kaliumhydroksidin avulla etanoliliuoksessa ja saippuoitumattomat osat uutetaan eetterillä. Alkoholifraktio erotetaan saippuoitumattomasta uutteesta kromatografian avulla emäksisellä silikageelilevyllä; silikageelistä saadut alkoholit muutetaan trimetyylisilylieettereiksi ja määritetään kapillaarikaasukromatografian avulla.

3 VÄLINEISTÖ

- 3.1 Pullo, 250 ml, jossa on hiotut lasiliitännät sekä palautusjäähdytin.
- 3.2 Erotussuppilo, 500 ml.
- 3.3 Pulloja, 250 ml.
- 3.4 Ohutkerroskromatografialaitteisto, jonka lasilevyjen koko on 20 × 20 cm.
- 3.5 UV-valo, jonka aallonpituus on 366 tai 254 nm.
- 3.6 Mikroruiskuja, 100 µl ja 500 µl.
- 3.7 Lasisinterisuodatussuppilo, jonka huokoskoko on G 3 (15—40 mm), halkaisija noin 2 cm ja korkeus noin 5 cm ja jossa on liitäntä tyhjiöimusuodatus varten sekä koirashios 12/21.
- 3.8 Tyhjiöimupullo, 50 ml, jossa on suodatinsuppiloon (3.7) sopiva naarashios.
- 3.9 Koeputki, 10 ml, jossa on ilmatiivis tulppa ja kartiomainen pohja.
- 3.10 Kaasukromatografi, jota voi käyttää kapillaarikolonnin kanssa ja johon liittyy virtauksenjakojärjestelmä, jonka osat ovat:
- 3.10.1 termostaattisäättöinen kolonniuuni, joka säilyttää halutun lämpötilan noin ± 1 °C:n tarkkuudella,
- 3.10.2 injektio-laite, jonka lämpötilaa voi säätää ja jonka höyrystämisosassa on persilanoitua lasia,
- 3.10.3 liekki-ionisaatiodektori ja muuntajavahvistin,
- 3.10.4 integraattori-piirturi, joka toimii muuntajavahvistimen kanssa ja jonka vasteaika on enintään 1 sekunti ja jonka paperin nopeutta voidaan säätää.
- 3.11 Lasinen tai kvartsilasinen kapillaarikolonne, jonka pituus on 20—30 m ja sisähalkaisija 0,25—0,32 mm ja jonka sisäpinta on päällystetty nesteellä SE-52 tai SE-54 tai vastaavalla siten, että nestekerroksen paksuus on 0,10—0,30 µm.
- 3.12 Mikroruisku, jossa on karkaistu neula kaasukromatografiaa varten, 10 µl.
- 3.13 Analyysivaaka, herkkyys 1 mg (näyttö 0,1 mg:n tarkkuudella).

4 REAGENSIT

- 4.1 Kaliumhydroksidi, noin 2 N etanoliliuos: 130 g kaliumhydroksidia (vähintään 85-prosenttista) liuotetaan samalla jäähdyttäen 200 ml:aan tislattua vettä ja lisätään etanolia niin, että liuosta on yksi litra. Liuos säilytetään tiiviisti suljetuissa tummissa lasipulloissa.
- 4.2 Etyylieetteri, analyysilaatua.
- 4.3 Vedetön natriumsulfaatti, analyysilaatua.

- 4.4 Silikageelillä päällystetyt lasilevyt, ilman fluoresenssi-indikaattoria, paksuudeltaan 0,25 mm (voidaan ostaa käyttövalmiina).
- 4.5 Kaliumhydroksidin 0,2 N etanoliliuos: 13 g kaliumhydroksidia liuotetaan 20 ml:aan tislattua vettä ja lisätään etanolia niin että liuosta on 1 litra.
- 4.6 Bentseeni, kromatografiaa varten (ks. 5.2.2).
- 4.7 Asetoni, kromatografiaa varten (ks. 5.2.2).
- 4.8 Heksaani, kromatografiaa varten (ks. 5.2.2).
- 4.9 Etyylieetteri, kromatografiaa varten (ks. 5.2.2).
- 4.10 Puhdas kloroformi, analyysilaatua.
- 4.11 Vertailuliuos ohutkerroskromatografiaa varten: kolesterolin tai fytosterolin 5-prosenttinen kloroformiliuos.
- 4.12 2,7-dikloorifluoreseiiniin 0,2-prosenttinen etanoliliuos. Liuos tehdään lievästi emäksiseksi lisäämällä muutama tippa kaliumhydroksidin 2 N alkoholiliuosta.
- 4.13 Vedetön pyridiini, kromatografiaa varten.
- 4.14 Heksametyylidisilatsaani.
- 4.15 Trimetyylikloorisilaani.
- 4.16 Alifaattisten C_{20} — C_{28} -alkoholien trimetyylisilylieettereiden standardiliuokset. Ne valmistetaan puhtaiden alkoholien seoksista juuri ennen käyttöä.
- 4.17 0,1-prosenttinen (m/V) 1-eikosanolin kloroformiliuos (sisäinen standardi).
- 4.18 Kantajakaasut: vety tai helium, kaasukromatografista laatua.
- 4.19 Apukaasut: typpi, kaasukromatografista laatua.

5 MENETTELY

5.1 Saippuoitumattoman osan esikäsittely

- 5.1.1 250 ml:n pulloon lisätään 500 µl:n mikroruiskulla sellainen tilavuusmäärä 0,1-prosenttista 1-eikosanolin kloroformiliuosta (4.17), jonka sisältämä 1-eikosanolin määrä on suunnilleen 10 % määritystä varten otettavan näytteen alifaattisten alkoholien määrästä. Esimerkiksi, jos näytettä on 5 g ja se on oliiviöljyä, lisätään 250 µl 0,1-prosenttista 1-eikosanoliliuosta, ja jos se on uutettua oliiviöljyä, lisätään 1 500 µl liuosta.

Haihdutetaan liuos kuiviin typpivirrassa ja punnitaan tarkalleen 5 g kuivaa, suodatettua näytettä samaan pulloon.

- 5.1.2 Lisätään 50 ml kaliumhydroksidin 2 N etanoliliuosta, palautusjäähdytin käynnistetään ja liuosta kuumentetaan vesihauteessa hiljalleen kiehuvaan koko ajan voimakkaasti sekoittaen, kunnes saippuoituminen on tapahtunut (liuos kirkastuu). Kuumentamista jatketaan vielä 20 minuutin ajan ja lisätään sitten 50 ml tislattua vettä jäähdyttimen läpi. Sen jälkeen palautusjäähdytin irrotetaan ja pullo jäähdytetään noin 30 °C:n lämpötilaan.

- 5.1.3 Pullon sisältö siirretään kvantitatiivisesti 500 ml:n erotussuppiloon käyttämällä huuhteena yhteensä noin 50 ml tislattua vettä. Lisätään noin 80 ml etyylieetteriä, ravistetaan voimakkaasti noin 30 sekuntia ja annetaan seistä niin että kerrokset erottuvat (Huom. 1).

Pohjalla oleva vesifaasi siirretään toiseen erotussuppiloon. Vesifaasi uutetaan vielä kaksi kertaa kuten edellä, käyttäen molemmilla kerroilla 60—70 ml etyylieetteriä.

Huom. 1: Mahdollinen emulsio voidaan hajottaa lisäämällä pieni määrä etanolia tai metanolia suihkeena.

- 5.1.4 Eetteriuutteet yhdistetään yhteen erotussuppiloon ja pestään tislatulla vedellä (50 ml kerrallaan), kunnes pesuvesi on neutraalia.

Pesuvesi heitetään pois, eetteriuutteet kuivataan vedettömällä natriumsulfaatilla ja suodatetaan etukäteen punnittuun 250 ml:n pulloon ja pestään suppilo ja suodatin pienillä määrillä etyylieetteriä.

- 5.1.5 Eetteriä haihdutetaan, kunnes sitä on hyvin vähän jäljellä, ja kuivataan heikossa alipaineessa tai typpivirrassa; lopuksi kuivataan lämpökaapissa 100 °C:ssa noin 15 min, jäännös jäähdytetään eksikkaattorissa ja punnitaan.

5.2 Alkoholifraktioiden erottaminen

- 5.2.1 Emäksisten levyjen valmistelu: silikageelilevyt (4.4) upotetaan kokonaan kaliumhydroksidin 0,2 N etanoli-liuokseen (4.5) 10 sekunniksi, minkä jälkeen niiden annetaan kuivua vetokaapissa kahden tunnin ajan ja lopuksi yhden tunnin ajan lämpökaapissa 100 °C:ssa.

Levyt otetaan lämpökaapista ja säilytetään kalsiumkloridia sisältävässä eksikkaattorissa käyttöhetkeen asti (näin käsitellyt levyt on käytettävä kahden viikon kuluessa).

Huom. 2: Kun käytetään emäksisiä silikageelilevyjä alkoholifraktioiden erottamiseen, saippuoitumattomia aineita ei tarvitse käsitellä alumiinilla. Täten kaikki happamat yhdisteet (rasvahapot ja muut hapot) jäävät lähtöviivalle. Tällöin saadaan sekä alifaattisten alkoholien vyöhyke että terpeenisten alkoholien vyöhyke, jotka molemmat erottuvat selvästi sterolivyöhykkeestä.

- 5.2.2 Heksaanin ja etyylietterin seos, 65:35 (V/V), kaadetaan kehitysastiaan niin että sitä on noin 1 cm (*).

Astia suljetaan sopivalla kannella ja annetaan olla vähintään puoli tuntia suljettuna, jotta neste ja höyry saavuttavat tasapainon. Suodatinpaperisuikaleita, jotka ulottuvat eluointiaineeseen, voidaan kiinnittää astian sisäseinään. Näin kehitysaika lyhenee noin kolmanneksella ja aineosat eluoituvat tasaisemmin.

Huom. 3: Seos on vaihdettava uuteen jokaista määritystä varten, jotta eluointiolosuhteet olisivat täysin toistettavissa.

- 5.2.3 Saippuoitumattomasta osasta (5.1.5) valmistetaan noin 5-prosenttinen kloroformiliuos ja 0,3 ml liuosta levitetään mahdollisimman ohuena ja tasaisena nauhana käyttäen 100 µl:n mikroruiskua, noin 2 cm:n päähän lasilevyn alareunasta. Asetetaan yhdelle levyn reunoista 2–3 µl alifaattisten alkoholien vertailuliuosta (4.11) lähtöviivan tasalle, jotta alifaattisten alkoholien vyöhyke olisi helppo tunnistaa kehittämisen jälkeen.

- 5.2.4 Levy asetetaan kehitysastiaan, joka on valmisteltu 5.2.2 kohdan mukaisesti. Ympäristön lämpötilan on oltava 15–20 °C. Astia suljetaan kannella välittömästi, minkä jälkeen näytteen annetaan eluotua, kunnes liuotinrintama on noussut 1 cm:n päähän levyn yläreunasta.

Levy otetaan kehitysastiasta ja liuotin haihdutetaan kuumassa ilmavirrassa tai levy jätetään joksikin aikaa kuivumaan vetokaappiin.

- 5.2.5 Levyille suihkutetaan ohuelti ja tasaisesti 2,7-dikloori-fluoreseiiniliuosta. Alifaattisten alkoholien vyöhyke erottuu ultraviolettivalossa tarkasteltuna vertailuliuosta päälleen verrattaessa; alifaattisten alkoholien vyöhykkeen ja välittömästi sen yläpuolella olevan, terpeenialkoholeja vastaavan vyöhykkeen muodostaman kokonaisuuden ympärille piirretään viiva mustalla kynällä.

Huom. 4: Koska terpeenialkoholien vyöhyke sisältää näissä koeolosuhteissa huomattavan määrän alifaattisia alkoholeja, molemmat vyöhykkeet on kerättävä talteen yhdessä.

- 5.2.6 Silikageelikerros raaputetaan rajatulta alueelta metallilastalla. Saatu aines hienonnetaan, siirretään suodatin-suppilon (3.7), lisätään 10 ml kuumaa kloroformia, sekoitetaan huolellisesti metallilastalla ja suodatetaan suodatin-suppilon liitettyyn pulloon (3.8) tyhjiöllä.

Suppilon jäänyt aines pestään kolme kertaa noin 10 ml:lla etyylietteriä, ja suodos kerätään suodatin-suppilon liitettyyn pulloon. Suodosta haihdutetaan, kunnes sen tilavuus on noin 4–5 ml ja jäännösluos kaadetaan etukäteen punnittuun 10 ml:n koeputkeen (3.9). Liuosta kuivataan alhaisella lämmöllä kevyessä typpivirrassa; jäännös liuotetaan muutamaa tippaa asetonia, kuivataan jälleen ja pidetään kymmenisen minuuttia 105 °C:ssa lämpökaapissa, jäähdytetään eksikkaattorissa ja punnitaan.

Koeputkessa oleva jäännös sisältää alkoholifraktioiden.

5.3 Trimetyylisilylietterien valmistelu

- 5.3.1 Koeputkessa olevaan alkoholifraktioon lisätään silylointireagenssi niin, että kosteutta ei pääse mukaan (Huom. 6); mainittu reagenssi on seos, jossa on tilavuussuhteessa 9:3:1 pyridiiniä, heksametyyldisilatsania ja trimetyylikloorisilatsania (Huom. 5); seosta tarvitaan 50 µl jokaista alifaattisten alkoholien milligrammaa kohti.

Huom. 5: Käyttövalmiita liuoksia on kaupallisesti saatavana; lisäksi muita silylointireagensseja, kuten esim. bis-trimetyylisilyl-trifluorasetamidi + 1 % trimetyylikloorisilatsania; reagenssi laimennetaan samalla määrällä vedetöntä pyridiiniä.

Huom. 6: Lievä sameus on tavallista eikä ole haitaksi. Valkoiset hiutaleet tai vaaleanpunaiseksi värjäytyminen ovat merkkejä kosteudesta tai reagenssien muuttumisesta. Jos näitä ilmenee, koe on uusittava.

- 5.3.2 Koeputki suljetaan tulpalla ja sitä ravistetaan varovasti (ei ylösalaisin), kunnes alifaattiset alkoholit ovat täysin liuenneet. Putken annetaan seistä vähintään 15 minuuttia huoneenlämmössä ja sen jälkeen sitä sentrifugoidaan muutaman minuutin ajan; kirkas liuos on nyt valmis kaasukromatografista määrittystä varten.

(*) Erityisesti tällaisissa tapauksissa on käytettävä bentseenin ja asetonin eluointiseosta 95:5 (V/V), jotta vyöhykkeet eroaisivat hyvin.

5.4 Kaasukromatografinen määrittäminen

5.4.1 Esivalmistelu ja kolonnin valmistelu

5.4.1.1 Kapillaarikolonne asennetaan kaasukromatografialaitteistoon niin, että kolonnin alkupää kiinnitetään injektoriin, joka on liitetty virtauksenjakojärjestelmään, ja kolonnin loppupää kiinnitetään detektoriin. Tarkistetaan kaasukromatografisten laitteiden toiminta (kaasuliitännän tiiviys, detektorin, virtauksenjakojärjestelmän ja piirturin toimivuus jne.)

5.4.1.2 Jos kapillaarikolonna ei ole aikaisemmin käytetty, se on ensin valmisteltava käyttöön. Pieni määrä kaasua johdetaan kolonnin läpi, käynnistetään kaasukromatografi ja aloitetaan asteittainen lämmittäminen, jota jatketaan, kunnes lämpötila on kohonnut vähintään 20 °C korkeammaksi kuin käyttölämpötila (Huom. 7). Korkeaa lämpötilaa pidetään yllä vähintään kaksi tuntia, minkä jälkeen kromatografialaitteisto saatetaan käyttövalmiiksi (kaasuvirran ja erotuksen säätö, liekinsytytys, elektronisen piirturin kytkeminen, uunin lämpötilan säätö kolonna varten, detektorin ja injektorin säätö jne.) ja signaalia rekisteröidään herkkyydellä, joka on vähintään kaksi kertaa niin suuri kuin määrittämisessä käytettävä. Saadun perusviivan on oltava suora, eikä siinä saa olla minkäänlaisia piikkejä eikä siirtymää mihinkään suuntaan. Jos ilmenee negatiivista suoraviivaista siirtymää, se on merkki kolonnin liitäntöjen vuodosta, ja jos ilmenee positiivista siirtymää, se johtuu kolonnin riittämättömästä valmistelusta.

Huom. 7: Esivalmistelulämpötilan on aina oltava vähintään 20 °C alempi kuin käytetyn stationäärifaasin korkein lämpötila.
5.4.2

5.4.2 Käyttöolosuhteiden valinta

5.4.2.1 Käyttöolosuhteiden ohjeet ovat seuraavat:

- kolonnin lämpötila: alussa isoterminä säädetään 180 °C:seen kahdeksaksi minuutiksi ja ohjelmoidaan nousemaan sen jälkeen 5 °C minuutissa, kunnes saavutetaan 260 °C:n lämpötila, joka pidetään yllä seuraavat 15 minuuttia,
- höyrystimen lämpötila: 280 °C,
- detektorin lämpötila: 290 °C,
- kantajakaasun lineaarinen nopeus: heliumille 20–35 cm/s, vedylle 30–50 cm/s,
- jakosuhde: 1:50–1:100,
- laitteiston herkkyys: 4–16 kertaa vähimmäisvaimennus,
- rekisteröintiherkkyys: 1–2 mV täydestä asteikosta,
- paperin nopeus: 30–60 cm/h,
- injektoidun aineen määrä: 0,5–1 µl trimetyylisilylietteriliuosta (TMSE).

Näitä olosuhteita voidaan muuttaa kolonnin ja kaasukromatografien ominaisuuksien mukaan niin, että saadaan aikaan kromatogrammeja, jotka täyttävät seuraavat vaatimukset:

- C₂₆-alkoholin retentioaika on 18 ± 5 minuuttia,
- C₂₂-alkoholin piikki on 80 ± 20 % täydestä asteikosta oliiviöljylle ja 40 ± 20 % täydestä asteikosta siemenöljylle.

5.4.2.2 Näiden ehtojen täyttymisen tarkistamiseksi injektoidaan useaan kertaan standardi TMSE alkoholiseosta, ja käyttöolosuhteita säädetään niin, että saadaan parhaat mahdolliset tulokset.

5.4.2.3 Piikkien integrointiparametrit asetetaan niin, että saadaan oikeat arvot huomioon otettaville piikeille.

5.4.3 Määrittäminen

5.4.3.1 Imetään 10 µl:n mikroruiskuun 1 µl heksaania, sitten 0,5 µl ilmaa ja tämän jälkeen 0,5–1 µl näyteliuosta; lopuksi männällä vedetään vielä neula tyhjäksi. Neula työnnetään septumin läpi injektiopesään ja 1–2 sekunnin kuluttua seos injektoidaan nopeasti, odotetaan noin viisi sekuntia, jonka jälkeen neula vedetään pois hitaasti.

5.4.3.2 Piirturi pidetään käynnissä, kunnes näytteessä olevien alifaattisten alkoholien TMSE on eluoitunut täydellisesti. Perusviivan on koko ajan oltava 5.4.1.2 kohdan vaatimusten mukainen.

5.4.4 Piikkien tunnistaminen

Yksittäiset piikit tunnistetaan retentioaikojen perusteella ja vertaamalla alifaattisten alkoholien TMSE-seokseen, joka on määritetty samoissa olosuhteissa.

Kuva 1 esittää neitsytoliiviöljyn alkoholifraktion kromatogrammia.

5.4.5 Kvantitatiivinen arviointi

5.4.5.1 1-eikosanolin ja C_{22} , C_{24} , C_{26} ja C_{28} alifaattisten alkoholien piikkien pinta-alat lasketaan integraattorilla.

5.4.5.2 Lasketaan kunkin alifaattisen alkoholien pitoisuus milligrammoina 1 000 g:ssa rasvaa tai öljyä seuraavasti:

$$\text{x-alkoholi} = \frac{A_x \cdot m_s \cdot 1\,000}{A_s \cdot m}$$

jossa:

A_x = x-alkoholin piikin pinta-ala

A_s = 1-eikosanolin piikin pinta-ala

m_s = lisätyn 1-eikosanolin massa milligrammoina

m = näytteen massa grammoina.

6 TULOSTEN ESITTÄMINEN

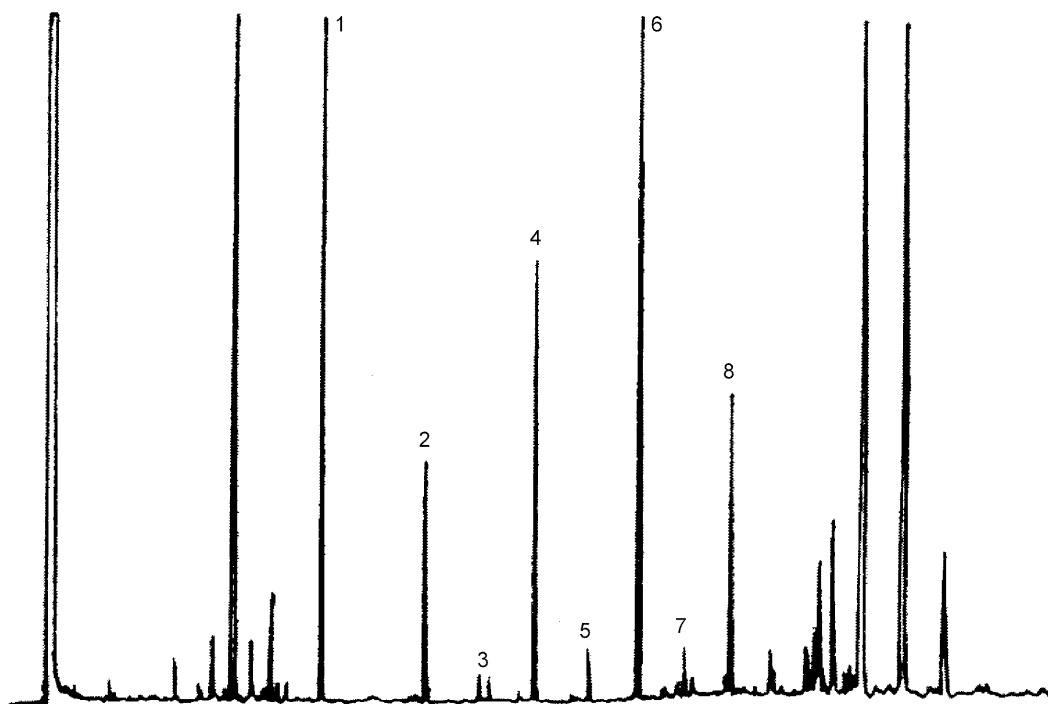
Ilmoitetaan yksinkertaisten alifaattisten alkoholien pitoisuudet milligrammoina 1 000 g:ssa öljyä tai rasvaa sekä pitoisuuksien summa alifaattisten alkoholien yhteenlaskettuna määränä.

LISÄYS

Kaasun lineaarinopeuden määrittäminen

Kaasukromatografialaitteisto säädetään tavallisia käyttöolosuhteita varten ja injektoidaan 1—3 µl metaania (tai propaania) sekä mitataan aika, jonka kuluessa kaasu kulkee kolonnin läpi, injektointihetkestä piikin muodostumiseen (tM).

Lineaarinopeus (cm/s) saadaan kaavasta L/t_M , missä L on kolonnin pituus senttimetreinä ja tM on mitattu aika



Kuva 1 — Neitsytöljyn alkoholifraktion kromatogrammi

1 = Eikosanoli	5 = Pentakosanoli
2 = Dokosanoli	6 = Heksakosanoli
3 = Trikosanoli	7 = Heptakosanoli
4 = Tetrakosanoli	8 = Oktakosanoli