

DURCHFÜHRUNGSVERORDNUNG (EU) 2015/1833 DER KOMMISSION**vom 12. Oktober 2015****zur Änderung der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 über die Merkmale von Olivenölen und Oliventresterölen sowie die Verfahren zu ihrer Bestimmung**

DIE EUROPÄISCHE KOMMISSION —

gestützt auf den Vertrag über die Arbeitsweise der Europäischen Union,

gestützt auf die Verordnung (EU) Nr. 1308/2013 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 17. Dezember 2013 über eine gemeinsame Marktorganisation für landwirtschaftliche Erzeugnisse und zur Aufhebung der Verordnungen (EWG) Nr. 922/72, (EWG) Nr. 234/79, (EG) Nr. 1037/2001 und (EG) Nr. 1234/2007 ⁽¹⁾, insbesondere auf Artikel 91 Absatz 1 Buchstabe d und Absatz 2,

in Erwägung nachstehender Gründe:

- (1) In der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 der Kommission ⁽²⁾ sind die physikalisch-chemischen und organoleptischen Merkmale von Olivenöl und Oliventresteröl sowie Verfahren zur Beurteilung dieser Merkmale festgelegt. Diese Verfahren sollten auf der Grundlage der Stellungnahmen von Chemiesachverständigen und in Übereinstimmung mit den Arbeiten des Internationalen Olivenrates (im Folgenden „IOR“) aktualisiert werden.
- (2) Um die Umsetzung der jüngsten vom IOR aufgestellten internationalen Normen auf Unionsebene zu gewährleisten, sollten bestimmte Analyseverfahren, die in der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 festgelegt sind, aktualisiert werden.
- (3) Die Erfahrung hat gezeigt, dass das Verfahren zum Nachweis von pflanzlichen Fremddölen in Olivenölen zu falsch positiven Ergebnissen führen kann. Daher sind die Verweise auf dieses Verfahren zu streichen.
- (4) Die Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 sollte daher entsprechend geändert werden.
- (5) Die in dieser Verordnung vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Verwaltungsausschusses für die gemeinsame Organisation der Agrarmärkte —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

Artikel 1

Die Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 wird wie folgt geändert:

1. Artikel 2 Absatz 1 wird wie folgt geändert:

a) Unterabsatz 1 wird wie folgt geändert:

i) Buchstabe g erhält folgende Fassung:

„g) Fettsäurezusammensetzung nach dem Verfahren des Anhangs X;“;

ii) Buchstabe l erhält folgende Fassung:

„l) Gehalt an aliphatischen und Triterpenalkoholen nach dem Verfahren des Anhangs XIX;“;

b) Unterabsatz 2 wird gestrichen.

2. Die Inhaltsangabe der Anhänge wird wie folgt geändert:

a) Die Verweise auf Anhang XA und Anhang XB, einschließlich deren Titel, werden durch den folgenden Verweis ersetzt:

„Anhang X: Bestimmung des Gehalts an Fettsäuremethylestern durch Gaschromatografie“;

⁽¹⁾ ABl. L 347 vom 20.12.2013, S. 671.⁽²⁾ Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 der Kommission vom 11. Juli 1991 über die Merkmale von Olivenölen und Oliventresterölen sowie die Verfahren zu ihrer Bestimmung (ABl. L 248 vom 5.9.1991, S. 1).

- b) im Verweis auf Anhang XIX erhält der Titel folgende Fassung:
„Bestimmung des Gehalts an aliphatischen und Triterpenalkoholen durch Kapillar-Gaschromatografie“;
- c) der Verweis auf Anhang XXa wird gestrichen.
3. Anlage 1 zu Anhang Ib wird gemäß Anhang I dieser Verordnung geändert.
 4. Anhang V wird gemäß Anhang II dieser Verordnung geändert.
 5. Anhang IX erhält die Fassung von Anhang III dieser Verordnung.
 6. Die Anhänge XA und XB erhalten die Fassung von Anhang IV dieser Verordnung.
 7. Anhang XII wird gemäß Anhang V dieser Verordnung geändert.
 8. Anhang XIX wird gemäß Anhang VI dieser Verordnung geändert.
 9. Anhang XXa wird gestrichen.

Artikel 2

Diese Verordnung tritt am dritten Tag nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Union* in Kraft.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 12. Oktober 2015

Für die Kommission
Der Präsident
Jean-Claude JUNCKER

ANHANG I

In Anlage 1 zu Anhang Ib der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 wird die Entsprechungstabelle wie folgt geändert:

1. Die *trans*-isomere Fettsäuren und die Fettsäurezusammensetzung betreffenden Zeilen erhalten folgende Fassung:

„— <i>trans</i> -isomere Fettsäuren	Anhang X	Bestimmung von Fettsäuremethylestern durch Gaschromatografie
— Fettsäurezusammensetzung	Anhang X	Bestimmung von Fettsäuremethylestern durch Gaschromatografie“

2. Die aliphatische Alkohole betreffende Zeile erhält folgende Fassung:

„— Aliphatische und Triterpenalkohole	Anhang XIX	Bestimmung des Gehalts an aliphatischen und Triterpenalkoholen durch Kapillar-Gaschromatografie“
---------------------------------------	------------	--

ANHANG II

Anhang V Nummer 6.2 der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 erhält folgende Fassung:

- „6.2. Der prozentuale Anteil jedes einzelnen Sterins errechnet sich aus dem Quotienten der Peakfläche des entsprechenden Peaks und der Summe der Peakflächen aller Sterine nach der Formel

$$\text{Sterin}_x = \frac{A_x}{\sum A} \times 100$$

Dabei ist

A_x = Peakfläche des Sterins x,

$\sum A$ = Summe der Peakfläche aller Sterine.“

ANHANG III

„ANHANG IX

UV-SPEKTROFOTOMETRISCHE ANALYSE

VORWORT

Die spektrofotometrische Analyse im Ultraviolettlicht kann Angaben über die Qualität eines Fettes, seine Haltbarkeit und die infolge technologischer Verfahren eingetretenen Veränderungen erbringen. Die Absorption bei den in dem Verfahren vorgesehenen Wellenlängen ist bedingt durch das Vorhandensein konjugierter Dien- und Triensysteme infolge von Oxidationsprozessen und/oder Raffinationsverfahren. Die Absorption wird als spezifische Extinktion $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ angegeben (Extinktion einer 1 %igen (m/v) Lösung des Fettes in dem vorgeschriebenen Lösungsmittel in einer 10-mm-Küvette). Sie wird üblicherweise als K bezeichnet (auch Extinktionskoeffizient genannt).

1. ANWENDUNGSBEREICH

In diesem Anhang wird die Durchführung der spektrofotometrischen Untersuchung von Olivenöl im Ultraviolettbereich beschrieben.

2. PRINZIP DER METHODE

Eine Stichprobe wird in dem vorgeschriebenen Lösungsmittel gelöst, anschließend wird die Absorption der Lösung bei den vorgeschriebenen Wellenlängen im Vergleich zum reinen Lösungsmittel bestimmt.

Die spezifischen Extinktionen bei 232 nm und 268 nm in Isooctan oder bei 232 nm und 270 nm in Cyclohexan werden bei einer Konzentration von 1 % (m/v) in einer 10-mm-Küvette errechnet.

3. GERÄTE

3.1. Spektrofotometer zur Messung bei Wellenlängen im UV-Bereich (220 nm bis 360 nm) mit der Möglichkeit, einzelne nanometrische Einheiten abzulesen. Es wird eine regelmäßige Kontrolle der Genauigkeit und Wiederholbarkeit der Absorptions- und Wellenlängenskalen sowie eine Überprüfung auf Streulicht empfohlen.

3.1.1. *Wellenlängenskala:* Zur Überprüfung der Wellenlängenskala kann ein optisches Holmiumoxidglas-Filter oder ein Holmiumoxidlösung enthaltendes Filter (versiegelt oder nicht) mit unterschiedlichen Absorptionsbanden als Referenzmaterial verwendet werden. Die Referenzmaterialien sind für die Verifizierung und Kalibrierung der Wellenlängenskalen von Spektrofotometern ausgelegt, die im sichtbaren und ultravioletten Bereich betrieben werden und spektrale Nennbandbreiten von 5 nm oder weniger aufweisen. Die Messung erfolgt gemäß den dem Referenzmaterial beiliegenden Anweisungen gegen eine Leerküvette über einen Wellenlängenbereich von 640 nm bis 240 nm. Für jede Änderung der Spaltbreite wird eine Basislinienkorrektur mit leerem Strahlengang vorgenommen. Die Wellenlängen des Standards sind im Zertifikat des Referenzmaterials aufgeführt.

3.1.2. *Absorptionsskala:* Zur Überprüfung der Absorptionsskala können handelsübliche, versiegelte Referenzmaterialien verwendet werden, die aus sauren Kaliumdichromatlösungen in bestimmten Konzentrationen und mit zertifizierten Absorptionswerten bei λ_{max} bestehen (vier Lösungen von Kaliumdichromat in Perchlorsäure in vier dicht verschlossenen UV-Quarzküvetten zur Messung der Linearität und fotometrischen Genauigkeit im Ultraviolettlicht). Die Kaliumdichromatlösungen werden gemäß den dem Referenzmaterial beiliegenden Anweisungen nach der Basislinienkorrektur gegen eine mit der verwendeten Säure gefüllte Küvette gemessen. Die Absorptionswerte sind im Zertifikat des Referenzmaterials aufgeführt.

Die Reaktion der fotoelektrischen Zelle und der Fotomultiplier können auch wie folgt überprüft werden: 0,2000 g reines Kaliumchromat für die Spektrofotometrie einwiegen und in einem 1 000-ml-Messkolben in einer 0,05-N-Kaliumhydroxidlösung lösen, dann bis zur Marke auffüllen. Anschließend genau 25 ml der so hergestellten Lösung in einen 500-ml-Messkolben überführen und mit derselben Kaliumhydroxidlösung bis zur Marke auffüllen.

Die Extinktion der so hergestellten Lösung bei 275 nm messen und dabei die Kaliumhydroxidlösung als Referenzlösung verwenden. Die mit einer 1-cm-Küvette gemessene Extinktion muss $0,200 \pm 0,005$ betragen.

3.2. Rechteckige Quarzküvetten mit Deckel und einer optischen Weglänge von 10 mm, die für die Messung bei Wellenlängen im UV-Bereich (220 bis 360 nm) geeignet sind. Die Extinktionen der mit Wasser oder einem anderen geeigneten Lösungsmittel gefüllten Küvetten dürfen nicht mehr als 0,01 Einheiten voneinander abweichen.

3.3. 25-ml-Messkolben mit Füllmarkierung, Klasse A

3.4. Analysenwaage, Ablesegenauigkeit 0,0001 g.

4. REAGENZIEN

Soweit nicht anders angegeben, sind bei der Analyse ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysereinheit sowie destilliertes oder vollentsalztes Wasser oder Wasser von entsprechender Reinheit zu verwenden.

Lösungsmittel: Isooctan (2,2,4-Trimethylpentan) für die Messung bei 232 nm und 268 nm oder Cyclohexan für die Messung bei 232 nm und 270 nm, mit einer Absorption von weniger als 0,12 bei 232 nm und weniger als 0,05 bei 270 nm gegen destilliertes Wasser, gemessen in einer 10-mm-Küvette.

5. VERFAHREN

5.1. Die Probe muss völlig homogen und frei von suspendierten Verunreinigungen sein, anderenfalls muss sie bei einer Temperatur von etwa 30 °C durch Papier filtriert werden.

5.2. Etwa 0,25 g (auf 1 mg genau) der so vorbereiteten Probe in einen 25-ml-Messkolben einwiegen, mit dem vorgeschriebenen Lösungsmittel auffüllen und homogenisieren. Die so hergestellte Lösung muss völlig klar sein. Wenn eine Opaleszenz oder Trübung vorliegt, ist die Lösung schnell durch Papier zu filtrieren.

ANMERKUNG: Eine Menge von 0,25-0,30 g ist in der Regel ausreichend, um bei nativem Olivenöl und nativem Olivenöl extra die Absorption bei 268 nm und 270 nm zu messen. Für Messungen bei 232 nm ist in der Regel eine Probe von 0,05 g erforderlich, weshalb üblicherweise zwei unterschiedliche Lösungen vorbereitet werden. Für Absorptionsmessungen bei Oliventresteröl, raffiniertem Olivenöl und verfälschtem Olivenöl reicht wegen ihrer höheren Absorption in der Regel eine kleinere Probe, z. B. 0,1 g.

5.3. Erforderlichenfalls ist die Basislinie (220-290 nm) mit Lösungsmittel in beiden Quarzküvetten (Probe und Referenzprobe) zu korrigieren; anschließend wird die Quarzküvette mit der Probe mit der Prüflösung gefüllt und die Extinktion bei 232, 268 oder 270 nm gegen das als Referenz verwendete Lösungsmittel gemessen.

Die abgelesenen Extinktionswerte müssen im Bereich von 0,1 bis 0,8 oder im Bereich der Linearität des Spektrofotometers liegen, die überprüft werden sollte. Ist dies nicht der Fall, müssen die Messungen unter Verwendung von entsprechend stärker konzentrierten oder verdünnten Lösungen wiederholt werden.

5.4. Nach Messung der Absorption bei 268 nm oder 270 nm ist die Absorption bei λ_{\max} , $\lambda_{\max} + 4$ und $\lambda_{\max} - 4$ zu messen. Anhand dieser Absorptionswerte wird die Schwankung der spezifischen Extinktion (ΔK) ermittelt.

ANMERKUNG: Bei Verwendung von Isooctan als Lösungsmittel gilt 268 nm als λ_{\max} , bei Cyclohexan 270 nm.

6. ABFASSUNG DER ERGEBNISSE

6.1. Angegeben werden die bei den verschiedenen Wellenlängen bestimmten spezifischen Extinktionen (Extinktionskoeffizienten), die wie folgt zu berechnen sind:

$$K\lambda = \frac{E\lambda}{c \times s}$$

Dabei ist

$K\lambda$ = die spezifische Extinktion (Extinktionskoeffizient) bei der Wellenlänge λ ;

$E\lambda$ = die bei der Wellenlänge λ gemessene Extinktion;

c = die Konzentration der Lösung in g/100 ml;

s = die Weglänge der Quarzküvette in cm.

Die Ergebnisse werden mit zwei Dezimalstellen angegeben.

6.2. Schwankung der spezifischen Extinktion (ΔK)

Die Schwankung des Absolutwerts der Extinktion (ΔK) wird nach folgender Gleichung berechnet:

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

Dabei ist K_m die spezifische Extinktion bei der Wellenlänge für die maximale Absorption, die je nach verwendetem Lösungsmittel bei 270 nm oder 268nm liegt.

Die Ergebnisse werden mit zwei Dezimalstellen angegeben.“

ANHANG IV

„ANHANG X

BESTIMMUNG VON FETTSÄUREMETHYLESTERN DURCH GASCHROMATOGRAPHIE

1. ANWENDUNGSBEREICH

Dieser Anhang enthält Anweisungen für die gaschromatografische Bestimmung der freien und der gebundenen Fettsäuren in pflanzlichen Fetten und Ölen nach ihrer Umwandlung in Fettsäuremethylester (FAME).

Die gebundenen Fettsäuren der Triacylglyceride (TAG) und, in Abhängigkeit vom Verfahren der Veresterung, die freien Fettsäuren (FFA) werden zu Fettsäuremethylestern (FAME) umgewandelt, die mit der Kapillar-Gaschromatografie bestimmt werden.

Mit dem in diesem Anhang beschriebenen Verfahren können FAME von C₁₂ bis C₂₄, einschließlich gesättigter Fettsäuremethylester, einfach ungesättigter *cis*- und *trans*-Fettsäuremethylester und mehrfach ungesättigter *cis*- und *trans*-Fettsäuremethylester bestimmt werden.

2. PRINZIP

Die Gaschromatografie wird für die quantitative Analyse von FAME angewendet. Die FAME werden nach Maßgabe von Teil A hergestellt und dann in den Injektor injiziert und in diesem eingedampft. Die Trennung der FAME wird an Analysensäulen mit spezifischer Polarität und Länge erreicht. Für den Nachweis der FAME wird ein Flammenionisationsdetektor (FID) angewendet. Die Analysebedingungen sind in Teil B beschrieben.

Bei der Gaschromatografie von FAME mit einem Flammenionisationsdetektor kann Wasserstoff oder Helium als Trägergas (mobile Phase) verwendet werden. Wasserstoff beschleunigt die Trennung und führt zu schärferen Peaks. Die stationäre Phase ist eine mikroskopische Schicht eines dünnen Flüssigfilms an einer inerten festen Oberfläche aus Quarzglas

Die verdampften zu analysierenden Verbindungen interagieren beim Passieren durch die Kapillarsäule mit der stationären Phase, die die Innenseite der Säule auskleidet. Aufgrund dieser unterschiedlichen Interaktion verschiedener Verbindungen eluieren diese zu unterschiedlichen Zeitpunkten; dies wird als die Retentionszeit der Verbindung für einen gegebenen Satz von Analyseparametern bezeichnet. Die einzelnen Verbindungen werden durch den Vergleich der Retentionszeiten ermittelt.

TEIL A.

HERSTELLUNG DER FETTSÄUREMETHYLESTER VON OLIVENÖL UND OLIVENTRESTERÖL

1. GEGENSTAND

In diesem Teil ist die Herstellung der Fettsäuremethylester beschrieben. Er enthält Verfahren für die Herstellung der Fettsäuremethylester von Olivenöl und Oliventresteröl.

2. ANWENDUNGSBEREICH

Die Herstellung der Fettsäuremethylester von Olivenöl und Oliventresteröl erfolgt durch Umesterung mit methanolischer Kaliumhydroxidlösung bei Raumtemperatur. Ob die Probe vor der Umesterung gereinigt werden muss, hängt von ihrem Gehalt an freien Fettsäuren und dem zu bestimmenden Analyseparameter ab; dieser kann nach Maßgabe der folgenden Tabelle gewählt werden:

Ölkategorie	Methode
Natives Olivenöl mit einer Säure von ≤ 2,0 %	1. Fettsäuren
Raffiniertes Olivenöl	2. <i>trans</i> -Fettsäuren
Olivenöl — Gemisch aus raffiniertem und nativem Olivenöl	3. ΔECN42 (nach Reinigung mit Kieselgel-SPE)

Ölkategorie	Methode
Raffiniertes Oliventresteröl	
Oliventresteröl	
Natives Olivenöl mit einer Säure von > 2,0 % Rohes Oliventresteröl	1. Fettsäuren (nach Reinigung mit Kieselgel-SPE) 2. <i>trans</i> -Fettsäuren (nach Reinigung mit Kieselgel-SPE) 3. ΔECN42 (nach der Reinigung mit Kieselgel-SPE)

3. METHODIK

3.1. Umesterung mit methanolischer Kaliumhydroxidlösung bei Raumtemperatur

3.1.1. Prinzip

Methylester werden durch Umesterung mit methanolischer Kaliumhydroxidlösung als Zwischenprodukte vor der Verseifung gebildet.

3.1.2. Reagenzien

3.1.2.1. Methanol mit einem Massenanteil Wasser von nicht mehr als 0,5 % (m/m)

3.1.2.2. Hexan, chromatografische Qualität

3.1.2.3. Heptan, chromatografische Qualität

3.1.2.4. Diethylether, stabilisiert zur Analyse

3.1.2.5. Aceton, chromatografische Qualität

3.1.2.6. Elutionsmittel zur Reinigung des Öls mittels Säulen-/SPE-Chromatografie: Gemisch aus Hexan und Diethylether im Volumenverhältnis 87/13

3.1.2.7. Kaliumhydroxid, etwa 2 N methanolische Lösung: 11,2 g Kaliumhydroxid in 100 ml Methanol lösen

3.1.2.8. Kieselgelkartuschen, 1 g (6 ml), für die Festphasenextraktion

3.1.3. Geräte

3.1.3.1. Probenröhrchen mit Schraubverschluss, 5 ml, Verschluss mit PTFE-Dichtung

3.1.3.2. Messpipetten oder automatische Pipetten, 2 ml und 0,2 ml

3.1.4. Reinigung der Ölproben

Die Ölproben werden bei Bedarf durch Festphasenextraktion an Kieselgelkartuschen gereinigt. In einen Elutionsapparat unter Vakuum eine Kieselgelkartusche (3.1.2.8) geben und mit 6 ml Hexan (3.1.2.2) waschen. Zur Wäsche wird das Vakuum unterbrochen. Dann eine Lösung von etwa 0,12 g Öl in 0,5 ml Hexan (3.1.2.2) auf die Säule laden. Nach Eindringen der Lösung mit 10 ml Hexan/Diethylether (Volumenverhältnis 87:13) (3.1.2.6) eluieren. Das gesamte Eluat homogenisieren und in zwei gleiche Teile teilen. Einen Teil des Eluats an einem Rotationsverdampfer unter reduziertem Druck bei Raumtemperatur bis zur Trockne abrotieren. Den Rückstand in 1 ml Heptan lösen. Die Lösung ist nun zur gaschromatografischen Analyse der Fettsäuren bereit. Zur Analyse der Triglyceride mit HPLC bei Bedarf den übrigen Teil des Eluats einrotieren und den Rückstand in 1 ml Aceton lösen.

3.1.5. Verfahren

In ein 5-ml-Probenröhrchen mit Schraubverschluss (3.1.3.1) etwa 0,1 g Ölprobe einwiegen. 2 ml Heptan (3.1.2.2) zufügen und schütteln. 0,2 ml der methanolischen Kaliumhydroxidlösung (3.1.2.7) zugeben, fest verschließen und 30 Sekunden kräftig schütteln. Absetzen lassen, bis sich der obere Teil der Lösung geklärt hat. Die obere Phase (mit den Methylestern) abdekantieren. Die Heptan-Lösung ist bereit zur Injektion in den Gaschromatografen. Es wird empfohlen, die Lösung bis zur gaschromatografischen Analyse im Kühlschrank und nicht länger als 12 Stunden aufbewahren.

TEIL B.

GASCHROMATOGRAPHISCHE ANALYSE DER FETTSÄUREMETHYLESTER

1. GEGENSTAND

Dieser Teil enthält allgemeine Anweisungen zur Anwendung der Kapillar-Gaschromatografie zur Bestimmung der qualitativen und quantitativen Zusammensetzung eines Gemischs von Fettsäuremethylestern, die nach dem in Teil A beschriebenen Verfahren hergestellt wurden.

Er ist nicht auf polymerisierte Fettsäuren anwendbar.

2. REAGENZIEN

2.1. Trägergas

Inertgas (Helium oder Wasserstoff), vollständig getrocknet und mit einem Sauerstoffgehalt von weniger als 10 mg/kg.

Anmerkung 1: Wasserstoff kann die Analysegeschwindigkeit verdoppeln, das ist jedoch mit Gefahren verbunden. Sicherheitsvorrichtungen sind verfügbar.

2.2. Hilfsgase

2.2.1. Wasserstoff (Reinheit $\geq 99,9\%$), frei von organischen Verunreinigungen

2.2.2. Luft oder Sauerstoff, frei von organischen Verunreinigungen

2.2.3. Stickstoff (Reinheit $> 99\%$)

2.3. Referenzstandard

Ein Gemisch aus reinen Fettsäuremethylestern oder die Methylester eines Fetts mit bekannter Zusammensetzung, die möglichst der Zusammensetzung des zu analysierenden Fetts ähnlich sind. *Cis*- und *trans*-Isomere von Ölsäure-, Linolsäure- und Linolensäuremethylestern sind bei der Bestimmung von *trans*-Isomeren ungesättigter Säuren hilfreich.

Eine Oxidation der mehrfach ungesättigten Fettsäuren ist zu vermeiden.

3. GERÄTE

Die vorliegenden Instruktionen gelten für die übliche Ausrüstung für die Gaschromatografie mit Kapillarsäule und Flammenionisationsdetektor.

3.1. Gaschromatograf

Der Gaschromatograf muss über folgende Bestandteile verfügen:

3.1.1. *Injektionssystem*

Bei Kapillarsäulen ist ein Injektor zu verwenden, der speziell für solche Säulen konzipiert ist. Möglich ist ein Split-Injektor oder ein Splitlos-Injektor für die On-Column-Injektion.

3.1.2. *Ofen*

Der Ofen sollte so ausgelegt sein, dass die Kapillarsäule auf mindestens 260 °C aufgeheizt und die Temperatur auf 0,1 °C genau gehalten werden kann. Letztere Bedingung ist vor allem dann wichtig, wenn eine Quarzsäule verwendet wird.

In jedem Fall, besonders aber bei Fettsäuren mit weniger als 16 Kohlenstoffatomen, wird eine Heizung mit Temperaturprogramm empfohlen.

3.1.3. *Kapillarsäule*

3.1.3.1. Kapillare aus einem Material, das nicht mit den zu analysierenden Stoffen reagiert (üblicherweise Glas oder Quarzglas (Fused Silica)). Der Innendurchmesser sollte zwischen 0,20 und 0,32 mm liegen. Die Innenflächen müssen vor dem Auftragen der stationären Phase einer geeigneten Behandlung unterzogen werden (beispielsweise Oberflächenvorbereitung, Desaktivierung). Eine Länge von 60 m ist ausreichend für Fettsäuren und *cis*- und *trans*-Isomere von Fettsäuren.

3.1.3.2. Als stationäre Phase sind vernetzte (cross linked) Säulen aus polarem Polysiloxan (Cyanopropylsilicon) geeignet.

Anmerkung 2: Bei Verwendung von polaren Polysiloxanen können bei der Identifizierung und Trennung von Linolensäure und C₂₀-Säuren Schwierigkeiten auftreten.

Die Beschichtung sollte dünn, d. h. nur 0,1 bis 0,2 µm sein.

3.1.3.3. *Einbau und Vorbereitung der Säule*

Beim Einbau der Kapillarsäule müssen die üblichen Vorsichtsmaßnahmen, wie Anordnung der Säule im Ofen (Träger), Auswahl und Zusammenbau der Verbindungsstücke (Abdichtung), Ausrichten der Säulenenden im Injektor und im Detektor (Verringerung von Totvolumen), getroffen werden. Die Säule wird mit dem Trägergasstrom gespült (z. B. bei einer Säulenlänge von 25 m und einem Innendurchmesser von 0,3 mm mit 0,3 bar (30 kPa)).

Zur Vorbereitung der Säule wird das Temperaturprogramm des Ofens auf 3 °C/min eingestellt und die Säule, ausgehend von der Raumtemperatur, auf eine Temperatur von 10 °C unter der Zersetzungsgrenze der stationären Phase erhitzt. Diese Ofentemperatur wird eine Stunde beibehalten, bis die Basislinie stabilisiert ist. Dann auf 180 °C zurückschalten und unter isothermen Bedingungen weiterarbeiten.

Anmerkung 3: Entsprechend vorbehandelte Fertigsäulen können im Handel bezogen werden.

3.1.4. *Flammenionisations-Detektor mit Verstärker*

3.2. **Spritze**

Die Spritze sollte eine maximale Kapazität von 10 µl und eine Graduierung in 0,1 µl haben.

3.3. **Datenerfassungssystem**

Online mit den Detektoren verbundenes Datenerfassungssystem, das unter einer Software für die Peak-Integration und -Normalisierung läuft.

4. VERFAHREN

Die in 4.1 bis 4.3 beschriebenen Verfahren beziehen sich auf den Gebrauch eines Flammenionisationsdetektors.

4.1. Prüfbedingungen

4.1.1. Ermittlung der optimalen Betriebsbedingungen für Kapillarsäulen

Aufgrund der Leistungsfähigkeit und Durchlässigkeit von Kapillarsäulen hängen die Trennung der Bestandteile und die Analysendauer weitgehend von der Durchflussrate des Trägergases in der Säule ab. Daher ist eine Optimierung der Betriebsbedingungen durch Anpassung dieses Parameters (oder einfach durch Kopfdruckminderung) notwendig, je nachdem, ob eine bessere Trennung oder eine schnellere Analyse gewünscht wird.

Die folgenden Bedingungen haben sich als geeignet für die Trennung von FAME (C₄ bis C₂₆) erwiesen. Beispiele für Chromatogramme sind in Anlage B enthalten:

Injektortemperatur:	250 °C
Detektortemperatur:	250 °C
Ofentemperatur:	von 165 °C (8 Min.) auf 210 °C bei 2 °C/Min.
Wasserstoff-Trägergas:	Säulenkopfdruck: 179 kPa
Gesamtdurchflussrate:	154,0 ml/Min.
Splitverhältnis:	1:100
Injektionsvolumen:	1 µl

4.1.2. Bestimmung der Auflösung (siehe Anlage A)

Die Auflösung R zweier benachbarter Peaks I und II wird nach folgender Formel berechnet:

$$R = 2 \times ((d_{r(II)} - d_{r(I)}) / (\omega_{(I)} + \omega_{(II)})) \text{ oder } R = 2 \times ((t_{r(II)} - t_{r(I)}) / (\omega_{(I)} + \omega_{(II)})) \text{ (USP) (United States Pharmacopeia)}$$

oder

$$R = 1,18 \times ((t_{r(II)} - t_{r(I)}) / (\omega_{0,5(I)} + \omega_{0,5(II)})) \text{ (EP, BP, JP, DAB), (JP (Japanese Pharmacopeia), EP (Pharmacopée Européenne), BP (British Pharmacopeia)).}$$

Dabei ist

$d_{r(I)}$ die Retentionsstrecke von Peak I;

$d_{r(II)}$ die Retentionsstrecke von Peak II;

$t_{r(I)}$ die Retentionszeit von Peak I;

$t_{r(II)}$ die Retentionszeit von Peak II;

$\omega_{(I)}$ die Breite von Peak I an der Basis;

$\omega_{(II)}$ die Breite von Peak II an der Basis;

$\omega_{0,5}$ die Peakbreite der spezifizierten Verbindung auf halber Peakhöhe.

Ist $\omega_{(I)} \approx \omega_{(II)}$, wird R nach folgender Gleichung berechnet:

$$R = (d_{r(II)} - d_{r(I)}) / \omega = (d_{r(II)} - d_{r(I)}) / 4\sigma$$

Dabei ist

σ die Standardabweichung (vgl. Anlage A, Abbildung 1).

Ist der Abstand d_r zwischen zwei Peaks $d_{r(i)} - d_{r(j)}$ gleich 4σ , so ist der Auflösungsfaktor $R = 1$.

Bei zwei nicht vollständig getrennten Peaks schneiden sich die Tangenten zu den Wendepunkten der beiden Peaks am Punkt C. Damit die beiden Peaks vollständig getrennt sind, muss der Abstand zwischen den beiden Peaks Folgendes erfüllen:

$d_{r(i)} - d_{r(j)} = 6\sigma$ daraus ergibt sich $R = 1,5$ (siehe Anlage A, Abbildung 3).

5. DARSTELLUNG DER ERGEBNISSE

5.1. Qualitative Analyse

Die Methylester-Peaks der Probe werden aus dem Chromatogramm in Anlage B Abbildung 1 — wenn nötig durch Interpolation — oder durch Vergleich mit denen der Methylester-Referenzgemische (wie unter 2.3 beschrieben) identifiziert.

5.2. Quantitative Analyse

5.2.1. Bestimmung der Zusammensetzung

Der Massenanteil w_i der einzelnen Fettsäuremethylester (ausgedrückt als der prozentuale Anteil der Masse der Methylester) wird wie folgt berechnet:

5.2.2. Berechnungsweise

5.2.2.1. Allgemeiner Fall

Der Gehalt eines Bestandteils i (ausgedrückt als prozentualer Anteil der Masse der Methylester) wird durch Bestimmung des prozentualen Anteils der jeweiligen Peakfläche im Verhältnis zur Summe aller Peakflächen nach folgender Gleichung berechnet:

$$w_i = (A_i/\Sigma A) \times 100$$

Dabei ist

A_i die Fläche des einzelnen Fettsäuremethylesters i ;

ΣA die Summe der Flächen aller Peaks von allen Fettsäuremethylestern.

Die Ergebnisse werden mit zwei Dezimalstellen angegeben.

Anmerkung 4: Bei Fetten und Ölen ist der Massenanteil der Fettsäuremethylester gleich dem Massenanteil der Triacylglycerine in Gramm je 100 g. In Fällen, in denen diese Annahme nicht zulässig ist, siehe 5.2.2.2.

5.2.2.2. Anwendung von Korrekturfaktoren

In bestimmten Fällen, z. B. bei Vorhandensein von Fettsäuren mit weniger als acht Kohlenstoffatomen oder von Fettsäuren mit sekundären Gruppen, sind die Flächen mit spezifischen Korrekturfaktoren (F_c) zu korrigieren. Diese Faktoren sind für jedes einzelne Gerät zu bestimmen. Für diesen Zweck werden geeignete Referenzmaterialien mit zertifizierter Zusammensetzung der Fettsäure in dem betreffenden Bereich verwendet.

Anmerkung 5: Diese Korrekturfaktoren sind mit den in Anlage A angegebenen theoretischen FID-Korrekturfaktoren nicht identisch, weil sie auch die Leistung des Injektionssystems usw. umfassen. Jedoch sollte im Fall von größeren Abweichungen das ganze System hinsichtlich der Leistung überprüft werden.

Für dieses Referenzgemisch ist für den FAME i der Massenanteil nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$w_i = (m_i/\Sigma m) \times 100$$

Dabei ist

m_i die Masse des FAME i im Referenzgemisch,

Σm die Gesamtheit der Massen der verschiedenen Komponenten als FAME des Referenzgemischs.

Aus dem Chromatogramm des Referenzgemischs ist der prozentuale Flächenanteil für den FAME i nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$w_i = (A_i/\Sigma A) \times 100$$

Dabei ist

A_i die Fläche des FAME i im Referenzgemisch,

ΣA die Summe der Flächen sämtlicher FAME des Referenzgemischs.

Der Korrekturfaktor F_c ist dann nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$F_c = (m_i \times \Sigma A)/(A_i \times \Sigma m)$$

Für die Probe ist für jeden FAME i der Massenanteil nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$w_i = (F_i \times A_i)/\Sigma (F_i \times A_i)$$

Die Ergebnisse werden mit zwei Dezimalstellen angegeben.

Anmerkung 6: Der berechnete Wert entspricht dem Massenanteil der einzelnen Fettsäuren, berechnet als Triacylglycerin je 100 g Fett.

5.2.2.3. Verwendung eines inneren Standards

Für bestimmte Untersuchungen (z. B. wenn nicht alle Fettsäuren quantifiziert werden, wie beispielsweise dann, wenn Säuren mit vier und sechs Kohlenstoffatomen neben Säuren mit 16 und 18 Kohlenstoffatomen vorhanden sind, oder wenn es notwendig ist, die absolute Menge einer Fettsäure in einer Probe zu bestimmen) ist die Verwendung eines internen Standards erforderlich. Fettsäuren mit 5, 15 oder 17 Kohlenstoffatomen werden häufig verwendet. Der Korrekturfaktor (wenn überhaupt) sollte für den internen Standard bestimmt werden.

Der Massenanteil der Komponente i , angegeben als Methylester, ist dann nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$w_i = (m_{IS} \times F_i \times A_i)/(m \times F_{IS} \times A_{IS})$$

Dabei ist:

A_i die Fläche des FAME i ,

A_{IS} die Fläche des internen Standards;

F_i der Korrekturfaktor der Fettsäure i , angegeben als FAME;

F_{IS} der Korrekturfaktor des internen Standards;

m die Masse der Einwaage in Milligramm;

m_{IS} die Masse des internen Standards in Milligramm.

Die Ergebnisse werden mit zwei Dezimalstellen angegeben.

6. UNTERSUCHUNGSBERICHT

Im Untersuchungsbericht sind das angewandte Verfahren zur Herstellung der Methylester und das angewandte gaschromatografische Verfahren genau anzugeben. Darüber hinaus sind alle Arbeitsschritte, die nicht in diesem Standardverfahren aufgeführt wurden oder als fakultativ gelten, sowie alle Vorfälle, die das Untersuchungsergebnis beeinflusst haben können, zu nennen.

Der Untersuchungsbericht hat alle erforderlichen Informationen zur vollständigen Identifizierung der Probe zu enthalten.

7. PRÄZISION DES VERFAHRENS

7.1. Ergebnisse des Ringversuchs

Einzelheiten eines Ringversuchs zur Präzision des Verfahrens sind in Anhang C der Norm IOC/T.20/Doc. Nr. 33 zusammengefasst. Die in diesem Ringversuch ermittelten Werte könnten auf andere Konzentrationsbereiche und Matrices als die angegebenen nicht anwendbar sein.

7.2. Wiederholpräzision

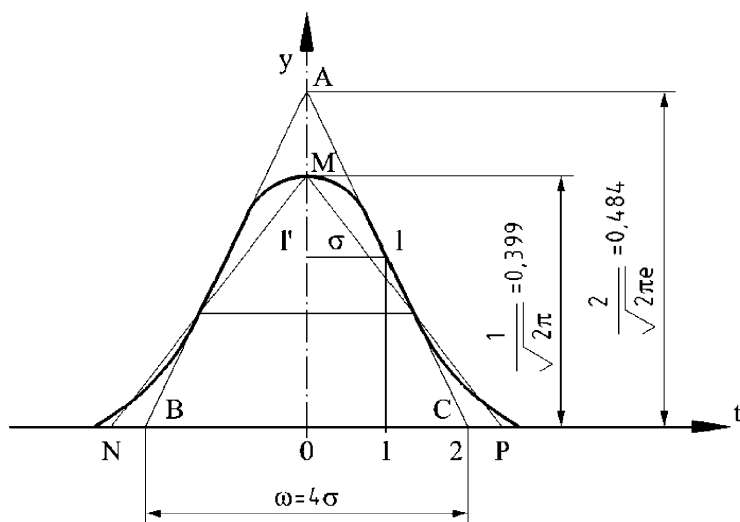
Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen, voneinander unabhängigen Prüfergebnissen, die derselbe Bearbeiter mit dem gleichen Verfahren an identischem Untersuchungsmaterial in demselben Laboratorium mit derselben Geräteausstattung innerhalb der kürzest möglichen Zeitspanne erhält, wird nicht häufiger als in 5 % der Fälle den in den Tabellen 1 bis 14 in Anhang C der Norm IOC/T.20/Doc. Nr. 33 angegebenen Wert von r überschreiten.

7.3. Vergleichspräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die verschiedene Bearbeiter mit dem gleichen Verfahren an identischem Untersuchungsmaterial in verschiedenen Laboratorien mit unterschiedlichen Geräteausstattungen erhalten, wird in nicht mehr als 5 % der Fälle den in den Tabellen 1 bis 14 in Anhang C der Norm IOC/T.20/Doc. Nr. 33 angegebenen Wert von R überschreiten.

Anlage A

Abbildung 1



Mit Breite $\omega_{0,5}$ auf halber Höhe des Dreiecks (ABC) und Breite b auf halber Höhe des Dreiecks (NPM).

Abbildung 2

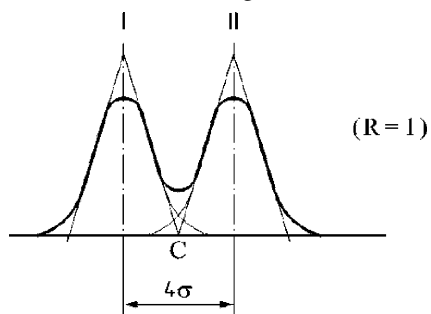
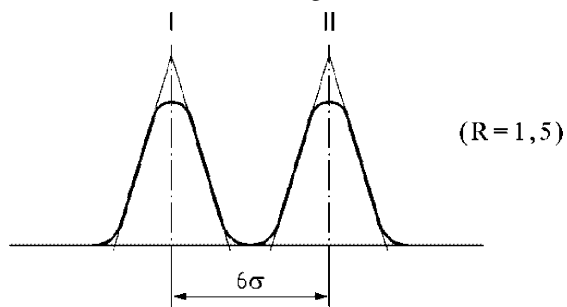


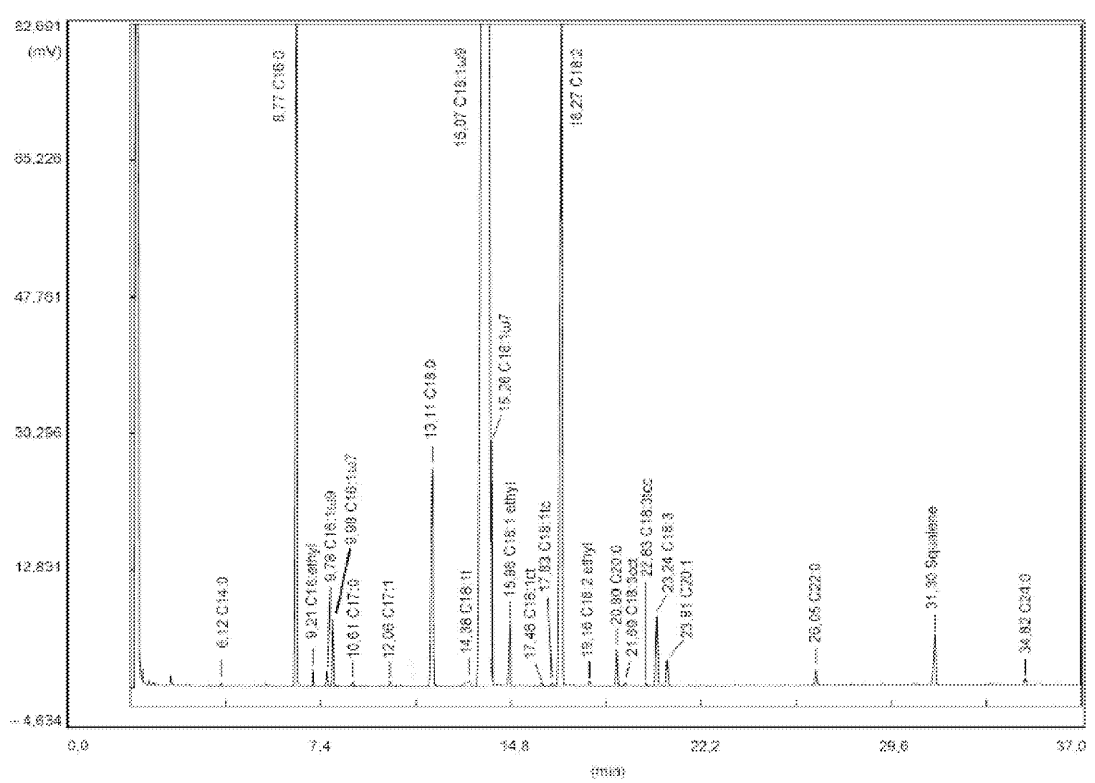
Abbildung 3



Anlage B

Abbildung 1

Gaschromatogramm eines Oliventresteröls nach dem Kaltmethylierungsverfahren



Die Peaks entsprechen den Methyl- und Ethylestern, soweit nichts anderes angegeben ist.“

ANHANG V

Anhang XII der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 wird wie folgt geändert:

1. Abschnitt 1 erhält folgende Fassung:

„1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Die in diesem Anhang beschriebene internationale Verfahrensvorschrift dient der Festlegung des Verfahrens für die Bewertung der organoleptischen Merkmale von nativen Olivenölen im Sinne von Anhang VII Teil VIII Nummer 1 der Verordnung (EU) Nr. 1308/2013 des Europäischen Parlaments und des Rates (*) und beschreibt die Methode für die Einstufung der Öle anhand dieser Merkmale. Das Verfahren umfasst zudem Hinweise für eine fakultative Kennzeichnung.

Die Verfahrensvorschrift gilt nur für native Olivenöle und deren Einstufung bzw. Kennzeichnung entsprechend dem Umfang der wahrgenommenen Mängel und der Fruchtigkeit, wie sie von einer Gruppe ausgewählter, geschulter und geprüfter Prüfer bestimmt werden.

Die in diesem Anhang angeführten IOR-Standards entsprechen der aktuellsten verfügbaren Fassung.

(*) Verordnung (EU) Nr. 1308/2013 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 17. Dezember 2013 über eine gemeinsame Marktorganisation für landwirtschaftliche Erzeugnisse und zur Aufhebung der Verordnungen (EWG) Nr. 922/72, (EWG) Nr. 234/79, (EG) Nr. 1037/2001 und (EG) Nr. 1234/2007 (ABl. L 347 vom 20.12.2013, S. 671).“

2. Die Abschnitte 3.2, 3.3 und 3.4 erhalten folgende Fassung:

„3.1.1. *Sonstige negative Attribute*

<i>Brandig oder erhitzt</i>	Typisches Flavour bei Ölen aufgrund einer übermäßigen und/oder zu langen Erwärmung bei der Verarbeitung und insbesondere durch unsachgemäße Wärmebehandlung beim Rühren der Olivenpaste
<i>Heuartig-holzig</i>	Typisches Flavour bei bestimmten Ölen, die aus vertrockneten Oliven gewonnen wurden
<i>Roh</i>	Bezeichnung für bestimmte alte Öle, die im Mund einen dickflüssigen, pastösen Sinneseindruck hinterlassen
<i>Schmierölartig</i>	Flavour bei Ölen, das an Dieseltreibstoff, Fett oder Mineralöl erinnert
<i>Fruchtwasserartig</i>	Flavour bei Ölen, das von längerem Kontakt mit Fruchtwasser herrührt, das einen Gärungsprozess durchlaufen hat
<i>Lakig</i>	Flavour bei Ölen aus Oliven, die in Salzlake aufbewahrt wurden
<i>Metallisch</i>	An Metall erinnerndes Flavour, typisch für Öl, das beim Vermahlen, Schlagen, Pressen oder Lagern lange mit Metallflächen in Kontakt stand
<i>Espartograsartig</i>	Typisches Flavour bei Ölen aus Oliven, die mit Hilfe neuer Espartograsmatten gepresst wurden. Dieses Aroma kann in verschiedenen Nuancen auftreten, je nachdem, ob Matten aus grünem oder trockenem Espartogras verwendet wurden
<i>Wurmstichig</i>	Flavour bei Ölen aus stark von Larven der Olivenfliege (<i>Bactrocera oleae</i>) befallenen Oliven
<i>Gurkenartig</i>	Flavour bei Ölen, das von zu langem Lagern in luftdichten Behältnissen, insbesondere Weißblechdosen, und dem dadurch entstehenden 2,6-Nonadienal herrührt.

3.2. **Positive Attribute**

<i>Fruchtig</i>	Gesamtheit der von der Olivensorte abhängigen, unmittelbar und/oder retronasal wahrgenommenen charakteristischen Geruchsmerkmale eines Öls aus gesunden, frischen, reifen oder unreifen Früchten.
<i>Bitter</i>	Elementarer Geschmack, der typisch für Öle aus grünen oder in Reifung befindlichen Oliven ist und mit den auf der Zunge V-förmig angeordneten Wallpapillen wahrgenommen wird.
<i>Scharf</i>	Taktil empfundenes Prickeln, das typisch für Öle ist, die zu Beginn des Wirtschaftsjahres hauptsächlich aus noch unreifen Oliven gewonnen werden, und in der gesamten Mundhöhle und insbesondere in der Kehle wahrgenommen werden kann.

3.3. **Fakultative Terminologie bei der Kennzeichnung**

Auf Antrag kann der Prüfungsleiter bescheinigen, dass die bewerteten Öle nach Intensität und Wahrnehmung der Attribute den Definitionen und Intervallen für die nachstehenden Adjektive entsprechen.

Positive Attribute (fruchtig, bitter und scharf): Je nach Intensität der Wahrnehmung:

- *intensiv*, wenn der Median des betreffenden Attributs größer als 6 ist;
- *mittel*, wenn der Median des betreffenden Attributs zwischen 3 und 6 liegt;
- *leicht*, wenn der Median des betreffenden Attributs kleiner als 3 ist.

<i>Fruchtig</i>	Gesamtheit der von der Olivensorte abhängigen, unmittelbar und/oder retronasal wahrgenommenen charakteristischen Geruchsmerkmale eines Öls aus gesunden, frischen Oliven, bei dem weder grüne noch reife Fruchtigkeit vorherrscht.
<i>Grünlich-fruchtig</i>	Gesamtheit der von der Olivensorte abhängigen, unmittelbar und/oder retronasal wahrgenommenen charakteristischen Geruchsmerkmale eines Öls aus grünen, gesunden, frischen Oliven, das an grüne Früchte erinnert.
<i>Reif-fruchtig</i>	Gesamtheit der von der Olivensorte abhängigen, unmittelbar und/oder retronasal wahrgenommenen charakteristischen Geruchsmerkmale eines Öls aus gesunden, frischen Oliven, das an reife Früchte erinnert.
<i>Ausgewogen</i>	Ein Öl, das nicht unausgewogen ist. Unausgewogenheit bezeichnet den olfaktorisch-gustatorischen und taktilen Sinneseindruck bei einem Öl, in dem der Median des Attributs ‚bitter‘ und/oder der des Attributs ‚scharf‘ um zwei Punkte größer ist als der Median des Attributs ‚fruchtig‘.
<i>Mildes Öl</i>	Ein Öl, in dem der Median des Attributs bitter und der des Attributs scharf kleiner oder gleich 2 sind.“

3. In Abschnitt 7 wird nach Abschnitt 7.1 folgender Abschnitt eingefügt:

„7.1.1. *Stellvertretender Prüfungsleiter*

Der Prüfungsleiter kann aus berechtigten Gründen durch einen Stellvertreter ersetzt werden, der an seiner Stelle Aufgaben hinsichtlich der Durchführung der Prüfungen wahrnimmt. Dieser Stellvertreter muss über alle Fertigkeiten verfügen, die von einem Prüfungsleiter verlangt werden.“

4. Abschnitt 7.2 erhält folgende Fassung:

„7.2. **Prüfer**

Die Personen, die an der organoleptischen Prüfung von Olivenöl als Prüfer teilnehmen, müssen dies freiwillig tun. Daher sind schriftliche Bewerbungen anzuraten. Die Bewerber werden von Prüfungsleiter entsprechend ihrer Eignung zur Unterscheidung ähnlicher Proben ausgewählt, geschult und begleitet, wobei zu berücksichtigen ist, dass ihre Urteilsfähigkeit im Zuge der Schulung zunimmt.

Die Prüfer müssen in sensorischer Hinsicht eine rein beobachtende Funktion ausüben, ihre persönlichen geschmacklichen Vorlieben außer Acht lassen und lediglich ihre Sinneseindrücke wiedergeben. Dabei kommt es darauf an, dass sie ihre Arbeit stets schweigend sowie entspannt und ohne Eile verrichten, um der zu prüfenden Probe maximale sensorische Aufmerksamkeit widmen zu können.

Für jede Prüfung werden 8 bis 12 Prüfer benötigt, nebst einigen Reserveprüfern zur Deckung von etwaigen Ausfällen.“

5. Abschnitt 9.3 erhält folgende Fassung:

„9.3. **Verwendung der Angaben durch den Prüfungsleiter**

Der Prüfungsleiter sammelt die ausgefüllten Profilbeschreibungen der einzelnen Prüfer ein, um die den einzelnen Attributen zugeteilten Intensitäten zu überprüfen; bei Feststellung einer Anomalie fordert er den Prüfer auf, seine Profilbeschreibung zu überarbeiten und den Prüfversuch erforderlichenfalls zu wiederholen.

Der Prüfungsleiter gibt die Bewertungsdaten der einzelnen Mitglieder der Prüfergruppe in ein Computerprogramm entsprechend dem Standard IOC/T.20/Doc. Nr. 15 ein, um eine statistische Berechnung der Analyseergebnisse auf Grundlage der Berechnung des Medians vorzunehmen; siehe dazu Abschnitt 9.4 und die Anlage zu diesem Anhang. Die Daten für eine Probe werden eingegeben anhand einer Matrix aus 9 Spalten, die jeweils den 9 sensorischen Attributen entsprechen, und n Zeilen, die den n Prüfern der Prüfergruppe entsprechen.

Wird ein von mindestens 50 % der Mitglieder der Prüfergruppe wahrgenommener Mangel unter ‚Sonstige‘ eingetragen, so berechnet der Prüfungsleiter den Median dieses Mangels und nimmt die entsprechende Einstufung vor.

Der Wert des robusten Variationskoeffizienten, der die Einstufung bestimmt (Mangel mit der größten Intensität und Attribut ‚fruchtig‘), muss kleiner oder gleich 20 % sein.

Ist dies nicht der Fall, muss der Prüfungsleiter für eine erneute Bewertung der spezifischen Probe in einem weiteren Prüfungsgang sorgen.

Sollte dies häufig vorkommen, wird dem Prüfungsleiter empfohlen, eine spezifische Fortbildung für die Prüfer durchzuführen (IOC/T.20/Doc. Nr. 14, § 5) und die Prüfungsleistung anhand des Wiederholbarkeitsindex und des Abweichungsindex zu beurteilen (IOC/T.20/Doc. Nr. 14, § 6).“

6. Abschnitt 9.4 erhält folgende Fassung:

„9.4. **Einstufung der Öle**

Das Öl wird entsprechend dem Median der festgestellten Mängel und dem Median des Attributs ‚fruchtig‘ in die nachstehenden Kategorien eingestuft. Der Median der Mängel ist definiert als der Median des mit der stärksten Intensität wahrgenommenen Mangels. Der Median der Mängel und der Median der Fruchtigkeit werden mit einer Dezimalstelle ausgedrückt.

Für die Einstufung des Öls wird der Wert des Medians der Mängel und des Medians der Fruchtigkeit mit den nachstehend aufgeführten Referenzintervallen verglichen. Die Grenzen dieser Intervalle wurden unter Berücksichtigung des Fehlers der Methode festgesetzt und gelten daher als absolut. Eine entsprechende Software gestattet eine visuelle Darstellung der Einstufung in tabellarischer oder grafischer Form.

- a) Natives Olivenöl extra: Der Median der Mängel ist 0 und der Median des Attributs ‚fruchtig‘ ist größer als 0.
- b) Natives Olivenöl: Der Median der Mängel ist größer als 0, aber nicht größer als 3,5 und der Median des Attributs ‚fruchtig‘ ist größer als 0.
- c) Lampantöl: Der Median der Mängel ist größer als 3,5 oder der Median der Mängel ist nicht größer als 3,5 und der Median des Attributs ‚fruchtig‘ ist gleich 0.

Anmerkung 1: Liegt der Median des Attributs ‚bitter‘ und/oder der des Attributs ‚scharf‘ über 5,0, so vermerkt der Prüfungsleiter dies auf der Prüfbescheinigung.

Im Falle von Bewertungen im Rahmen von Konformitätskontrollen wird ein Test vorgenommen. Im Fall von Gegenbewertungen muss der Prüfungsleiter dafür sorgen, dass die Bewertung zweimal in verschiedenen Prüfungsgängen stattfindet. Der Median der Attribute wird auf der Grundlage aller Profilbeschreibungen für beide Prüfungen berechnet.“

7. Abbildung 1 wird durch folgende Abbildung ersetzt:

„Abbildung 1

PROFILBESCHREIBUNG VON NATIVEM OLIVENÖL

Intensität der Wahrnehmung der Mängel

Stichig/schlammig

Modrig/feucht/erdig

Wein-/essigartig

Sauer/säuerlich

Frostgeschädigte Oliven
(feuchtes Holz)

Ranzig

Sonstige negative Attribute:

Metallisch Heuartig Wurmstichig Roh

Deskriptor:

Lakig Brandig oder erhitzt Fruchtwasserartig

Espartograsartig Gurkenartig Schmierölartig

Intensität der Wahrnehmung der positiven Attribute

Fruchtig

Grün

Reif

Bitter

Scharf

Name des Prüfers:

Code-Nr. des Prüfers:

Code-Nr. der Probe:

Datum:

Unterschrift:

Anmerkungen:“

ANHANG VI

Anhang XIX der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 wird wie folgt geändert:

1. Der Titel erhält folgende Fassung:

„BESTIMMUNG DES GEHALTS AN ALIPHATISCHEN UND TRITERPENALKOHOLEN DURCH KAPILLAR-GASCHROMATOGRAPHIE“

2. Abschnitt 1 erhält folgende Fassung:

„1. GEGENSTAND

In diesem Anhang ist ein Verfahren zur Bestimmung des Gehalts an aliphatischen und Triterpenalkoholen in Ölen und Fetten beschrieben.“

3. Abschnitt 4.11 erhält folgende Fassung:

„4.11. Referenzlösung für die Dünnschichtchromatografie: 0,5 %ige Lösung von C₂₀-C₂₈-Alkoholen in Chloroform oder einer Alkoholfraktion, die wie in Abschnitt 5.2 beschrieben aus den unverseifbaren Bestandteilen eines Oliventresteröls abgetrennt wurde.“

4. Die Nummern 5.2.5 und 5.2.6 erhalten folgende Fassung:

„5.2.5. Die Platte vorsichtig und gleichmäßig mit 2',7'-Dichlorfluoresceinlösung besprühen, wenn sie unter UV-Licht betrachtet wird. Die Lage der Zone der aliphatischen Alkohole kann mit Hilfe des Flecks der Referenzlösung bestimmt werden. Die Grenzen dieser Zone mit schwarzem Stift markieren. Die Zone der aliphatischen Alkohole und die unmittelbar darüber liegende Zone der Terpenalkohole zusammen umranden (Anmerkung 4).

Anmerkung 4: Da aliphatische Alkohole in die Zone der Triterpenalkohole migrieren können, müssen die Zonen der aliphatischen und der Terpenalkohole zusammen erfasst werden. Ein Beispiel für die Dünnschichtchromatografie-Trennung ist in der Abbildung 1 der Anlage enthalten.

5.2.6. Das in der markierten Zone liegende Kieselgel mit einem Metallspatel abkratzen, fein mahlen und in einen Glasfiltertiegel (3.7) überführen. Mit 10 ml warmem Chloroform versetzen, mit Hilfe des Metallspatels gründlich vermischen und unter Vakuum filtrieren. Das Filtrat in der an den Glasfiltertiegel angeschlossenen Vakuumflasche (3.8) auffangen.

Das Kieselgel im Glasfiltertiegel dreimal mit je 10 ml Ethylether waschen und das Filtrat wiederum in der Vakuumflasche auffangen. Das Filtrat bis auf ein Volumen von etwa 4-5 ml eindampfen und den Rest der Lösung in das zuvor gewogene 10-ml-Röhrchen (3.9) überführen. Durch vorsichtiges Erhitzen unter einem schwachen Stickstoffstrom bis zur Trockne eindampfen. Mit einigen Tropfen Aceton versetzen, wieder bis zur Trockne eindampfen, etwa 10 Minuten im Trockenschrank auf 105 °C erhitzen, anschließend im Exsikkator abkühlen lassen und wiegen.

Der Rückstand in dem Röhrchen enthält die Alkoholfraktion.“

5. Nummer 5.4.4 erhält folgende Fassung:

„5.4.4. *Identifizierung der Peaks*

Die einzelnen Peaks werden anhand der Retentionszeiten und durch Vergleich mit dem unter denselben Bedingungen analysierten TSME-Gemisch der aliphatischen Alkohole identifiziert.

Beispiele des Chromatogramms der Alkoholfraktion eines raffinierten Olivenöls sind in den Abbildungen 2 und 3 der Anlage enthalten.“

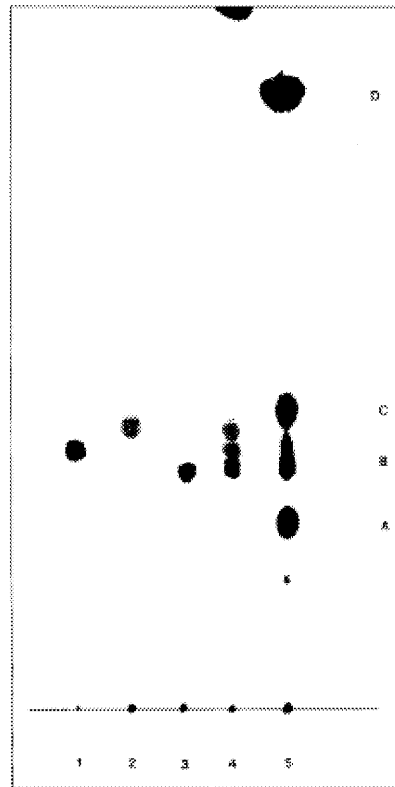
6. Die Anlage erhält folgende Fassung:

„Anlage

Beispiel für DC-Trennung und Beispiele für Chromatogramme

Abbildung 1

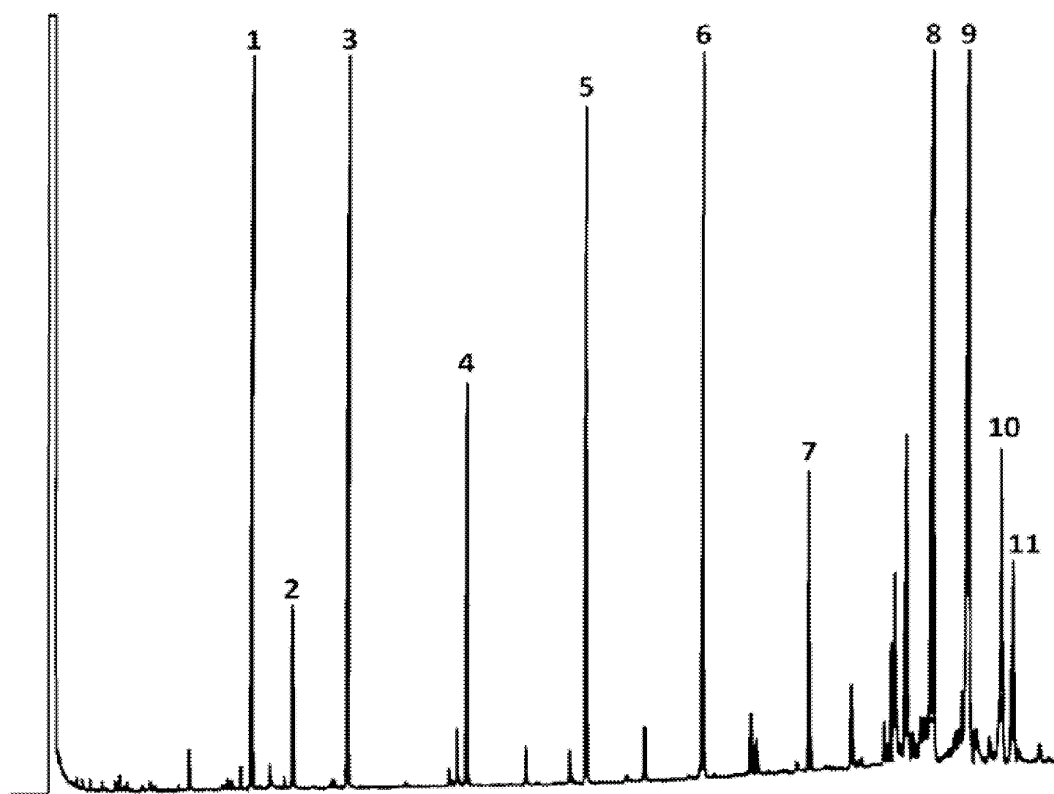
Dünnschichtchromatografie-Platte der unverseifbaren Fraktion von mit Hexan/Ethylether (65/35) eluiertem Olivenöl



- | | | | |
|---|---|---|-----------------------|
| 1 | C ₂₆ -Alkohol | A | Sterine |
| 2 | C ₃₀ -Alkohol | B | aliphatische Alkohole |
| 3 | C ₂₀ -Alkohol | C | Triterpenalkohole |
| 4 | Gemisch aus C ₂₀₋₂₂₋₂₆₋₃₀ -Alkoholen | D | Squalen |
| 5 | Unverseifbares von nativem Olivenöl extra | | |

Abbildung 2

Chromatogramm der Alkoholfraktion eines raffinierten Olivenöls



1 = Phytol

2 = Geranylgeraniol

3 = C₂₀-Alkohol (IS)4 = C₂₂-Alkohol5 = C₂₄-Alkohol6 = C₂₆-Alkohol7 = C₂₈-Alkohol

8 = Cycloartenol

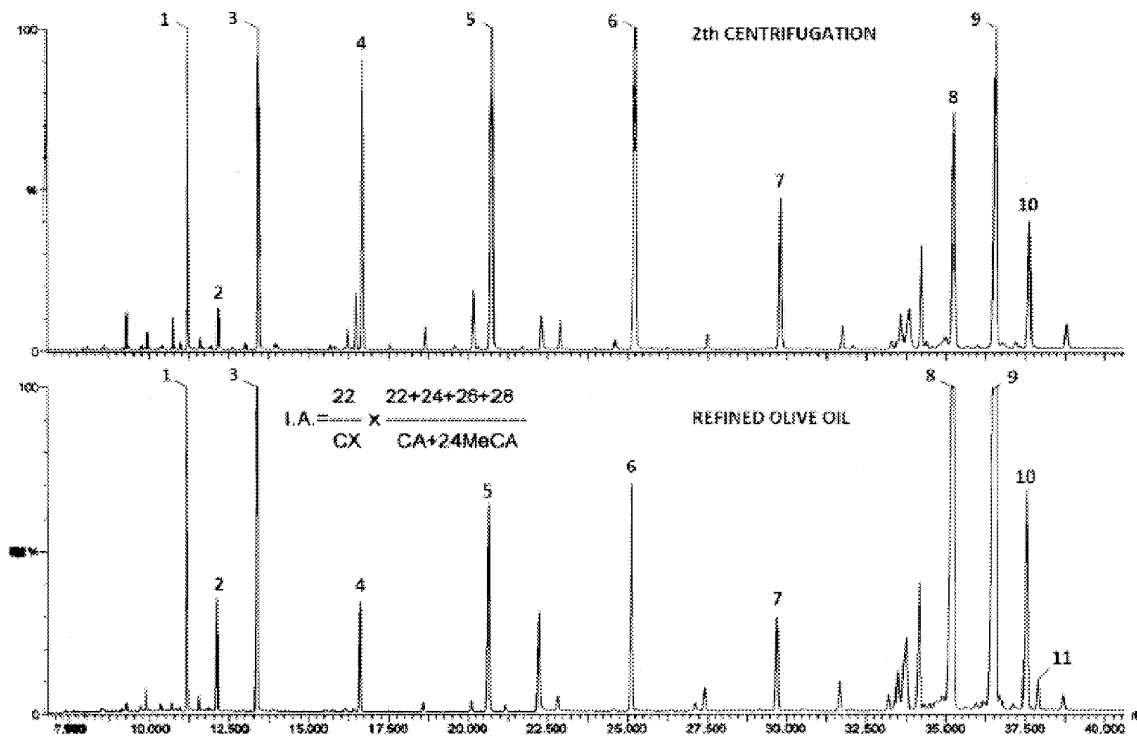
9 = 24-Methylen-cycloartenol

10 = Citrostadienol

11 = Cyclobranol

Abbildung 3

Aliphatische und Triterpenalkohole eines raffinierten Olivenöls und eines Olivenöls aus der zweiten Zentrifugation



1 = Phytol
 2 = Geranylgeraniol
 3 = C₂₀-Alkohol
 4 = C₂₂-Alkohol

5 = C₂₄-Alkohol
 6 = C₂₆-Alkohol
 7 = C₂₈-Alkohol
 8 = Cycloartenol (CA)

9 = 24-Methylen-cycloartenol (24MeCA)
 10 = Citrostadienol
 11 = Cyclobranol"