

31991R2568

5.9.1991.

EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS

L 248/1

**KOMISIJAS REGULA (EEK) Nr. 2568/91****(1991. gada 11. jūlijs)****par olīveļļas un olīvu izspaidu eļļas īpašībām un attiecīgajām analīzes metodēm**

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

ņemot vērā Padomes 1966. gada 22. septembra Regulu Nr. 136/66/EEK par eļļas un tauku tirgus kopīgo organizāciju <sup>(1)</sup>, kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Regulu (EEK) Nr. 3577/90 <sup>(2)</sup> un jo īpaši tās 35.a pantu,

tā kā Regulas Nr. 136/66/EEK pielikumā ir aprakstīta un definēta olīveļļa un olīvu izspaidu eļļa, ko tirgo katrā dalībvalstī, Kopienas iekšējā tirgū un tirdzniecībā ar trešām valstīm;

tā kā, lai atšķirtu dažādu veidu eļļas, būtu jādefinē katras eļļas fizikālās un ķīmiskās īpašības un neapstrādātas olīveļļas organoleptiskās īpašības, lai garantētu attiecīgo produktu tīrību un kvalitāti, neskarot citus pastāvošos noteikumus;

tā kā dažādu veidu eļļas īpašības būtu jānosaka vienveidīgi visā Kopienā; tā kā šajā nolūkā būtu jāizstrādā Kopienas metodes ķīmiskai analīzei un organoleptiskai novērtēšanai; tā kā būtu jāatļauj pārejas posmā izmantot citas dalībvalstīs piemērojamās analīzes metodes ar nosacījumu, ka, pastāvot rezultātu atšķirībai, kopējā metode ir izšķirošā;

tā kā olīveļļas fizikālo un ķīmisko īpašību un analīzes metožu definīcija ir saistīta ar kombinētās nomenklatūras 15. nodaļas papildu piezīmju grozījumiem;

tā kā neapstrādātas eļļas organoleptisko īpašību novērtēšana ietver atlasītu un apmācītu degustētāju žūriju izveidi;

tā kā tādēļ būtu jānosaka šādu struktūru izveidei vajadzīgais laika posms; tā kā, ņemot vērā grūtības, ar ko dažas dalībvalstis sastap-

ties, izveidojot degustētāju žūrijas, būtu jāatļauj izmantot citu dalībvalstu žūrijas;

tā kā, lai nodrošinātu olīvu izspaidu importam piemērojamās maksājumu sistēmas pareizu darbību, būtu jānosaka vienota metode eļļas satura noteikšanai šajos produktos;

tā kā, lai nekaitētu tirdzniecībai, ir jāparedz, ka ierobežotu laika posmā drīkst tirgot eļļu, kas ir iepakota pirms šīs regulas stāšanās spēkā;

tā kā ir jāatceļ Komisijas Regula (EEK) Nr. 1058/77 <sup>(3)</sup>, kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Regulu (EEK) Nr. 1858/88 <sup>(4)</sup>;

tā kā Eļļas un tauku pārvaldības komiteja nav iesniegusi atzinumu tās priekšsēdētāja noteiktajā termiņā,

IR PIENĒMUSI ŠO REGULU.

**1. pants**

1. Eļļu, kuras īpašības atbilst šīs regulas I pielikuma 1., 2. un 3. punktā noteiktajām īpašībām, uzskata par neapstrādātu olīveļļu Regulas Nr. 136/66/EEK pielikuma 1. punkta a), b) un c) apakšpunkta nozīmē.

2. Eļļu, kuras īpašības atbilst šīs regulas I pielikuma 4. punktā noteiktajām īpašībām, uzskata par neapstrādātu lampantes olīveļļu Regulas Nr. 136/66/EEK pielikuma 1. punkta d) apakšpunkta nozīmē.

3. Eļļu, kuras īpašības atbilst šīs regulas I pielikuma 5. punktā noteiktajām īpašībām, uzskata par rafinētu olīveļļu Regulas Nr. 136/66/EEK pielikuma 2. punkta nozīmē.

<sup>(1)</sup> OV L 172, 30.9.1966., 3025./66. lpp.<sup>(2)</sup> OV L 353, 17.12.1990., 23. lpp.<sup>(3)</sup> OV L 128, 24.5.1977., 6. lpp.<sup>(4)</sup> OV L 166, 1.7.1988., 10. lpp.

4. Eļļu, kuras īpašības atbilst šīs regulas I pielikuma 6. punktā noteiktajām īpašībām, uzskata par tīru olīveļļu Regulas Nr. 136/66/EEK pielikuma 3. punkta nozīmē.

5. Eļļu, kuras īpašības atbilst šīs regulas I pielikuma 7. punktā noteiktajām īpašībām, uzskata par olīvu izspaidu eļļu Regulas Nr. 136/66/EEK pielikuma 4. punkta nozīmē.

6. Eļļu, kuras īpašības atbilst šīs regulas I pielikuma 8. punktā noteiktajām īpašībām, uzskata par olīvu izspaidu eļļu Regulas Nr. 136/66/EEK pielikuma 5. punkta nozīmē.

7. Eļļu, kuru īpašības atbilst šīs regulas I pielikuma 9. punktā noteiktajām īpašībām, uzskata par olīvu izspaidu eļļu Regulas Nr. 136/66/EEK pielikuma 6. punkta nozīmē.

## 2. pants

1. Eļļas īpašības, kas paredzētas I pielikumā, nosaka saskaņā ar turpmāk izklāstītajām analīzes metodēm:

- brīvas taukskābes, ko izsaka kā oleīnskābes procentus, nosaka ar II pielikumā izklāstīto metodi,
- peroksīda skaitli nosaka ar III pielikumā izklāstīto metodi,
- alifātiskos spirtus nosaka ar IV pielikumā izklāstīto metodi,
- sterīnu saturu nosaka ar V pielikumā izklāstīto metodi,
- eritrodioļu un uvaolu nosaka ar VI pielikumā izklāstīto metodi,
- piesātinātās taukskābes triglicerīdu 2. stāvoklī nosaka ar VII pielikumā izklāstīto metodi,
- trilinoleīna saturu nosaka ar VIII pielikumā izklāstīto metodi,
- spektrofotometriskajai analīzei izmanto IX pielikumā izklāstīto metodi,
- taukskābju sastāvu nosaka ar X A un X B pielikumā izklāstīto metodi,
- gaistošos halogenētos šķīdinātājus nosaka ar XI pielikumā izklāstīto metodi,
- neapstrādātas olīveļļas organoleptisko īpašību novērtēšanai izmanto XII pielikumā izklāstīto metodi,
- lai gūtu pierādījumus, ka ir izdarīta rafinēšana, izmanto XIII pielikumā izklāstīto metodi.

2. Organoleptiskās īpašības novērtē laborants, attiecīgā gadījumā palīdzot speciālistam, saskaņā ar procedūru, kas aprakstīta XII pielikumā minētajās piezīmēs par degustāciju. Ja analīze uzrāda īpašības, kas atšķiras no īpašībām, kuras izriet no produkta apraksta, paraugu pārbauda degustētāju žūrija saskaņā ar XII pielikuma noteikumiem.

Jebkuru otro analīzi izdara žūrija saskaņā ar minētajiem nosacījumiem.

Lai novērtētu organoleptiskās īpašības saistībā ar darbībām, kas attiecas uz intervences sistēmu, degustētāju žūrija šo novērtēšanu izdara saskaņā ar XII pielikuma noteikumiem.

## 3. pants

Līdz 1992. gada 31. oktobrim 2. pantā paredzēto analīzes metožu ieviešana nekavē dalībvalstis izmantot citas pārbaudītas un zinātniski pamatotas metodes ar nosacījumu, ka tiek atļauta brīva tādu produktu aprīte, kurus atzīst par atbilstīgiem spēkā esošiem noteikumiem, kas reglamentē Kopienas metodes. Pirms citu metožu izmantošanas attiecīgās dalībvalstis par tām informē Komisiju.

Ja ar kādu no citām metodēm iegūst rezultātu, kas atšķiras no parastās metodes rezultāta, noteicošais ir ar parasto metodi iegūtais rezultāts.

## 4. pants

1. Organoleptisko īpašību novērtēšanai dalībvalstis izveido apmācītu un atlasītu degustētāju žūrijas saskaņā ar XII pielikumā izklāstītās metodes noteikumiem.

2. Ja dalībvalsts sastopas ar grūtībām, izveidojot žūriju savā teritorijā, tā var izmantot tādas žūrijas pakalpojumus, kas darbojas citā dalībvalstī.

## 5. pants

Kombinētās nomenklatūras 15. nodaļas 2., 3. un 4. papildu piezīmi aizstāj ar XIV pielikuma papildu piezīmēm.

## 6. pants

1. Raušu un citu olīveļļas ieguves izspaidu (KN kodi 2306 90 11 un 2306 90 19) eļļas saturu nosaka ar XV pielikumā izklāstīto metodi.

2. Šā panta 1. punktā minēto eļļas saturu izsaka eļļas svara procentos no sausā materiāla svara.

## 7. pants

Attiecībā uz tādu nevēlamu vielu klātbūtni, kas nav minētas XI pielikumā, piemēro Kopienas noteikumus.

## 8. pants

1. Dalībvalstis paziņo Komisijai par pasākumiem, kas veikti, lai īstenotu šo regulu.

2. Dalībvalstis katra pusgada sākumā nosūta Komisijai paziņojumu par analītiskajiem datiem, kas attiecas uz iepriekšējā pusgadā izdarītajām analizēm.

Rezultātus izskata Eļļas un tauku pārvaldības komiteja saskaņā ar Regulas Nr. 136/66/EEK 39. pantā izklāstīto kārtību.

#### 9. pants

Ar šo ir atcelta Regula (EEK) Nr. 1058/77.

Šī regula ir saistoša kopumā un tieši piemērojama visās dalībvalstīs.

Briselē, 1991. gada 11. jūlijā

#### 10. pants

1. Šī regula stājas spēkā trešajā dienā pēc tās publicēšanas *Eiropas Kopienu Oficiālajā Vēstnesī*.

Tomēr XII pielikumā izklāstīto metodi piemēro no 1992. gada 1. janvāra, ja vien darbības neattiecas uz intervences sistēmu.

2. Šo regulu nepiemēro olīveļļai un olīvu izspaidu eļļai, kas ir iepakota pirms šīs regulas stāšanās spēkā un laista tirgū līdz 1992. gada 31. oktobrim.

Komisijas vārdā —

Komisijas loceklis

Ray MAC SHARRY

## PIELIKUMI

## Kopsavilkums

		Lpp.
I pielikums	Olīveļļas īpašības .....	372
II pielikums	Brīvu taukskābju noteikšana .....	374
III pielikums	Peroksīda skaitļa noteikšana .....	376
IV pielikums	Alifātisko spirtu noteikšana, izmantojot gāzu hromatogrāfiju ar kapilāro kolonnu ...	378
V pielikums	Sterīnu sastāva un satura noteikšana, izmantojot gāzu hromatogrāfiju ar kapilāro kolonnu .....	383
VI pielikums	Eritrodiola un uvaola noteikšana .....	391
VII pielikums	Piesātināto taukskābju noteikšana triglicerīdu 2. stāvoklī .....	393
VIII pielikums	Trilinoleīna sastāva noteikšana .....	397
IX pielikums	Spektrofotometriskie pētījumi ultravioletajā spektrā .....	401
XA pielikums	Taukskābju metilesteru analīze ar gāzu hromatogrāfiju .....	405
XB pielikums	Taukskābju metilesteru pagatavošana .....	413
XI pielikums	Gaistošo halogenēto šķīdinātāju noteikšana olīveļļā .....	417
XII pielikums	Neapstrādātas olīveļļas organoleptiskā novērtēšana .....	418
XIII pielikums	Pierādījumi, ka ir izdarīta rafinēšana .....	444
XIV pielikums	Kombinētās nomenklatūras 15. nodaļas 2., 3. un 4. papildu piezīme .....	446
XV pielikums	Eļļas saturs olīvu izspaidās .....	449
XVI pielikums	Joda skaitļa noteikšana .....	451

## I PIELIKUMS

## OLĪVEĻAS ĪPAŠĪBAS

Veids	Skābums % mekv.	Peroksīda skaitlis mekv./O <sub>2</sub> /kg	Halogēnē- tie šķīdinā- tāji mg/kg (1)	Alifātiskie spirti mg/kg	Piesātinātās taukskābes triglicerīdu 2. stāvoklī	Eritrodīols + uvaols %	Trilino- leīns %	Holestē- rīns %	Brasikaste- rīns %	Kampeste- rīns %	Stigmaste- rīns %	Beta- stiassterīns % (2)	Delta-7- stigmaste- rīns %	Kopējie ste- rīni mg/kg
1. Ekstra neapstrādāta olīveļa	M 1,0	M 20	M 0,20	M 300	M 1,3	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	< kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1 000
2. Neapstrādāta olīveļa	M 2,0	M 20	M 0,20	M 300	M 1,3	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	< kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1 000
3. Parastā neapstrādātā olīveļa	M 3,3	M 20	M 0,20	M 300	M 1,3	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	< kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1 000
4. Neapstrādāta lampantes olīveļa	> 3,3	> 20	> 0,20	M 400	M 1,3	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	–	m 93,0	M 0,5	m 1 000
5. Rafinēta olīveļa	M 0,5	M 10	M 0,20	M 350	M 1,5	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	< kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1 000
6. Olīveļa	M 1,5	M 15	M 0,20	M 350	M 1,5	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	< kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1 000
7. Nerafinēta olīvu izspaidu eļļa	m 2,0	–	–	–	M 1,8	M 12	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	–	m 93,0	M 0,5	m 2 500
8. Rafinēta olīvu izspaidu eļļa	M 0,5	M 10	M 0,20	–	M 2,0	M 12	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	< kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1 800
9. Olīvu izspaidu eļļa	M 1,5	M 15	M 0,20	–	M 2,0	> 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,2	M 4,0	< kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1 800

M = maksimāli, m = minimāli

(1) Vispārējā augstākā robeža ar elektronu satvērēja detektoru noteiktiem savienojumiem. Atsevišķi noteiktiem komponentiem augšējā robeža ir 0,10 mg/kg.

(2) Delta-5- 23-stigmastandienols + klostosterīns + sitosterīns + sitostanolis + delta-5- 24 stigmastandienols.

Piezīme:

Eļļa ir jāzbrāvē, ja kāda no ias īpašībām ir ārpus norādītajām robežām.

Veids	Skābju sastāvs							K <sub>270</sub>	K <sub>270</sub> ar alumīnija oksīdu (1)	Delta K	Žūrijas tests
	Ministīnskābe %	Linolēnskābe %	Arahīnskābe %	Eikozānskābe %	Behēnskābe %	Lignocerīnskābe %	K <sub>232</sub>				
1. Ekstra neapstrādāta olīveļļa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 2,40	M 0,20	M 0,10	M 0,01	= 6,5
2. Neapstrādāta olīveļļa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 2,50	M 0,25	M 0,10	M 0,01	= 5,5
3. Parastā neapstrādātā olīveļļa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 2,50	M 0,25	M 0,10	M 0,01	= 3,5
4. Neapstrādāta lampantes olīveļļa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 3,70	> 0,25	M 0,11	—	< 3,5
5. Rafinēta olīveļļa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 3,40	M 1,20	—	M 0,16	—
6. Olīveļļa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 3,30	M 1,00	—	M 0,13	—
7. Nerafinēta olīvu izspaidu eļļa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	—	—	—	—	—
8. Rafinēta olīvu izspaidu eļļa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 5,50	M 2,50	—	M 0,25	—
9. Olīvu izspaidu eļļa	M 0,1	M 0,9	M 0,7	M 0,5	M 0,3	M 0,5	M 5,30	M 2,00	—	M 0,20	—

Piezīme:

(1) Eļļām, kuru skābju saturs ir lielāks par 3,3 %, ja K<sub>270</sub> ir lielāks par 0,11 pēc laišanas pāri alumīnija oksīdam, ir jāizdara XIII pielikumā minētais rafinēšanas tests. Lai noteiktu tīrību, ja K<sub>270</sub> pārsniedz attiecīgajai kategorijai noteikto robežu, to nosaka vēlreiz pēc laišanas pāri alumīnija oksīdam.

## II PIELIKUMS

## BRĪVU TAUKSKĀBJU NOTEIKŠANA

## 1. SKĀBUMA NOTEIKŠANA

Brīvu taukskābju noteikšana olīveļļās. Brīvu taukskābju saturu izsaka kā skābumu, ko aprēķina parastā veidā.

1.1. **Princips**

Paraugu izšķīdina šķīdinātāju maisījumā un klātesošās brīvās skābes titrē ar kālija hidroksīda šķīdumu etanolā.

1.2. **Reaktīvi**

Visiem reaktīviem ir jābūt atzītas analītiskas kvalitātes un izmantojamam ūdenim jābūt divreiz destilētam vai līdzvērtīgas tīrības.

## 1.2.1. Dietilētera/etanola (95 tilp. %) maisījums vienādās tilpuma daļās.

*Piezīme:* dietilēteris ir viegli uzliesmojošs un var veidot sprādzienbīstamus peroksīdus. To lietojot, ir jābūt īpaši piesardzīgiem.

Dietilētera/etanola maisījumu tieši pirms lietošanas neitralizē ar kālija hidroksīda šķīdumu (1.2.2. punkts), pievienojot uz 100 ml maisījuma 0,3 ml fenolftaleīna šķīduma (1.2.3. punkts).

*Piezīme:* ja nav iespējams lietot dietilēteri, var lietot šķīdinātāju maisījumu, kas sastāv no etanola un toluola. Vajadzības gadījumā etanolu var aizstāt ar 2-propanolu.

## 1.2.2. Kālija hidroksīds, KOH, titrēts etanola šķīdums, kura koncentrācija aptuveni 0,1 M/l vai vajadzības gadījumā 0,5 M/l.

Ir jābūt zināmai kālija hidroksīda šķīduma etanolā precīzai koncentrācijai, un tā ir jāpārbauda tieši pirms lietošanas. Lieto šķīdumu, kas ir pagatavots vismaz piecas dienas pirms lietošanas un dekantēts brūna stikla pudelē ar gumijas aizbāzni. Šķīdumam jābūt bezkrāsainam vai iedzeltētam.

*Piezīme:* stabilu bezkrāsainu kālija hidroksīda šķīdumu var pagatavot šādi. Uzkaršē līdz vārīšanās temperatūrai 1 000 ml etanola ar 8 g kālija hidroksīda un 0,5 g alumīnija skaidiņu un vienu stundu vāra ar attecēs dzesinātāju. Tūlīt pārdestilē. Destilātā izšķīdina vajadzīgo kālija hidroksīda daudzumu. Atstāj uz dažām dienām un dzidro supernatantu dekantē no kālija karbonāta nogulsnēm.

Šķīdumu var pagatavot arī bez destilācijas šādi: 1 000 ml etanola pievieno 4 ml alumīnija butilāta un maisījumu atstāj uz dažām dienām. Dekantē supernatantu un izšķīdina vajadzīgo daudzumu kālija hidroksīda. Šķīdums ir gatavs lietošanai.

## 1.2.3. Fenolftaleīna 10 g/l šķīdums 95 līdz 96 tilp. % etanolā vai sārmainā zilā 20 g/l šķīdums 95 līdz 96 tilp. % etanolā (stipri krāsotu tauku gadījumā).

1.3. **Aparatūra**

Parastais laboratoriju aprīkojums, tai skaitā:

## 1.3.1. Analītiskie svāri;

## 1.3.2. 250 ml koniskā kolba;

## 1.3.3. 10 ml birete, graduēta pa 0,05 ml.

1.4. **Procedūra**

## 1.4.1. Parauga sagatavošana analīzei

(Analīzi izdara ar filtrētu paraugu. Ja mitruma un piemaisījumu kopā ir mazāk par 1 %, paraugu lieto bez turpmākas apstrādes; ja to ir vairāk par 1 %, paraugs ir jāfiltrē.)

## 1.4.2. Parauga ņemšana

Paraugu ņem atkarībā no paredzamā brīvo skābju satura saskaņā ar šādu tabulu:

Paredzamais skābju saturs	Parauga masa (g)	Svēršanas precizitāte (g)
< 1	20	0,05
1 līdz 4	10	0,02
4 līdz 15	2,5	0,01
15 līdz 75	0,5	0,001
> 75	0,1	0,0002

Paraugu nosver koniskajā kolbā (1.3.2. punkts).

#### 1.4.3. Noteikšana

Paraugu (1.4.2. punkts) izšķīdina 50 līdz 150 ml iepriekš neitralizētā dietilētera un etanola maisījumā (1.2.1. punkts).

Maisot titrē ar 0,1 M/l kālija hidroksīda šķīdumu (1.2.2. punkts) (sk. 2. piezīmi), līdz indikatora krāsa mainās (fenolftaleīna sārtā krāsa saglabājas vismaz 10 sekundes).

- piezīme:* titrēto kālija hidroksīda šķīdumu etanolā (1.2.2. punkts) var aizstāt ar kālija vai nātrija hidroksīda ūdens šķīdumu, ar noteikumu, ka ievadītā ūdens daudzums neizraisa fāzu atdalīšanos.
- piezīme:* ja vajadzīgais 0,1 M/l kālija hidroksīda daudzums ir lielāks par 10 ml, lieto 0,5 M/l šķīdumu.
- piezīme:* ja šķīdums titrēšanas laikā kļūst duļķains, pievieno pietiekami daudz šķīdinātāju (1.2.1. punkts), lai šķīdums kļūtu dzidrs.

#### 1.5. Skābju saturs: izteikts oleīnskābes procentos

Skābju saturs svara procentos ir vienāds ar:

$$V \times C \times \frac{M}{1000} \times \frac{100}{m} = \frac{V \times C \times M}{10 \times m}$$

kur:

V = izlietotā titrētā kālija hidroksīda tilpums mililitros;

C = lietotā titrētā kālija hidroksīda precīzā koncentrācija M/l;

M = molmasa gramos skābei, ko izmanto rezultāta izteikšanai (= 282);

m = parauga masa gramos.

Rezultāts ir divu aprēķinu aritmētiskais vidējais.



## III PIELIKUMS

## PEROKSĪDA SKAITĻA NOTEIKŠANA

## 1. DARBĪBASJOMA

Šis standarts apraksta eļļu un tauku peroksīda skaitļa noteikšanas metodi.

## 2. IZMANTOŠANASJOMA

Šis standarts ir piemērojams dzīvnieku un augu eļļām un taukiem.

## 3. DEFINĪCIJA

Peroksīda skaitlis ir to vielu daudzums paraugā, izteikts aktīvā skābekļa miliekvivalentos kilogramā, kuras oksidē kālija jodīdu aprakstītajos eksperimenta apstākļos.

## 4. PRINCIPS

Analīzes parauga apstrāde ar kālija jodīda šķīdumu etiķskābes un hloroforma šķīdumā. Atbrīvotā joda titrēšana ar standartizētu nātrija tiosulfāta šķīdumu.

## 5. APARATŪRA

Visam aprīkojumam jābūt brīvam no reducējošām vai oksidējošām vielām.

*Piezīme:* slīpētās virsmas nav jāeļļo.

## 5.1. 3 ml stikla svēršanas laiviņa.

## 5.2. Aptuveni 250 ml kolbas ar pieslīpētiem kakliem un aizbāžņiem, iepriekš izžāvētas un piepildītas ar sausu inerti gāzi (slāpekli vai, labāk, oglekļa dioksīdu).

## 5.3. 25 vai 50 ml birete, graduēta ik pa 0,1 ml.

## 6. REAKTĪVI

## 6.1. Hloroforms, kam ir analītiska reaktīva kvalitāte, atbrīvots no skābekļa, burbuļojot tam cauri tīras inertas gāzes straumīti.

## 6.2. Ledus etiķskābe, kam ir analītiska reaktīva kvalitāte, atbrīvota no skābekļa, burbuļojot tai cauri tīras, sausas inertas gāzes straumīti.

## 6.3. Kālija jodīda piesātināts ūdens šķīdums, nesen pagatavots, kas nesatur jodu un jodātus.

## 6.4. Nātrija tiosulfāta precīzi standartizēts 0,01 vai 0,002 N ūdens šķīdums, standartizēts tieši pirms lietošanas.

## 6.5. Cietes šķīdums, 10 g/l ūdens dispersija, nesen pagatavota no dabiskās šķīstošās cietes.

## 7. PARAUGS

Pievērs vērību, lai paraugu paņemtu un glabātu tumsā, turētu aukstumā un pilnīgi piepildītos stikla traukos, kas ir hermētiski noslēgti ar pieslīpētiem stikla vai korķa aizbāžņiem.

## 8. PROCEDŪRA

Analīzi izdara izkļaidētā dienasgaismā vai mākslīgā apgaismojumā. Analizējamo paraugu ar precizitāti līdz tuvākajam 0,001 g nosver svēršanas laiviņā (5.1. punkts) vai, ja tādas nav, kolbā (5.2. punkts) saskaņā ar šādu tabulu atbilstīgi sagaidāmajam peroksīda skaitlim:

Sagaidāmais peroksīda skaitlis (mekv.)	Analizējamā parauga masa (g)
0 līdz 12	5,0 līdz 2,0
12 līdz 20	2,0 līdz 1,2
20 līdz 30	1,2 līdz 0,8
30 līdz 50	0,8 līdz 0,5
50 līdz 90	0,5 līdz 0,3

Atver kolbu (5.2. punkts) un tajā ieliek stikla svēršanas laiviņu ar analīzes paraugu. Pievieno 10 ml hloroforma (6.1. punkts). Ātri maisot, analīzes paraugu izšķīdina. Pievieno 15 ml etiķskābes (6.2. punkts), pēc tam pievieno 1 ml kālija jodīda šķīduma (6.3. punkts). Nekavējoties aizkorķē, vienu minūti krata un atstāj tieši piecas minūtes tumšā vietā 15 līdz 25 °C temperatūrā.

Pievieno aptuveni 75 ml destilēta ūdens. Enerģiski kratot, izdalījušos jodu titrē ar nātrija tiosulfāta šķīdumu (6.4. punkts) (0,002 N šķīduma, ja sagaidāmie lielumi ir mazāki par 12, un 0,01 N šķīduma, ja sagaidāmie lielumi ir lielāki par 12), izmantojot par indikatoru cietes šķīdumu (6.5. punkts).

Vienam analizējamam paraugam izdara divas noteikšanas.

Vienlaikus izdara tukšo mēģinājumu. Ja tukšā mēģinājuma rezultāts pārsniedz 0,05 ml 0,01 N nātrija tiosulfāta šķīduma (6.4. punkts), tad nomaina netīros reaktīvus.

#### 9. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Peroksīda skaitli (PV), izteiktu aktīvā skābekļa miliekvivalentos kilogramā, aprēķina pēc formulas:

$$PV = \frac{V \times T \times 1000}{m}$$

kur:

V = standartizēta nātrija tiosulfāta šķīduma (6.4. punkts) ml skaits, kas izlietoti analīzē, kas ir koriģēts, lai ņemtu vērā tukšo mēģinājumu;

T = lietotā nātrija tiosulfāta šķīduma (6.4. punkts) precīzā normalitāte;

m = analīzes parauga masa gramos.

Rezultāts ir divu izdarīto noteikšanu aritmētiskais vidējais.

## IV PIELIKUMS

## ALIFĀTISKO SPIRTU NOTEIKŠANA, IZMANTOJOT GĀZU HROMATOGRĀFIJU AR KAPILĀRO KOLONNU

1. OBJEKTS  
Metodika apraksta alifātisko spirtu daudzuma noteikšanas metodi eļļās un taukos.
2. METODES PRINCIPS  
Taukus saturošo vielu, pieliekot 1-eikozanolu par iekšējo standartu, pārziepjo ar kālija hidroksīda šķīdumu metanolā un pēc tam nepārziepjoto daļu ekstrahē ar dietilēteri.  
Spirta frakciju atdala no nepārziepjotās vielas ar plānslāņa hromatogrāfiju, kurā izmanto ar kālija hidroksīdu piesūcinātu silikagēlu; no silikagēla reģenerētos spirtus pārveido trimetilsililēteros un analizē ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfiju.
3. APARATŪRA
  - 3.1. 250 ml apaļkolba ar atteces dzesinātāju un pieslēpētu savienojumu.
  - 3.2. 500 ml dalāmās piltuves.
  - 3.3. 250 ml kolbas.
  - 3.4. Hromatogrāfijas kamera plānslāņa hromatogrāfiskajām analizēm, kas piemērota plāksnēm, kuru izmēri ir 20 × 20 cm.
  - 3.5. UV apgaismojums ar viļņa garumu 366 vai 254 nm plānslāņa hromatogrāfijas plāksņu apskatei.
  - 3.6. 500 un 100 µl mikrošļirce.
  - 3.7. Poraina stikla filtrs G 3 (porainība 15 līdz 40 µm), aptuveni 5 cm augsts un aptuveni ar 2 cm diametru, piemērots filtrēšanai pazeminātā spiedienā, ar 12/21 ārējo pieslēpējumu.
  - 3.8. 50 ml vakuumpudele ar 12/21 iekšējo pieslēpējumu izmantošanai kopā ar poraina stikla filtru (3.7. punkts).
  - 3.9. 10 ml mēģene ar konisku apakšu un aizbāzni.
  - 3.10. Ar sadales sistēmu aprīkots gāzu hromatogrāfs ar kapilāro kolonnu, kura sastāvdaļas ir šādas:
    - 3.10.1. termostatējama kamera kolonnām (kolonnu krāsns) vēlamās temperatūras uzturēšanai ar precizitāti līdz ± 1 °C;
    - 3.10.2. termostatējama iztvaicēšanas iekārta (inžektors) ar silanizētu stikla iztvaicētāju;
    - 3.10.3. liesmas jonizācijas detektors un pārveidotājs/pastiprinātājs;
    - 3.10.4. reģistrējošā iekārta/integrators ar atbildes laiku ne lielāku par vienu sekundi un ar maināmu papīra ātrumu darbam ar pārveidotāju/pastiprinātāju (3.10.3. punkts).
  - 3.11. 20 līdz 30 m gara stikla vai kvarca kapilārā kolonna ar iekšējo diametru 0,25 līdz 0,32 mm, ar SE-52 vai SE-54 vai ar līdzvērtīgu šķidro fāzi, kuras slāņa biezums kolonnā ir starp 0,10 un 0,30 µm.
  - 3.12. Mikrošļirce gāzu hromatogrāfijai ar 10 µl tilpumu un rūdītu adatu.
4. REAKTĪVI
  - 4.1. Kālija hidroksīds, aptuveni 2 N etanola šķīduma: 130 g kālija hidroksīda (minimālā koncentrācija 85 %) dzesējot izšķīdina 200 ml destilēta ūdens, pēc tam uzpilda ar etanolu līdz vienam litram. Šķīdumu glabā cieši noslēgtā tumšā stikla pudelē.
  - 4.2. Dietilēteris, analīzes kvalitātes.
  - 4.3. Bezūdens nātrija sulfāts, analīzes kvalitātes.

- 4.4. Silikagēla plānslāņa hromatogrāfijas stikla plāksnes bez fluorescences indikatora, 0,25 mm biezas (var iegādāties tirdzniecībā).
- 4.5. Kālija hidroksīds, aptuveni 0,2 N etanola šķīduma: 13 g kālija hidroksīda izšķīdina 20 ml destilēta ūdens un uzpilda ar etanolu līdz vienam litram.
- 4.6. Benzols, hromatogrāfijas kvalitātes. (sk. 5.2.2. punktu).
- 4.7. Acetons, hromatogrāfijas kvalitātes. (sk. 5.2.2. punktu).
- 4.8. Heksāns, hromatogrāfijas kvalitātes. (sk. 5.2.2. punktu).
- 4.9. Dietilēteris, hromatogrāfijas kvalitātes. (sk. 5.2.2. punktu).
- 4.10. Hloroforms, hromatogrāfijas kvalitātes.
- 4.11. Standartsķīdums plānslāņa hromatogrāfijai: C<sub>20</sub> līdz C<sub>28</sub> spirtu maisījuma 5 % šķīdums hloroformā.
- 4.12. 2,7-dihlorfluoresceīna 0,2 % šķīdums etanolā. To padara nedaudz bāzisku, pievienojot dažus pilienus 2 N kālija hidroksīda šķīduma.
- 4.13. Bezūdens piridīns, hromatogrāfijas kvalitātes.
- 4.14. Heksametildisilazāns.
- 4.15. Trimetilhlorsilāns.
- 4.16. Alifātisko spirtu (no C<sub>20</sub> līdz C<sub>28</sub>) trimetilsililēteru standartsķīdumi. Tos var pagatavot no tīriem spirtiem brīdī, kad tie ir vajadzīgi lietošanai.
- 4.17. 1-eikozanola 0,1 % (masa/tilp.) šķīdums CHCl<sub>3</sub> (ieکشējais standarts).
- 4.18. Nesējgāzes: ūdeņradis un hēlijs, gāzu hromatogrāfijas kvalitātes.
- 4.19. Palīggāzes:  
— ūdeņradis, gāzu hromatogrāfijas kvalitātes,  
— gaiss, gāzu hromatogrāfijas kvalitātes.

## 5. PROCEDŪRA

- 5.1. Nepārziepjamās vielas pagatavošana.
- 5.1.1. Ar 500 µl mikrosļirci 250 ml apaļdibena kolbā ievada 0,1 % 1-eikozanola šķīduma (var lietot arī 1-eikozanolu) (4.17. punkts) daudzumu, kas satur tādu 1-eikozanola daudzumu, kurš ir aptuveni vienāds ar 10 % no alifātiskā spirta daudzuma, ko satur parauga analīzei ņemtā alikvotā daļa. Piemēram, 5 gramiem parauga pievieno 250 µl 0,1 1-eikozanola šķīduma, ja analizē olīveļļu vai sēklu eļļu, un 1 500 µl, ja analizē olīvu izspaidu eļļu. Zem N<sub>2</sub> iztvaicē iekšējā standarta šķīdumu sausu.
- Tajā pašā kolbā kvantitatīvi nosver aptuveni 5 g sausa nofiltrēta parauga.
- 5.1.2. Pievieno 50 ml 2 N kālija hidroksīda šķīduma etanolā, uzliek dzesinātāju un uz tvaika vannas silda destilācijas aparātu līdz lēnai viršanai, visu laiku maisot, līdz ir notikusi pārziepjošana (šķidrums kļūst dzidrs). Turpina sildīt vēl 20 minūtes un pēc tam caur dzesinātāju pievieno 50 ml destilēta ūdens, dzesinātāju pēc tam atvieno un kolbu atdzesē aptuveni līdz 30 °C.
- 5.1.3. Kolbas saturu kvantitatīvi pārnes 500 ml dalāmajā piltuvē, izmantojot 2 × 25 ml destilēta ūdens. Pievieno 80 ml dietilētera, visu enerģiski krata 30 sekundes un pēc tam atstāj noslāņoties (1. piezīme).
- Apakšā esošo ūdens fāzi pārnes otrā dalāmajā piltuvē. Ūdens fāzi tādā pašā veidā ekstrahē vēl divas reizes, katru reizi izmantojot 60 līdz 70 ml dietilētera.
1. piezīme: emulsiju veidošanos var novērst, pievienojot mazu daudzumu etilspirta vai metilspirta ar pulverizatoru.
- 5.1.4. Dietilētera ekstraktus apvieno dalāmajā piltuvē un mazgā ar destilētu ūdeni (50 ml katru reizi), līdz mazgājamam ūdenim ir neitrāla reakcija.

Ūdens fāzi izlej, dietilētera fāzi žāvē ar bezūdens kālija sulfātu un filtrē iepriekš nosvērtā 250 ml kolbā, dalāmo piltuvī un filtru mazgā ar mazu dietilētera daudzumu, ko pievieno pārējai ētera fāzei.

- 5.1.5. Ēteri, uzmanīgi sildot, iztvaicē līdz dažiem mililitriem, pēc tam žāvē nelielā vakuumā vai slāpekļa straumē; žāvēšanu pabeidz, apmēram 15 minūtes turot žāvēšanas skapī 100 °C temperatūrā, un atlikumu nosver pēc atdzesēšanas eksikatorā.
- 5.2. Spirtu frakcijas sadalīšana.
- 5.2.1. Bāzisko plānslāņa hromatogrāfijas plāksņu (4.4. punkts) sagatavošana: silikagēla plāksnes uz 10 sekundēm pilnīgi iegremdē 0,2 N kālija hidroksīda šķīdumā (4.5. punkts), pēc tam 2 stundas atstāj izžūt velkmē un beidzot uz vienu stundu ievieto žāvēšanas skapī 100 °C temperatūrā.
- Plāksnes izņem no žāvēšanas skapja un glabā eksikatorā uz kalcija hlorīda līdz lietošanai. Tā apstrādātās plāksnes ir jāizlieto divu nedēļu laikā.
2. *piezīme:* ja spirtu frakcijas sadalīšanai izmanto bāziskās silikagēla plāksnes, nepārziepjamās vielas nav jāapstrādā ar  $Al_2O_3$ . Tādā veidā visi skābie savienojumi (taukskābes un pārējie) paliek uz starta līnijas, bet tiek iegūtas gan alifātisko, gan terpēnu spirtu joslas, kas abas skaidri atdalās no sterīnu joslas.
- 5.2.2. Attīstīšanas kamerā apmēram 1 cm dziļā slānī ielej benzola/acetona maisījumu, kuru tilpumu attiecība ir 95:5. Tā vietā var lietot arī heksāna/dietilētera maisījumu, kuru tilpumu attiecība ir 65:35. Kameru aizver un atstāj vismaz uz pusstundu, lai iestātos līdzsvars starp tvaikiem un šķīdumu. Lai samazinātu attīstīšanas laiku aptuveni par trešdaļu un vienmērīgāk eluētu komponentus, kameras iekšējām virsmām var piesiprināt eluentā iemērktu filtrpapīra sloksnes.
3. *piezīme:* lai attīstīšanas apstākļi būtu atkārtojami, attīstīšanas šķīdums katrai analīzei ir jānomaina.
- 5.2.3. Sagatavo aptuveni 5 % nepārziepjamās vielas (5.1.5. punkts) šķīduma hloroformā un ar 100 µl mikrošļirci 0,3 ml šķīduma vienmērīgi uzvelk svītriņā uz hromatogrāfijas plāksnes iespējami plānā slānī, aptuveni 2 cm attālumā no hromatogrāfijas plāksnes apakšējās malas. Starta līnijas turpinājumā uzliek 2 līdz 3 µl alifātisko spirtu standartšķīduma (4.11. punkts) alifātisko spirtu joslas identificēšanai pēc attīstīšanas pabeigšanas.
- 5.2.4. Plāksni ievieto attīstīšanas kamerā, kā norādīts 5.2.2. punktā. Temperatūru saglabā starp 15 un 20 °C. Kameru tūlīt aizver un paraugu atstāj attīstīties, līdz šķīdinātāja robeža ir sasniegusi 1 cm attālumu no plāksnes augšmalas. Tad plāksni izņem no attīstīšanas kameras un izžāvē silta gaisa strāvā vai plāksni uz brīdi atstāj velkmē.
- 5.2.5. Plāksni viegli un vienmērīgi apmiglo ar 2,7-dihlorfluoresceīna šķīdumu. Apskatot plāksni ultravioletajā apgaismojumā, alifātisko spirtu joslu identificē, salīdzinot ar standartšķīduma joslu. Ar melnu zīmuli apzīmē alifātisko spirtu joslu un triterpēnu spirtu joslu, kas ir tieši virs tās.
4. *piezīme:* prasību kopā grupēt alifātisko spirtu joslu un triterpēnu spirtu joslu nosaka iespējamā dažu alifātisko spirtu migrācija triterpēnu spirtu joslā.
- 5.2.6. Apzīmētajā laukumā ietverto silikagēlu noskrāpē ar metāla lāpstiņu. Noņemto materiālu smalki sasmalcina un ievieto stikla filtrā (3.7. punkts), pievieno 10 ml karsta hloroforma, saturu rūpīgi samaisa ar metāla lāpstiņu un nofiltrē vakuumā, filtrātu savācot pudelē (3.8. punkts), kas ir pievienota stikla filtram.
- Atlikumu, kas ir uz filtra, mazgā ar 3 × 10 ml dietilētera un filtrātu savāc tajā pašā filtram pievienotajā pudelē. Filtrātu ietvaicē līdz aptuveni 4 līdz 5 ml tilpumam un atlikušo šķīdumu ielej iepriekš nosvērtā 10 ml mēģenē (3.9. punkts); mēģeni izžāvē, viegli sildot lēnā slāpekļa straumē. Atlikumu no jauna izšķīdina dažos pilienos acetona, vēlreiz izžāvē, pēc tam uz 10 minūtēm ievieto žāvēšanas skapī 105 °C temperatūrā, izņem, atdzesē eksikatorā un nosver.
- Atlikums mēģenē veido spirtu frakciju.
- 5.3. Trimetilsililēteru pagatavošana.
- 5.3.1. Sililēšanas reaktīvu, kas sastāv no piridīna, heksametildisilazāna un trimetilhlorsilāna maisījuma tilpumu attiecībā 9:3:1 (5. piezīme), pievieno mēģenē esošajai spirtu frakcijai proporcijā 50 µl uz katru miligramu spirtu, izvairoties no mitruma absorbcijas (6. piezīme).
5. *piezīme:* pārdošanā ir lietošanai gatavi šķīdumi; silanizējošie reaktīvi, kā N, 0-bis-trimetilsililtrifluoracetamīds + 1 % trimetilhlorsilāns sajaukšanai ar to pašu bezūdens piridīna daudzumu.

- 5.3.2. Mēģeni aizkorķē un neapgriežot uzmanīgi krata, līdz spirti ir izšķīduši. Mēģeni atstāj vismaz uz 15 minūtēm istabas temperatūrā un pēc tam dažas minūtes centrifugē; dzidrais šķīdums ir gatavs hromatogrāfiskai analīzei.

6. *piezīme:* vieglas opalescences veidošanās ir normāla un nerada traucējumus. Baltu pārslu veidošanās vai sāra krāsojuma parādīšanās norāda uz mitruma klātbūtni vai reaktīva sabojāšanos. Šajā gadījumā analīze ir jāatkārto.

- 5.4. Gāzu hromatogrāfiskā analīze.

- 5.4.1. Iepriekšējās darbības un kapilārās kolonnas kondicionēšana.

- 5.4.1.1. Kapilāro kolonnu iemontē gāzu hromatogrāfā, savienojot kolonnas sākumu ar iztvaicētāju, kas ir savienots ar sadales sistēmu, un kolonnas beigas pievienojot detektoram.

Izdara gāzu hromatogrāfijas iekārtas vispārējo pārbaudi (pārbauda gāzes ievadierīces, detektora efektivitāti, sadales un reģistrējošās sistēmas efektivitāti u. c.).

- 5.4.1.2. Pirms pirmās lietošanas kapilārās kolonnas kondicionē. Nesējgāzi nelielā plūsmā laiž cauri kapilārajai kolonnai, pēc tam ieslēdz gāzu hromatogrāfijas iekārtu un pakāpeniski uzsilda, līdz ir sasniegta temperatūra, kas ir vismaz 20 °C virs darba temperatūras (sk. 7. piezīmi). Šo temperatūru saglabā vismaz divas stundas, pēc tam iekārtu noregulē darba apstākļiem (noregulē gāzes plūsmu un liesmas dalījumu aizdedzei, pievieno elektroniskajai reģistrēšanas iekārtai, pieskaņo kapilārās kolonnas krāsns temperatūru, detektoru un injektoru) un izvēlas jutību, kas ir vismaz divreiz augstāka nekā analīzes izdarīšanai paredzētais augstākais līmenis. Nulles līnijai jābūt lineārai, bez jebkādiem izsitieniem, un tā nekādā mērā nedrīkst novirzīties.

Negatīvas taisnvirziena novirzes norāda uz neblīviem kolonnas pievienojumiem, bet pozitīvas novirzes norāda uz nepietiekami kondicionētu kolonnu.

7. *piezīme:* kondicionēšanas temperatūrai jābūt vismaz par 20 °C zemākai nekā lietojamai šķidrājai fāzei paredzētajai maksimālajai temperatūrai.

- 5.4.2. Darba nosacījumu izvēle.

- 5.4.2.1. Parastie darba nosacījumi ir šādi:

- kolonnas temperatūra: sākuma izotermu nostāda uz astoņām minūtēm 180 °C temperatūrā, pēc tam programmē 5 °C/minūtē līdz 260 °C un vēl 15 minūtes 260 °C temperatūrā,
- iztvaicētāja temperatūra: 280 °C,
- detektora temperatūra: 290 °C,
- nesējgāzes lineārais ātrums hēlijam 20 līdz 35 cm/s, ūdeņradim 30 līdz 50 cm/s,
- dalījuma attiecība: 1:50 līdz 1:100,
- aparāta jutība: 4 līdz 16 reizu lielāka par minimālo jutības pārslēgumu,
- reģistrēšanas jutība: 1 līdz 2 mV fs,
- papīra ātrums: 30 līdz 60 cm/h,
- iesļircinātās vielas daudzums: 0,5 līdz 1 µl TMSE šķīduma.

Iepriekš minētos apstākļus var mainīt saskaņā ar kolonnas un gāzu hromatogrāfa īpašībām, lai iegūtu hromatogrammas, kas atbilst šādiem nosacījumiem:

- spirta C<sub>26</sub> aiztures laiks ir 18 ± 5 minūtes,
- spirta C<sub>22</sub> pīķis ir 80 ± 20 % no visas skalas olīveļļai un 40 ± 20 % no visas skalas sēklu eļļai.

- 5.4.2.2. Atbilstību iepriekš minētām prasībām pārbauda, atkārtoti iesļircinot spirtu TMSE standartmaisījumu, un darba nosacījumus pieskaņo, lai iegūtu iespējami labākos rezultātus.

- 5.4.2.3. Pīķu integrēšanas parametrus izvēlas tā, lai iegūtu pareizu attiecīgo pīķu laukumu novērtējumu.

- 5.4.3. Analīzes izpilde.

- 5.4.3.1. 10 µl mikrosļircē ieviel 1 µl heksāna, pēc tam ieviel 0,5 µl gaisa un beidzot 0,5 līdz 1 µl parauga šķīduma; mikrosļirces virzuli paceļ, lai iztukšotu šļirces adatu.

Adatu izdur caur injicēšanas sistēmas blīvi, pēc vienas vai divām sekundēm ātri iesļircina šķīdumu un aptuveni pēc piecām sekundēm adatu lēni izvelk.

- 5.4.3.2. Hromatogrammu reģistrē, līdz klātesošo spirtu TMSE ir pilnīgi eluēti. Nulles līnijai vienmēr ir jāatbilst 5.4.1.2. punkta prasībām.

- 5.4.4. Pīķu identifikācija.

Individuālos pīķus identificē pēc aiztures laikiem un salīdzina ar TMSE standartmaisījumu, kas analizēts tādos pašos apstākļos.

Neapstrādātas olīveļļas spirtu frakcijas hromatogramma ir parādīta 1. zīmējumā.

- 5.4.5. Kvantitatīvais novērtējums.

- 5.4.5.1. Alifātisko spirtu C<sub>22</sub> līdz C<sub>28</sub> un 1-eikozanola pīķu laukumus aprēķina, elektroniski integrējot.

5.4.5.2. Katra spirta koncentrāciju, kas izteikta mg/100 g taukus saturošās vielas, aprēķina šādi:

$$\text{spirts } x = \frac{A_x \cdot m_s \cdot 100}{A_s \cdot m}$$

kur:

$A_x$  = spirta x pīķa laukums kvadrātmilimetros;

$A_s$  = 1-eikozanola pīķa laukums kvadrātmilimetros;

$m_s$  = 1-eikozanola masa miligramos;

$m$  = noteikšanai ņemtā parauga masa gramos.

## 6. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

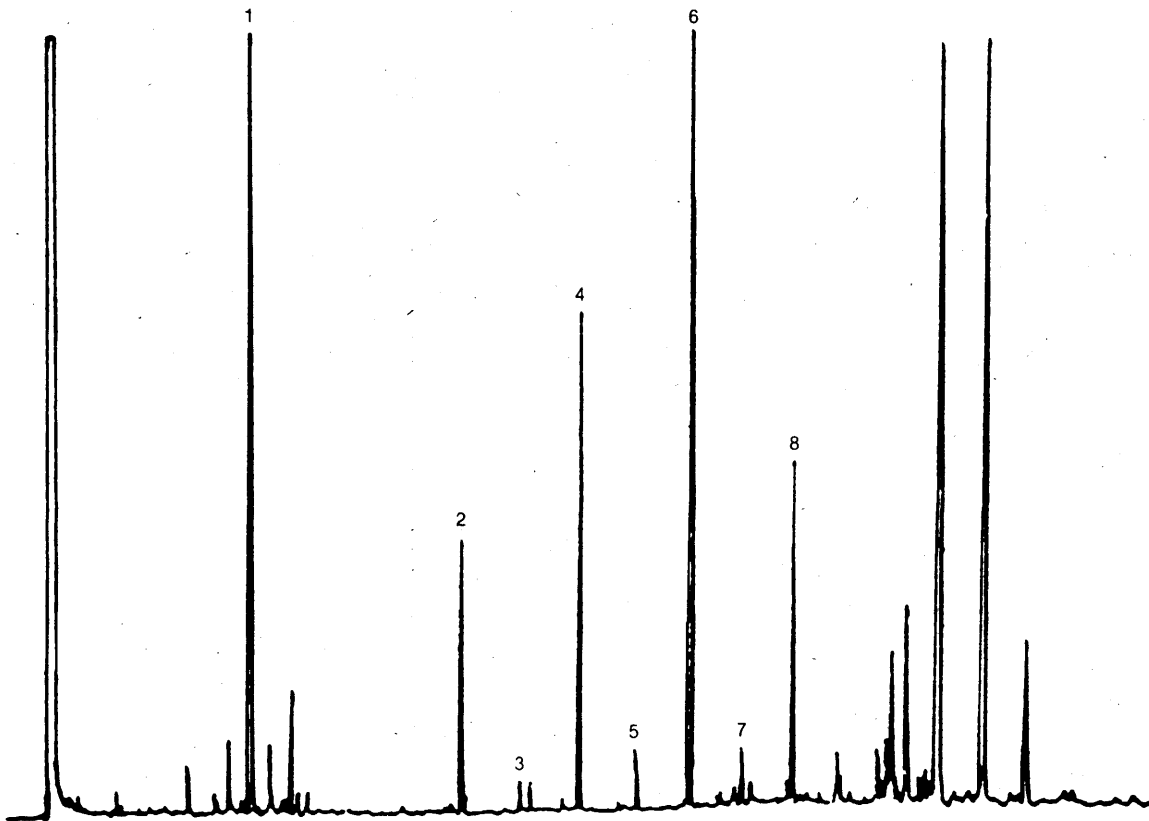
Individuālo alifātisko spirtu koncentrāciju izsaka mg/100 g taukus saturošās vielas un uzdod "kopējo alifātisko spirtu" summu.

### PIELIKUMA PAPILDINĀJUMS

#### Gāzes lineārā ātruma noteikšana

1 līdz 3  $\mu$ l metāna vai propāna iešļircina gāzu hromatogrāfā, kam ir uzstādīti parastie darba apstākļi, un ar hronometru uzņem laiku, kas ir vajadzīgs, lai metāns vai propāns izietu cauri kolonnai no iešļircināšanas mirkļa līdz pīķa iznākšanas mirklim ( $t_M$ ).

Lineāro ātrumu izrēķina kā  $L/t_M$ , kur  $L$  ir kolonnas garums centimetros un  $t_M$  ir laiks sekundēs, kas izmērīts ar hronometru.



1. zīmējums. Neapstrādātas olīveļļas spirtu frakcijas hromatogramma.

1 = eikozanols (SI),

2 = dekozanols,

3 = trikozanols,

4 = tetrakozanols,

5 = pentakozanols,

6 = heksakozanols,

7 = heptakozanols,

8 = oktakozanols.

## V PIELIKUMS

**STERĪNU SASTĀVA UN KONCENTRĀCIJAS NOTEIKŠANA, IZMANTOJOT GĀZU  
HROMATOGRĀFIJU AR KAPILĀRO KOLONNU**

1. DARBĪBAS JOMA  
Metode apraksta individuālo un kopējo sterīnu satura noteikšanu taukus saturošās vielās.
2. METODES PRINCIPS  
Taukus saturoso vielu, pieliekot a-holestanolu kā iekšējo standartu, pārziepjo ar kālija hidroksīda šķīdumu etanolā un pēc tam nepārziepjo to daļu ekstrahē ar dietilēteri.  
  
Sterīnu frakciju atdala no nepārziepjojamā ekstrakta ar hromatogrāfiju uz bāziska silikagēla plāksnes. No silikagēla reģenerētos sterīnus pārveido trimetilsililēteros un analizē ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfiju.
3. APARATŪRA
  - 3.1. 250 ml kolba ar pieslēpētu savienojumu, aprīkota ar atteces dzesinātāju.
  - 3.2. 500 ml dalāmās piltuves.
  - 3.3. 250 ml kolbas.
  - 3.4. Komplekts analīzei ar plānslāņa hromatogrāfiju, izmantojot 20 × 20 cm stikla plāksnes.
  - 3.5. Ultravioletā spuldze ar viļņa garumu 366 vai 254 nm.
  - 3.6. 100 µl un 500 µl mikrošļirces.
  - 3.7. Cilindriskais poraina stikla filtrs G 3 (porainība 15 līdz 40 µm), aptuveni 5 cm augsts un aptuveni ar 2 cm diametru, piemērots filtrēšanai pazeminātā spiedienā, ar 12/21 ārējo pieslēpējumu.
  - 3.8. 50 ml vakuumpudele ar 12/21 iekšējo pieslēpējumu aprīkošanai ar stikla filtru (3.7. punkts).
  - 3.9. 10 ml mēģene ar konisku apakšu un aizbāzni.
  - 3.10. Ar sadales sistēmu aprīkots gāzu hromatogrāfs ar kapilāro kolonnu, kura sastāvdaļas ir šādas:
    - 3.10.1. termostatējama kamera kolonnu vēlamās temperatūras uzturēšanai ar precizitāti līdz ± 1 °C;
    - 3.10.2. termostatējama iztvaicēšanas iekārta (inžektors) ar silanizētu stikla iztvaicētāju;
    - 3.10.3. liesmas jonizācijas detektors un pārveidotājs/pastiprinātājs;
    - 3.10.4. reģistrējošā iekārta/integrators ar atbildes laiku ne lielāku par vienu sekundi un ar maināmu papīra ātrumu darbam ar pārveidotāju/pastiprinātāju (3.10.3. punkts).
  - 3.11. 20 līdz 30 m gara stikla vai kvarca kapilārā kolonna ar iekšējo diametru 0,25 līdz 0,32 mm, pilnīgi pārklāta ar vienāda biezuma SE-52 vai SE-54 vai ar līdzvērtīgu šķidro fāzi, kuras slāņa biezums ir starp 0,10 un 0,30 µm.
  - 3.12. Mikrošļirce gāzu hromatogrāfijai ar 10 µl tilpumu un rūdītu adatu.
4. REAKTĪVI
  - 4.1. Kālija hidroksīds, aptuveni 2 N etanola šķīduma. 130 g kālija hidroksīda (minimālā koncentrācija 85 %) dzesējot izšķīdina 200 ml destilēta ūdens, pēc tam uzpilda ar etanolu līdz vienam litram. Šķīdumu glabā cieši noslēgtās tumša stikla pudelēs.



- 4.2. Dietilēteris, analītiskas tīrības.
- 4.3. Bezūdens nātrija sulfāts, analītiskas tīrības.
- 4.4. Stikla plāksnes, pārklātas ar silikagēlu, bez fluorescences indikatora, 0,25 mm biezas (var iegādāties tirdzniecībā, lietošanai gatavas).
- 4.5. Kālija hidroksīds, 0,2 N etanola šķīduma. 13 g kālija hidroksīda izšķīdina 20 ml destilēta ūdens un uzpilda ar etanolu līdz vienam litram.
- 4.6. Benzols, hromatogrāfijas kvalitātes. (sk. 5.2.2. punktu).
- 4.7. Acetons, hromatogrāfijas kvalitātes. (sk. 5.2.2. punktu).
- 4.8. Heksāns, hromatogrāfijas kvalitātes. (sk. 5.2.2. punktu).
- 4.9. Dietilēteris, hromatogrāfijas kvalitātes. (sk. 5.2.2. punktu).
- 4.10. Hloroforms, analītiskas tīrības. (sk. 5.2.2. punktu).
- 4.11. Standartsķīdums plānslāņa hromatogrāfijai: holesterīns vai fitosterīni, 5 % šķīdums hloroformā.
- 4.12. 2,7-dihlorfluoresceīna 0,2 % šķīdums etanolā. To padara nedaudz bāzisku, pievienojot dažus pilienus 2 N kālija hidroksīda šķīduma spirtā.
- 4.13. Bezūdens piridīns, hromatogrāfijas kvalitātes.
- 4.14. Heksametildisilazāns.
- 4.15. Trimetilhlorsilāns.
- 4.16. Sterīnu trimetilsililēteru standartšķīdumi. Tos pagatavo pirms lietošanas no tīriem sterīniem vai sterīnu maisījumiem, kas iegūti no sterīnus saturošām eļļām.
- 4.17.  $\alpha$ -holestanols, 0,2 % šķīdums (masa/tilp.) hloroformā (iekšējais standarts).
- 4.18. Nesējgāzes: ūdeņradis vai hēlijs, gāzu hromatogrāfijas tīrības.
- 4.19. Palīgāzes:  
— ūdeņradis, gāzu hromatogrāfijas tīrības,  
— gaiss, gāzu hromatogrāfijas tīrības.

## 5. PROCEDŪRA

- 5.1. Nepārziepjamās vielas pagatavošana.
- 5.1.1. Ar 500  $\mu$ l mikrošļirci 250 ml kolbā ievada tādu daudzumu 0,2 %  $\alpha$ -holestanola šķīduma hloroformā (4.17), kas satur holestanola daudzumu, kurš atbilst aptuveni 10 % no noteikšanai ņemtā parauga alikvotās daļas. Piemēram, olīveļļas gadījumā uz 5 g parauga pievieno 500  $\mu$ l 0,2 %  $\alpha$ -holestanola šķīduma un sēklu eļļas vai olīvu izspaidu eļļas gadījumā pievieno 1 500  $\mu$ l.
- Slāpekļa strauvē iztvaicē sausu un pēc tam tajā pašā kolbā precīzi nosver 5 g sausa nofiltrēta parauga.
- Dzīvnieku vai augu eļļas un tauki, kas satur nozīmīgus holesterīna daudzumus, var uzrādīt pīķus ar aiztures laikiem, kas ir identiski holestanola aiztures laikam. Tādā gadījumā sterīnu frakcija ir jāanalizē divreiz — ar iekšējo standartu un bez tā.
- 5.1.2. Pievieno 50 ml 2 N kālija hidroksīda šķīduma etanolā, uzliek atteces dzesinātāju un silda līdz lēnai viršanai uz ūdens vannas, visu laiku enerģiski maisot, līdz ir notikusi pārziepjošana (šķīdums kļūst dzidrs). Turpina sildīt 20 minūtes, pēc tam caur dzesinātāja augšgalu pievieno 50 ml destilēta ūdens, atvieno dzesinātāju un atdzesē kolbu aptuveni līdz 30 °C.
- 5.1.3. Kolbas saturu kvantitatīvi pārnes 500 ml dalāmajā piltuvē, vairākas reizes apskalojot ar destilētu ūdeni, kura kopējais daudzums ir aptuveni 50 ml. Pievieno aptuveni 80 ml dietilētera, enerģiski krata aptuveni 30 sekundes un ļauj noslāņoties (1. piezīme).
- Atdala apakšējo ūdens fāzi, savācot to citā dalāmajā piltuvē. Tieši tāpat ūdens fāzi ekstrahē vēl divas reizes, katrai ekstrakcijai izlietojot 60 līdz 70 ml dietilētera.

1. piezīme: radušos emulsiju var likvidēt, pievienojot nedaudz etilspirta vai metilspirta ar pulverizatoru.

- 5.1.4. Dietilētera ekstraktus apvieno dalāmajā piltuvē un mazgā ar destilētu ūdeni (50 ml katru reizi), līdz mazgājamam ūdenim ir neitrāla reakcija.
- Kad mazgājamais ūdens ir aizvadīts, ētera fāzi žāvē ar bezūdens nātrija sulfātu un nofiltrē uz bezūdens nātrija sulfāta iepriekš nosvērtā 250 ml kolbā, mazgājot dalāmo piltuvi un filtru ar mazu daudzumu dietilētera.
- 5.1.5. Ēteri destilē līdz dažiem ml, tad nelielā vakuumā vai slāpekļa straumē izžāvē sausu, žāvēšanu veic aptuveni 15 minūtes žāvēšanas skapī 100 °C temperatūrā, atdzesē eksikatorā un pēc tam nosver.
- 5.2. Sterīnu frakcijas atdalīšana.
- 5.2.1. Bāzisko plākšņu sagatavošana. Silikagēla plāksnes (4.4) uz 10 sekundēm pilnīgi iegremdē 0,2 N kālija hidroksīda šķīdumā etanolā (4.5. punkts), pēc tam divas stundas atstāj izžūt velkmē un beidzot uz vienu stundu ieliek žāvēšanas skapī 100 °C temperatūrā.
- Izņem no žāvēšanas skapja un glabā eksikatorā uz kalcija hlorīda līdz lietošanai (šādi apstrādātas plāksnes ir jāizlieto 15 dienu laikā).
2. piezīme: ja sterīnu frakcijas atdalīšanai izmanto bāziskā silikagēla plāksnes, nepārziepjamojām vielas nav jāapstrādā ar alumīnija oksīdu. Visi savienojumi ar skābju īpašībām (taukskābes un pārējie) tādā veidā paliek uz starta līnijas un sterīnu josla labi atdalās no alifātisko un triterpēnu spirtu joslas.
- 5.2.2. Plākšņu attīstīšanas kamerā ielej benzola/acetona maisījumu, kuru tilpumu attiecība ir 95:5, aptuveni 1 cm biezā slānī. Var lietot arī heksāna/dietilētera maisījumu, kuru tilpumu attiecība ir 65:35. Noslēdz kameru ar piemērotu vāku un atstāj aptuveni pusstundu, lai iestātos šķīduma/tvaiku līdzsvars. Kamearas iekšējām virsmām var piestiprināt filtrpapīra sloksnes, kas iemērkta eluentā. Tas aptuveni par trešo daļu samazina attīstīšanas laiku un izraisa komponentu vienmērīgāku eluēšanu.
3. piezīme: lai sasniegtu pilnīgi atkārtojamus eluēšanas apstākļus, attīstīšanas maisījums katrai analīzei ir jānomaina.
- 5.2.3. Pagatavo aptuveni 5 % nepārziepjamo vielu (5.1.5. punkts) šķīdumu hloroformā un ar 100 µl mikrošļirci uzvelk uz hromatogrāfijas plāksnes (5.2.1. punkts) iespējami tievu un vienādu svītru, aptuveni 2 cm atstatumā no viena gala, izlietojot 0,3 ml. Vienā līnijā ar šo svītru uzliek 2 līdz 3 ml sterīnu standartšķīduma (4.11. punkts) vienā plāksnes galā tā, lai sterīnu joslu varētu pēc attīstīšanas identificēt.
- 5.2.4. Plāksni ievieto attīstīšanas kamerā, kas ir sagatavota, kā noteikts 5.2.2. punktā. Vides temperatūrai jābūt starp 15 un 20 °C. Kameru tūlīt noslēdz ar vāku un atstāj eluēties, līdz šķīdinātāja līnija sasniedz aptuveni 1 cm no plāksnes augšējās malas. Plāksni izņem no attīstīšanas kameras un iztvaicē šķīdinātāju karsta gaisa plūsmā vai neilgu laiku atstāj plāksni velkmē.
- 5.2.5. Plāksni viegli un vienmērīgi apsmidzina ar 2,7-dihlorfluoresceīna šķīdumu. Aplūkojot plāksni ultravioletajā apgaismojumā, sterīnu joslu var identificēt pēc tā, ka tā ir vienā līnijā ar plankumu, kas ir iegūts no standartšķīduma. Joslas robežas apkārt fluorescējošajam plankumam apzīmē ar melnu zīmuli.
- 5.2.6. Ar metāla lāpstiņu noskrāpē silikagēlu apzīmētajā laukumā. Smalki sadrupināto noņemto materiālu novieto uz stikla filtra (3.7. punkts). Pievieno 10 ml karsta hloroforma, rūpīgi samaisa ar metāla lāpstiņu un vakuumā nofiltrē, savācot filtrātu stikla filtram pievienotajā vakuumpudelē (3.8. punkts).
- Nogulsnes trīs reizes uz filtra mazgā ar dietilēteri (katru reizi aptuveni 10 ml), filtrātu savācot tajā pašā filtram pievienotajā vakuumpudelē. Filtrātu ietvaicē līdz 4 līdz 5 ml tilpumam, atlikušo šķīdumu pārnes iepriekš nosvērtā 10 ml mēģenē (3.9. punkts), viegli sildot lēnā slāpekļa straumē, to iztvaicē sausu, vēlreiz uzpilda dažus pilienus acetona, atkal izžāvē sausu, ievieto žāvēšanas skapī 105 °C temperatūrā aptuveni uz 10 minūtēm, pēc tam ļauj eksikatorā atdzist un nosver.
- Mēģenē esošās nogulsnes sastāv no sterīnu frakcijas.
- 5.3. Trimetilsililēteru pagatavošana.
- 5.3.1. Mēģenes saturam, kas ir sterīnu frakcija, pievieno sililēšanas reaktīvu, kas sastāv no piridīna/heksametildisilazāna/trimetilhlorsilāna maisījuma, kuru tilpumu attiecība ir 9:3:1 (4. piezīme), pa 50 µl uz katru miligramu sterīnu.
4. piezīme: lietošanai gatavi šķīdumi ir pieejami tirdzniecībā. Ir pieejami arī citi silanizēšanas reaktīvi, tādi kā, piemēram, 0-bis-trimetilsililtri fluoracetamīds ar 1 % trimetilhlorsilānu, kas ir jāatskaida ar vienādu tilpumu bezūdens piridīna.

- 5.3.2. Mēģeni aizkorķē, rūpīgi krata (bez apgrīšanas), līdz sterīni ir pilnīgi izšķīduši. Atstāj vismaz 15 minūtes istabas temperatūrā, pēc tam dažas minūtes centrifugē. Dzidrais šķīdums ir gatavs gāzu hromatogrāfiskai analīzei.
5. *piezīme:* viegla opalescence, kas var veidoties, ir parasta un nerada traucējumus. Baltu pārslu veidošanās vai sārta krāsojuma parādīšanās norāda uz mitruma klātbūtni vai reaktīva sabojāšanos. Ja tā notiek, analīze ir jāatkārto.
- 5.4. Gāzu hromatogrāfiskā analīze.
- 5.4.1. Iepriekšējās darbības, kolonnas pakošana.
- 5.4.1.1. Kolonnu iemontē gāzu hromatogrāfā, pievienojot ieejas galu iztvaicētājam, kas ir pievienots plūsmas sadales sistēmai, un pievienojot izejas galu detektoram.
- Izdara vispārējās gāzu hromatogrāfa iekārtas pārbaudes (noplūdes no gāzu līnijām, detektora efektivitāti, plūsmas dalīšanas sistēmas un reģistrējošās sistēmas efektivitāti utt.).
- 5.4.1.2. Ja kolonnu lieto pirmoreiz, ir ieteicams to kondicionēt. Laiž lēnu gāzes plūsmu cauri kolonnai, pēc tam ieslēdz gāzu hromatogrāfu un pakāpeniski uzsilda līdz temperatūrai, kas ir vismaz 20 °C virs darba temperatūras (6. piezīme). Saglabā šo temperatūru vismaz divas stundas, pēc tam visu iekārtu noregulē darba režīmā (noregulē gāzu plūsmas un dalīšanu, liesmas degšanu, savienojumu ar elektronisko reģistrācijas iekārtu, kolonnas kameras temperatūru, detektoru un inžektoru), pēc tam reģistrē signālu, ņemot vērā jutību, kas ir vismaz divas reizes lielāka par analīzei paredzēto temperatūru. Nulles līnijai ir jābūt lineārai, bez jebkādiem pīķiem, un tā nedrīkst nobīdīties.
- Negatīva taisna līnija norāda uz noplūdēm kolonnas pievienojumu vietās; pozitīva nobīde norāda uz neatbilstīgu kolonnas kondicionēšanu.
6. *piezīme:* kondicionēšanas temperatūrai jābūt vismaz par 20 °C zemākai nekā lietojamai stacionārai fāzei paredzētajai maksimālajai temperatūrai.
- 5.4.2. Darba apstākļu izvēle.
- 5.4.2.1. Norādījumi par darba apstākļiem ir šādi:
- kolonnas temperatūra: 260 ± 5 °C,
  - iztvaicētāja temperatūra: 280 °C,
  - detektora temperatūra: 290 °C,
  - nesējgāzes lineārais ātrums: hēlijam 20 līdz 35 cm/s, ūdeņradim 30 līdz 50 cm/s,
  - dalījuma attiecība: 1:50 līdz 1:100,
  - iekārtas jutība: 4 līdz 16 reižu lielāka par mazāko pārslēdzamo jutību,
  - reģistrēšanas jutība: 1 līdz 2 mV f.s.,
  - papīra ātrums: 30 līdz 60 cm/h,
  - iesļircinātās vielas daudzums: 0,5 līdz 1 μl TMSE šķīduma.
- Šie apstākļi var mainīties atkarībā no kolonnas un gāzu hromatogrāfa īpašībām tā, lai iegūtu hromatogrammas, kas atbilst šādām prasībām:
- β-sitosterīna aiztures laikam jābūt 20 ± 5 minūtes,
  - kampesterīna pīķim jābūt: olīveļļai (vidējais saturs 3 %) 15 ± 5 % no visas skalas; sojas eļļai (vidējais saturs 20 %) 80 ± 10 % no visas skalas,
  - visiem klātesošiem sterīniem jābūt atdalītiem. Turklāt vienlaikus, pīķiem esot atdalītiem, tiem ir jābūt izšķirti, t.i., pīķa līnijai ir jāatgriežas uz nulles līnijas, pirms sāk veidoties jauns pīķis. Nepilnīgu izšķiršanu tomēr var pieciest ar nosacījumu, ka pīķi ar relatīvo aiztures laiku TRR 1,02 var kvantitatīvi noteikt, izmantojot perpendikulu.
- 5.4.3. Analītiskā procedūra.
- 5.4.3.1. 10 ml mikrošļircē ievieļ 1 μl heksāna, pēc tam ievieļ 0,5 μl gaisa un beidzot 0,5 līdz 1 μl parauga šķīduma. Paceļ šļircēs virzuli, lai iztukšotu adatu. Izdūr adatu cauri iesļircināšanas iekārtas membrānai un pēc vienas vai divām sekundēm strauji iesļircina, pēc apmēram piecām sekundēm lēni izvelk adatu.
- 5.4.3.2. Turpina reģistrēt, līdz klātesošie sterīnu TMSE ir pilnīgi eluēti.
- Nulles līnijai visu laiku ir jāatbilst prasībām (5.4.1.2. punkts).
- 5.4.4. Pīķu identificēšana.
- Individuālos pīķus identificē, pamatojoties uz aiztures laikiem un salīdzinot ar sterīnu TMSE maisījumiem, kas analizēti, ņemot vērā tādus pašus nosacījumus.
- Sterīni eluējas šādā secībā: holesterīns, brasikasterīns, 24-metilenholesterīns, kampesterīns, kampestanols, stigmasterīns, Δ7-kampesterīns, Δ5,23-stigmastadienols, klerosterīns, b-sitosterīns, sitostanols, Δ5-avenasterīns, Δ5,24-stigmastadienols, Δ7-sigmastenols, Δ7-avenasterīns.

Sitosterīna aiztures laiki SE-52 un SE-54 kolonnās ir parādīti 1. tabulā.

1. un 2. zīmējumā parādītas dažu eļļu raksturīgas hromatogrammas.

5.4.5. Kvantitatīvā novērtēšana.

5.4.5.1. Izmantojot integratoru, aprēķina  $\alpha$ -holestanola un sterīnu pīķu laukumus. Savienojumu pīķus, kas nav ietverti 1. tabulā, neņem vērā. Atbildes signāla koeficientam  $\alpha$ -holestanolam ir jābūt vienādam ar 1.

5.4.5.2. Katra individuālā sterīna koncentrāciju mg/100 g taukus saturošās vielas aprēķina šādi:

$$\text{sterīns } x = \frac{A_x \cdot m_s \cdot 100}{A_s \cdot m}$$

kur:

$A_x$  = sterīna  $x$  pīķa laukums kvadrātmilimetros;

$A_s$  =  $\alpha$ -holestanola pīķa laukums kvadrātmilimetros;

$m_s$  = pievienotā  $\alpha$ -holestanola masa miligramos;

$m$  = noteikšanai ņemtā parauga masa gramos.

6. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

6.1. Individuālo sterīnu koncentrācijas uzdod kā mg/100 g taukus saturošās vielas un to summu — kā "kopējos sterīnus".

6.2. Katra individuālā sterīna procentus aprēķina pēc attiecīgā pīķa laukuma attiecības pret sterīnu kopējo pīķu laukumu.

$$\text{sterīna } x \% = \frac{A_x}{\sum A} \cdot 100$$

kur:

$A_x$  = sterīna  $x$  pīķa laukums;

$\sum A$  = kopejais sterīnu pīķu laukums.

#### PIELIKUMA PAPILDINĀJUMS

##### Gāzes lineārā ātruma noteikšana

Gāzu hromatogrāfā, kas noregulēts atbilstīgi parastajiem darba apstākļiem, iešļircina 1 līdz 3 ml metāna (vai propāna) un izmēra laiku, kādā gāze iziet caur kolonnu no iešļircināšanas mirkļa līdz pīķa parādīšanās mirklim ( $t_M$ ).

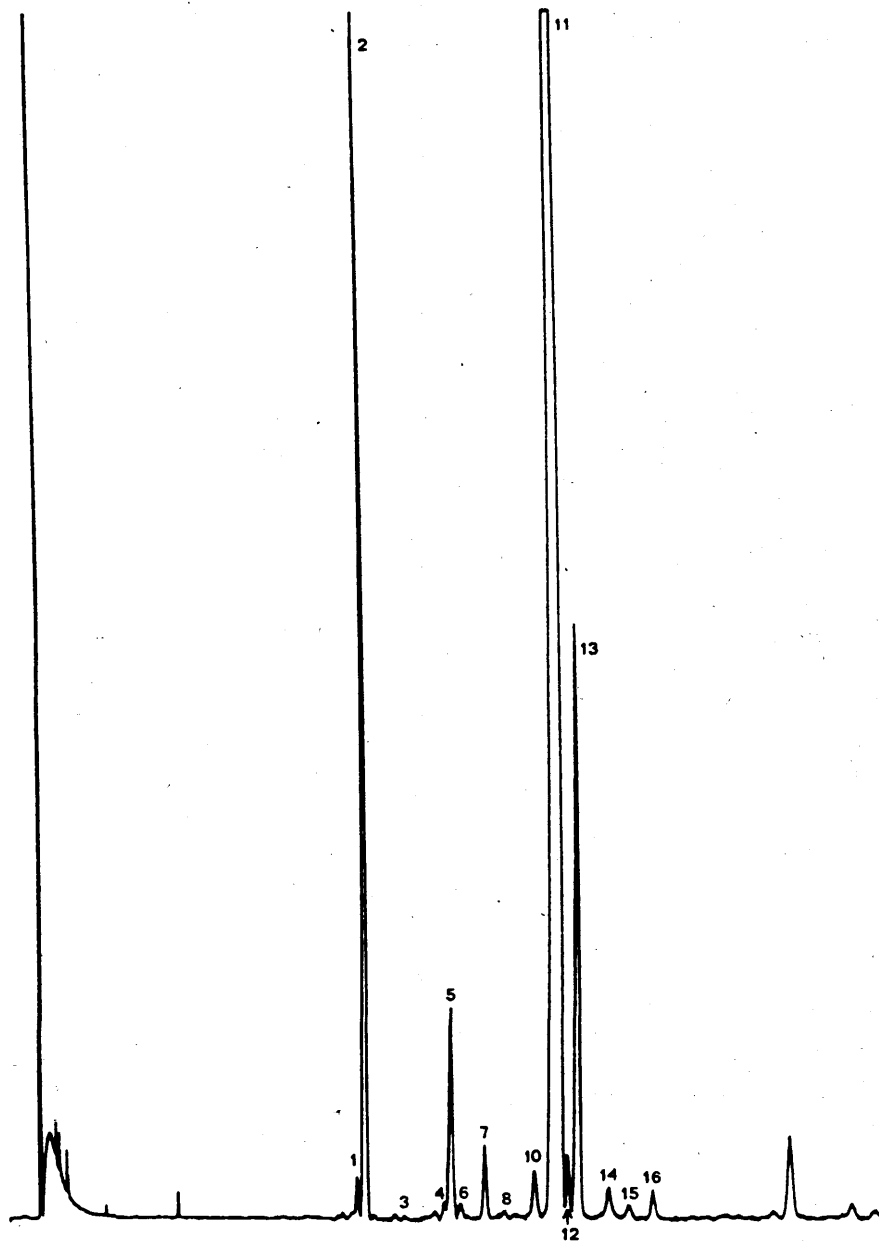
Lineāro ātrumu izrēķina kā  $L/t_M$ , kur  $L$  ir kolonnas garums centimetros un  $t_M$  ir laiks sekundēs, kas izmērīts ar hromometru.

## 1. tabula

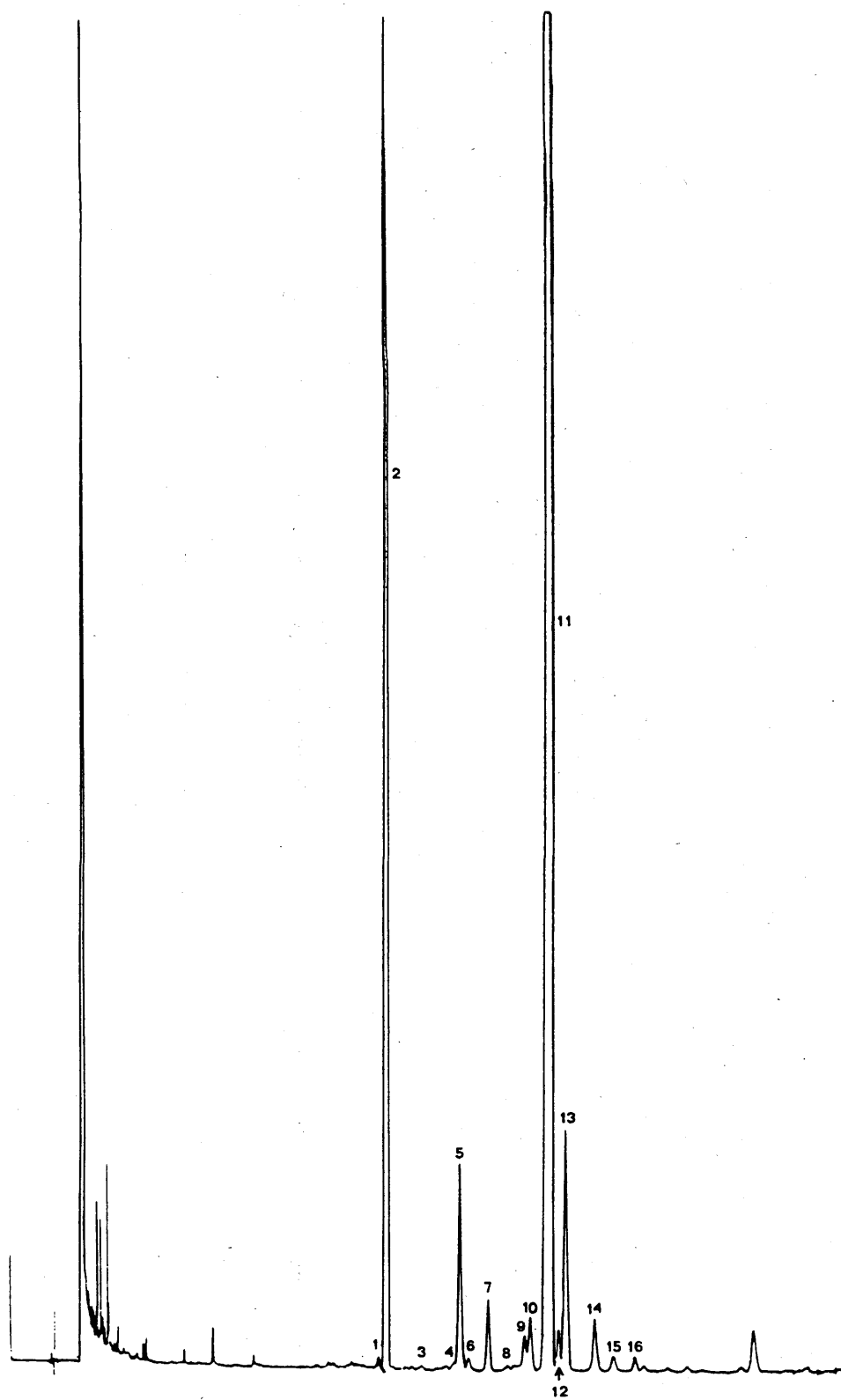
Sterīnu relatīvie aiztures laiki

Pīķis	Identifikācija		Relatīvie aiztures laiki	
			SE 54 kolonna	SE 52 kolonna
1.	holesterīns	$\Delta$ -5-holesten-3 $\beta$ -ols	0,67	0,63
2.	holestanols	5 $\alpha$ -holestan-3 $\beta$ -ols	0,68	0,64
3.	brasikasterīns	[24S]-24-metil- $\Delta$ -5,22-holestadien-3 $\beta$ -ols	0,73	0,71
4.	24-metilēnholesterīns	24-metilen- $\Delta$ -5,24-holesten-3 $\beta$ -ols	0,82	0,80
5.	kampesterīns	[24R]-24-metil- $\Delta$ -5-holesten-3 $\beta$ -ols	0,83	0,81
6.	kampestanols	[24R]-24-metil-holestan-3 $\beta$ -ols	0,85	0,82
7.	stigmasterīns	[24R]-24-etil- $\Delta$ -5,22-holestadien-3 $\beta$ -ols	0,88	0,87
8.	$\Delta$ -7-kampesterīns	[24R]-24-metil- $\Delta$ -7-holesten-3 $\beta$ -ols	0,93	0,92
9.	$\Delta$ -5,23-stigmastadienols	[24R, S]-24-etil- $\Delta$ -5,23-holestadien-3 $\beta$ -ols	0,95	0,95
10.	klerosterīns	[24S]-24-etil- $\Delta$ -5,25-holastadien-3 $\beta$ -ols	0,96	0,96
11.	$\beta$ -sitosterīns	[24R]-24-etil- $\Delta$ -5-holestan-3 $\beta$ -ols	1,00	1,00
12.	sitostanols	24-etil-holestan-3 $\beta$ -ols	1,02	1,02
13.	$\Delta$ -5-avenasterīns	[24Z]-24-etiliden-5-holesten-3 $\beta$ -ols	1,03	1,03
14.	$\Delta$ -5,24-stigmastadienols	[24R, S]-24-etil- $\Delta$ -5,24-holestadien-3 $\beta$ -ols	1,08	1,08
15.	$\Delta$ -7-stigmastenols	[24R, S]-24-etil- $\Delta$ -7,24-holestadien-3 $\beta$ -ols	1,12	1,12
16.	$\Delta$ -7-avenasterīns	[24Z]-24-etiliden- $\Delta$ -7-holesten-3 $\beta$ -ols	1,16	1,16

## 1. zīmējums

*Nerafinētas olīveļļas sterīnu frakcijas gāzu hromatogramma*

## 2. zīmējums

*Rafinētas olīveļļas sterīnu frakcijas gāzu hromatogramma*

## VI PIELIKUMS

## ERITRODIOLA UN UVAOLA NOTEIKŠANA

## IEVADS

Eritrodiols (parasti ar to saprot abus glikolus — eritrodiolu un uvaolu — kopā) ir nepārziepjamās frakcijas sastāvdaļa, kas raksturīga dažu veidu taukus saturošām vielām. To ievērojami lielākās koncentrācijās atrod ar šķīdinātājiem ekstrahētā olīveļļā nekā citās eļļās, tādās kā spiestā olīveļļā un vīnogu kauliņu eļļā, kas arī to satur, un tādējādi eritrodiola klātbūtne var uzrādīt ar šķīdinātājiem ekstrahētas olīveļļas klātbūtni.

## 1. DARBĪBAS JOMA

Metode apraksta procedūru eritrodiola noteikšanai taukus saturošās vielās.

## 2. METODES PRINCIPS

Taukus saturošo vielu pārziepjo ar kālija hidroksīdu etanola šķīdumā. Nepārziepājamo frakciju pēc tam ekstrahē ar dietilēteri un tīra, laižot caur alumīnija oksīda kolonnā.

Nepārziepjamām vielām izdara plānslāņa hromatogrāfiju uz silikagēla plāksnes, līdz atdalās joslas, kas atbilst sterīnu un eritrodiola frakcijām. No plāksnes atpakaļiegūtos sterīnus un eritrodiolu pārvērš trimetilsililēteros un maisījumu analizē ar gāzu hromatogrāfiju.

Rezultātus izsaka eritrodiola procentos eritrodiola un sterīnu maisījumā.

## 3. APARATŪRA

## 3.1. V pielikumā (sterīnu satura noteikšana) aprakstītā aparatūra.

## 4. REAKTĪVI

## 4.1. V pielikumā (sterīnu satura noteikšana) aprakstītie reaktīvi.

## 4.2. Eritrodiola standartšķīdums, 0,5 % šķīdums hloroformā.

## 5. PROCEDŪRA

5.1. **Nepārziepjamās vielas pagatavošana**

Kā aprakstīts V pielikuma 5.1.2. punktā.

5.2. **Eritrodiola un sterīnu atdalīšana**

## 5.2.1. Sk. V pielikuma 5.2.1. punktu.

## 5.2.2. Sk. V pielikuma 5.2.2. punktu.

## 5.2.3. Pagatavo nepārziepājamo vielu 5 % šķīdumu hloroformā.

Ar 0,1 ml mikrošļirci uzvelk uz hromatogrāfijas plāksnes iespējami tievu un vienādu svītru, izlietojot aptuveni 0,3 ml šķīduma, aptuveni 1,5 cm no apakšējās malas.

Vienā plāksnes galā uzliek dažus mikrolitrus holesterīna un eritrodiola šķīduma izmantošanai par standartu.

## 5.2.4. Plāksni ievieto attīstīšanas kamerā, kas ir sagatavota, kā noteikts 5.2.1. punktā. Vides temperatūrai būtu jābūt ap 20 °C. Kameru tūlīt noslēdz ar vāku un atstāj eluēties, līdz šķīdinātāja līnija sasniedz aptuveni 1 cm no plāksnes augšējās malas. Plāksni izņem no attīstīšanas kameras un iztvaicē šķīdinātāju karsta gaisa plūsmā.

## 5.2.5. Plāksni viegli un vienmērīgi apsmidzina ar 2,7-dihlorfluoresceīna šķīdumu spirtā. Plāksni apskatot ultravioletajā apgaismojumā, sterīna un eritrodiola joslas var identificēt pēc tā, ka tās ir vienā līnijā ar standartvielām. Iezīmē tieši aiz fluorescējošās joslas malas.



5.2.6. Ar metāla lāpstiņu noskrāpē silikagēlu iezīmētajos laukumos. Noskrāpēto materiālu no plāksnes pārnes 50 ml kolbā. Pievieno 15 ml karsta hloroforma, labi sakrata un caur stikla filtru nofiltrē tā, lai silikagēls tiktu pārnesti uz filtra. Trīs reizes mazgā ar karstu hloroformu (katru reizi 10 ml), savācot filtrātu 100 ml kolbā. Filtrātu ietvaicē līdz 4-5 ml tilpumam, pārnes iepriekš nosvērtā 10 ml centrifūgas stobriņā ar konisku dibenu, izžāvē, maigi sildot slāpekļa strāvē, un nosver.

5.3. **Trimetilsilesteru pagatavošana**

Kā aprakstīts V pielikuma 5.3. punktā.

5.4. **Gāzu hromatogrāfiskā analīze**

Kā aprakstīts iepriekš minētās metodes 5.4. punktā. Gāzu hromatogrāfa darba apstākļiem analizējot jābūt tādiem, lai izdarītu sterīnu analīzi un atdalītu TMSE no eritrodiola un uvaola.

Kad paraugs ir iesļūcināts, turpina reģistrēšanu, līdz ir eluēti klātesošie sterīni, eritrodiols un uvaols. Pēc tam identificē pīķus (eritrodiola un uvaola aiztures laiki attiecībā pret  $\beta$ -sitosterīnu attiecīgi ir aptuveni 1,45 un 1,55) un aprēķina sterīnu pīķu laukumus.

6. **REZULTĀTU IZTEIKŠANA**

$$\text{Eritrodiola \%} = \frac{A_1 + A_2}{A_1 + A_2 + \sum A_{\text{sterolu}}} \times 100$$

kur:

$A_1$  = eritrodiola pīķa laukums kvadrātmilimetros;

$A_2$  = uvaola pīķa laukums kvadrātmilimetros;

$\sum A_{\text{sterīnu}}$  = kopējais sterīnu pīķu laukums kvadrātmilimetros.

Rezultātus izsaka līdz vienai zīmei aiz komata.

## VII PIELIKUMS

## TAUKSKĀBJU NOTEIKŠANA TRIGLICERĪDU 2. STĀVOKLĪ EĻĻĀS UN TAUKOS

## 1. DARBĪBAS JOMA

Šis standarts apraksta tauku vai eļļu tās frakcijas sastāva noteikšanas metodi, kas ir esterificēta glicerīna 2. stāvoklī (jeb iekšējā stāvoklī).

## 2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šis standarts ir piemērojams eļļām un taukiem, kuru kušanas punkts ir zem 45 °C aizkuņģa dziedzera lipāzes darbības īpatnību dēļ.

Tas bez atrunām nav piemērojams eļļām un taukiem, kas satur nozīmīgus daudzumus taukskābju ar 12 vai mazāk oglekļa atomiem (kokosriekstu eļļa un palmu kodolu eļļa, sviesta tauki) vai stipri nepiesātinātu taukskābju (ar vairāk par četrām dubultsaitēm), kas satur 20 vai vairāk oglekļa atomus (zivju un jūras dzīvnieku eļļas), vai taukskābju, kurās ir skābekli saturošas grupas, kas nav skābes grupas.

## 3. PRINCIPS

Vajadzības gadījumā skābo eļļu un tauku neitralizācija šķīdinātājā. Tīrīšana, laižot caur alumīnija oksīda kolonnu. Triglicerīdu daļēja hidrolīze ar aizkuņģa dziedzera lipāzi noteiktā laika posmā. Radušos monoglicerīdu sadalīšana ar plānslāņa hromatogrāfiju un šo monoglicerīdu metanolīze. Šo metilesteru analīze ar gāzu šķidrums hromatogrāfiju.

## 4. APARATŪRA

- 4.1. 100 ml apaļkolba.
- 4.2. 25 ml apaļkolba ar pieslīpētu kaklu.
- 4.3. 1 m garš gaisa dzesinātājs, kas atbilst kolbai 4.2. punktā.
- 4.4. 250 ml koniskā kolba.
- 4.5. 50 ml vārglāze.
- 4.6. 500 ml dalāmā piltuve.
- 4.7. Stikla hromatogrāfijas kolonna ar 13 mm iekšējo diametru, 400 mm gara, aprīkota ar poraina stikla disku un krānu.
- 4.8. 10 ml centrifugēšanas stobriņš ar pieslīpētu stikla aizbāzni.
- 4.9. 5 ml birete, graduēta pa 0,05 ml.
- 4.10. 1 ml injekciju šļirce ar tievu adatu.
- 4.11. Mikrošļirce pilināšanai pa 3 līdz 4 µl.
- 4.12. Pulverizators plānslāņa hromatogrāfijai.
- 4.13. Stikla plāksnes plānslāņa hromatogrāfijai, 20 × 20 cm.
- 4.14. Stikla attīstīšanas kamera plānslāņa hromatogrāfijai ar pieslīpētu stikla vāku, piemērota 20 × 20 cm plāksnēm.
- 4.15. Pulverizators plānslāņa hromatogrāfijai.
- 4.16. Žāvēšanas skapis, kas noregulēts ap 103 ± 2 °C.
- 4.17. Termostats, regulējams starp 30 un 45 °C ar precizitāti 0,5 °C.
- 4.18. Rotācijas iztvaicētājs.
- 4.19. Elektriskais vibrāciju kratītājs, ar ko var enerģiski kratīt centrifūgas stobriņu.
- 4.20. Ultravioletā spuldze plānslāņa hromatogrāfijas plāksņu apskatīšanai.

*Lipāzes aktivitātes kontrolei:*

- 4.21. pH mērs,
- 4.22. spirālveida maisītājs,
- 4.23. 5 ml birete,
- 4.24. hronometrs.

*Iespējamai lipāzes sagatavošanai:*

- 4.25. laboratorijas maisītājs, piemērots heterogēnu materiālu disperģēšanai un samaisīšanai.

## 5. REAKTĪVI

- 5.1. *n*-heksāns vai, ja tā nav, lakbenzīns (virš. 30. lpp. līdz 50 °C), hromatogrāfijas kvalitātes.
- 5.2. 2-propanols vai 95 tilp. % etanols, analītisko reaktīvu kvalitātes.
- 5.3. 2-propanola vai etanola ūdens šķīdums attiecībā 1:1.
- 5.4. Dietilēteris, peroksīdus nesaturošs.
- 5.5. Acetons.
- 5.6. Skudrskābe, vismaz 98 % (masa/masa).
- 5.7. Attīstīšanas šķīdinātājs: *n*-heksāna (5.1. punkts), dietilētera (5.4. punkts) un skudrskābes (5.6. punkts) maisījums, tilpumu attiecība 70:30:1.
- 5.8. Aktivēts alumīnija oksīds hromatogrāfijai, neitrāls, *Brockmann* I kvalitātes.
- 5.9. Silīcija dioksīds ar saistvielu, plānslāņa hromatogrāfijai piemērotas kvalitātes.
- 5.10. Piemērotas kvalitātes aizkuņģa dziedzerā lipāze (1. un 2. piezīme).
- 5.11. Nātrija hidroksīds, 120 g/l ūdens šķīdums.
- 5.12. Sālsskābe, 6N ūdens šķīdums.
- 5.13. Kalcija hlorīds (CaCl<sub>2</sub>), 220 g/l ūdens šķīdums.
- 5.14. Nātrija holāts (fermentu kvalitātes), 1 g/l ūdens šķīdums.
- 5.15. Bufersšķīdums: tris-hidroksimetilaminometāna 1 M ūdens šķīduma pH noregulē līdz 8, pievienojot sālsskābi (5.12. punkts) (pārbauda ar potenciometru).
- 5.16. Fenolftaleīns, 10 g/l šķīdums 95 tilp. % etanolā.
- 5.17. 2m, 7m-dihlorfluoresceīns, 2 g/l šķīdums 95 tilp. % etanolā, padarīts nedaudz sārmais, pieliekot vienu pilienu 1 N nātrija hidroksīda uz 100 ml.

*Lipāzes aktivitātes kontrolei:*

- 5.18. neitralizēta eļļa,
- 5.19. nātrija hidroksīds, 0,1 N ūdens šķīdums,
- 5.20. nātrija holāts (fermentu kvalitātes), 200 g/l ūdens šķīdums,
- 5.21. gumiarābiks, 100 g/l ūdens šķīdums.

## 6. PARAUGA SAGATAVOŠANA

Ja parauga skābums, kas noteikts saskaņā ar II pielikumu, ir mazāks par 3 %, paraugu tīra tieši, laižot pār alumīnija oksīdu saskaņā ar 6.2. punktu.

Ja parauga skābums, kas noteikts saskaņā ar II pielikumu, ir lielāks par 3 %, paraugu neitralizē šķīdinātāja klatbūtnē saskaņā ar 6.1. punktu, pēc tam laiž pār alumīnija oksīdu saskaņā ar 6.2. punktu.

- 6.1. Neitralizēšana ar sārmu šķīdinātāja klatbūtnē

Dalāmā piltuvē (4.6. punkts) ievada ap 10 g nerafinētas eļļas un pievieno 100 ml heksāna (5.1. punkts), 50 ml 2-propanola (5.2. punkts), dažus pilienus fenolftaleīna šķīduma (5.16. punkts) un nātrija hidroksīda (5.11. punkts) daudzumu, kas atbilst eļļas brīvajam skābumam, kam pieskaitīts 0,3 % pārākuma. Enerģiski krata vienu minūti, pievieno 50 ml destilēta ūdens, vēlreiz pakrata un atstāj atdalīties.

Aizvada lielāko daļu heksāna, destilējot vakuumā rotācijas iztvaicētājā (4.18. punkts), eļļu žāvē vakuumā tīrslāpekļa straumē 30 līdz 40 °C temperatūrā, līdz heksāns ir pilnīgi aizvadīts.

#### 6.2. Tīršana uz alumīnija oksīda

Pagatavo 15 g aktivēta alumīnija oksīda (5.8. punkts) suspensijas 50 ml heksāna (5.1. punkts) un maisot ielej to hromatogrāfijas kolonnā (4.7. punkts). Ļauj alumīnija oksīdam vienmērīgi izdalīties un ļauj šķīdinātāja līmenim samazināties līdz 1 — 2 mm virs absorbenta. Uzmanīgi ielej kolonnā 5 g eļļas šķīduma 25 mililitros heksāna (5.1. punkts); visu eluentu no kolonnas savāc apaļkolbā (4.1. punkts).

#### 7. Hromatogrāfijas plāksņu sagatavošana

Rūpīgi notīra stikla plāksnes (4.13. punkts) ar etanolu, lakbenzīnu un acetonu, lai atbrīvotos no tauku zīmēm.

Koniskā kolbā (4.4. punkts) ievieto 30 g silīcija dioksīda pulvera (5.9. punkts). Pievieno aptuveni 60 ml destilēta ūdens. Aizkorķē un vienu minūti enerģiski krata. Suspensiju tūlīt pārnes uz sadalīšanas iekārtu (4.12. punkts) un tīrajām plāksnēm uzklāj 0,25 mm biezu slāni.

Plāksnes žāvē gaisā 15 minūtes un pēc tam pusstundu — žāvēšanas skapī (4.16. punkts)  $103 \pm 2$  °C temperatūrā. Pirms lietošanas plāksnes atdzesē eksikatorā līdz istabas temperatūrai.

Pārdošanā ir sagatavotas plāksnes.

#### 8. PROCEDŪRA

##### 8.1. Hidrolīze ar aizkuņģa dziedzera lipāzi

Centrifūgas stobriņā (4.8. punkts) nosver ap 0,1 g sagatavotā parauga; ja paraugs ir šķidra eļļa, rīkojas tieši kā turpmāk norādīts.

Pievieno 20 mg lipāzes (5.10. punkts) un 2 ml buferšķīduma (5.15. punkts). Krietni, bet uzmanīgi sakrata, tad pievieno 0,5 ml nātrija holāta šķīduma (5.14. punkts) un 0,2 ml kalcija hlorīda šķīduma (5.13. punkts). Stobriņu aizkorķē ar pieslīpētu aizbāzni, uzmanīgi pakrata (izvairās samitrināt aizbāzni), stobriņu tūlīt ievieto termostatā (4.17. punkts)  $40 \pm 0, 5$  °C temperatūrā un ar roku krata tieši vienu minūti.

Izņem stobriņu no termostata un enerģiski krata elektriskajā kratītājā (4.19. punkts) tieši divas minūtes.

Tūlīt atdzesē tekošā ūdenī; pievieno 1 ml sālsskābes (5.12. punkts) un 1 ml dietilētera (5.4. punkts). Aizkorķē un enerģiski krata elektriskajā kratītājā. Ļauj pastāvēt un ar šļirci (4.10. punkts) aizvāc organisko slāni, vajadzības gadījumā pēc centrifūģēšanas.

##### 8.2. Monoglicerīdu atdalīšana ar plānslāņa hromatogrāfiju

Ekstraktu ar mikrošļirci (4.11. punkts) plānā, vienmērīgā, iespējami šaurā līnijā uzliek uz hromatogrāfiskās plāksnes aptuveni 1,5 cm no apakšējās malas. Plāksni ievieto labi piesātinātā attīstīšanas kamerā (4.14. punkts) un attīsta ar attīstīšanas šķīdinātāju (5.7. punkts) aptuveni pie 20 °C, līdz aptuveni 1 cm no plāksnes augšējās malas.

Plāksni izžāvē gaisā attīstīšanas kameras temperatūrā un apsmidzina ar 2m, 7m-dihlorfluoresceīna šķīdumu (5.17. punkts). Ultravioletajā apgaismojumā (4.20. punkts) identificē monoglicerīda joslu ( $R_f$  aptuveni 0,035).

##### 8.3. Monoglicerīdu analīze ar gāzu šķīduma hromatogrāfiju

Ar lāpstiņu noņem joslu, kas iegūta 8.2. punktā (izvairoties noņemt uz starta līnijas palikušos komponentus), un pārnes metilēšanas kolbā (4.2. punkts).

Savāko silīcija dioksīdu apstrādā ar metodēm, kas aprakstītas X B pielikumā, tā, lai monoglicerīdus pārvērstu metilesteros, un pēc tam esterus analizē ar gāzu hromatogrāfiju, kā aprakstīts X A pielikumā.

#### 9. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Taukskābju sastāvu 2. stāvokli aprēķina līdz vienai zīmei aiz komata (3. piezīme).

## 10. PIEZĪMES

1. piezīme: lipāzes aktivitātes pārbaude.

Pagatavo eļļas emulsiju, piemērotā kratītājā kratot maisījumu, kas sastāv no 165 ml gumiarābika šķīduma (5.21. punkts), 15 g sadrupināta ledus un 20 ml neitralizētas eļļas (5.18. punkts).

Vārglāzē (4.5. punkts) ielej 10 ml šīs emulsijas, kam secīgi pievieno 0,3 ml nātrija holāta šķīduma (5.20. punkts) un 20 ml destilēta ūdens.

Vārglāzi ieliek termostatā pie  $37 \pm 0,5$  °C (4. piezīme); ieliek pH metra elektrodus (4.21. punkts) un spirālveida maisītāju (4.22. punkts).

No bīretes (4.23. punkts) pa pilienam pievieno nātrija hidroksīda šķīdumu (5.19. punkts), līdz pH sasniedz 8,5.

Pievieno pietiekami daudz lipāzes suspensijas ūdenī (sk. turpmāk). Tikko pH metrs rāda pH 8,3, iedarbina hronometru (4.24. punkts) un pīlina nātrija hidroksīda šķīdumu (5.19. punkts) tādā ātrumā, lai saglabātu pH 8,3. Katru minūti nolasa patērētā sārma šķīduma tilpumu.

Novēroto attēlo diagrammas veidā, atliekot nolasīto laiku uz abscisas, un sārma šķīduma mililitrus, kas vajadzīgi, lai uzturētu nemainīgu pH, uz ordinātas. Būtu jāiegūst lineāra diagramma.

Iepriekš minētā lipāzes suspensija ir 1 tūkstošdaļas (masa/masa) suspensija. Katrai analīzei jāizlieto pietiekami daudz šīs suspensijas tā, lai četras līdz piecās minūtēs būtu patērēts 1 ml sārma šķīduma. Parasti ir vajadzīgs 1 līdz 5 mg pulvera.

Lipāzes vienību definē kā fermenta daudzumu, kas atbrīvo 10 miliekvivalentus skābes minūtē. Tad lietotā pulvera aktivitāti A, ko mēra lipāzes vienībās uz mg, apraksta formula:

$$A = \frac{V \times 10}{m}$$

kur V ir nātrija hidroksīda šķīduma (5.19. punkts) minūtē patērēto ml skaits, kas aprēķināts no diagrammas, m ir analīzei ņemtā pulvera masa mg.

2. piezīme: lipāzes pagatavošana.

Lipāzes ar pietiekamu lipāzes aktivitāti ir pieejamas pārdošanā. Bet ir arī iespējams tās šādi pagatavot laboratorijā.

Atdzesē 5 kg cūku aizkuņģa dziedzera līdz 0 °C; noņem apkārt esošos cietos taukus un saistaudus un samal blenderī, lai iegūtu šķidru miklu. Šo miklu ar maisītāju (4.25. punkts) maisa četras līdz sešas stundas ar 2,5 l bezūdens acetona un centrifugē. Atlikumu vēl trīs reizes ekstrahē ar tādu pašu tilpumu acetona, tad divreiz ar acetona un dietilētera maisījumu, tilpumu attiecība 1:1, un divreiz ar dietilēteri.

Atlikumu 48 stundas žāvē vakuumā, lai iegūtu stabilu pulveri, kas ir jāglabā ledusskapī.

3. piezīme: visos gadījumos ir ieteicams noteikt kopējo taukskābju sastāvu tam pašam paraugam, jo salīdzināšana ar skābju sastāvu 2. stāvoklī palīdzēs interpretēt iegūtos skaitļus.

4. piezīme: hidrolīzes temperatūru uzstāda uz 37 °C, ja izmanto šķidru eļļu. Tomēr analizējamam paraugam to uzstāda uz 40 °C, lai varētu analizēt taukus ar kušanas temperatūru līdz 45 °C.

## VIII PIELIKUMS

## TRILINOLEĪNA SASTĀVA NOTEIKŠANA

## 1. DARBĪBAS JOMA

Triglicerīdu sastāva noteikšana olīveļļās, kas izteikts kā to ekvivalentais oglekļa atomu skaits, izmantojot augsti efektīvu šķīduma hromatogrāfiju.

Šis standarts apraksta triglicerīdu atdalīšanas un to sastāva kvantitatīvās noteikšanas metodi augu eļļās, sastāvu izsakot kā triglicerīdu molekulmasas un nepiesātinātības pakāpes funkciju no to ekvivalentā oglekļa atomu skaita (sk. 1. piezīmi).

## 2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Šis standarts ir piemērojams visām augu eļļām, kas satur garas virknes taukskābju triglicerīdus. Metode ir īpaši piemērojama puszūstošo eļļu (kurās ir daudz linolskābes) mazu daudzumu klātbūtnes noteikšanai augu eļļās, kas satur oleīnskābi kā dominējošo nepiesātināto taukskābi, tādās kā olīveļļa.

## 3. PRINCIPS

Triglicerīdu sadalīšana atbilstīgi to ekvivalentajam oglekļa atomu skaitam ar augsti efektīvu šķīduma hromatogrāfiju (apgrieztās fāzes polaritāte) un hromatogrammu izvērtēšana.

## 4. APARATŪRA

4.1. Augsti efektīvs šķīdumu hromatogrāfs ar kolonnas temperatūras kontroli.

4.2. Iešļircināšanas iekārta 10 µl parauga iešļircināšanai.

4.3. Detektors: diferenciālrefraktometrs. Pilnas skalas jutībai jābūt vismaz  $10^{-4}$  laušanas koeficienta vienību.

4.4. Kolonna: 250 mm gara nerūsējošā tērauda caurulīte ar iekšējo diametru 4,5 mm, piepildīta ar 5 µm diametra silīcija dioksīda daļiņām, 22 līdz 23 % oglekļa oktadecilsilāna veidā (2. piezīme).

4.5. Reģistrēšanas iekārta un/vai integrators.

## 5. REAKTĪVI

Reaktīviem jābūt analītiskas tīrības pakāpes. Eluēšanas šķīdinātāji ir jāatbrīvo no gāzēm, un tos var izmantot vairākas reizes, neietekmējot sadalīšanas.

5.1. Hloroforms.

5.2. Acetons.

5.3. Acetonitrils.

5.4. Eluēšanas šķīdinātājs: acetonitrils + acetons (attiecības ir jāpieskaņo, lai iegūtu vēlamu sadalīšanu; sākt ar 50:50 maisījumu).

5.5. Izšķīdināšanas šķīdinātājs: acetons vai acetona un hloroforma maisījums, 1:1.

5.6. Standarttriglicerīdi: var izmantot pārdošanā esošos triglicerīdus (tripalmitīnu, trioleīnu utt.) un diagrammās atlikt to aiztures laikus saskaņā ar ekvivalento oglekļa atomu skaitu, vai arī standarthromatogrammu iegūt no sojas eļļas (sk. 3. un 4. piezīmi un 1. un 2. zīmējumu).

## 6. PARAGU SAGATAVOŠANA

Analizējamo paraugu 5 % šķīdumus pagatavo, nosverot  $0,5 \pm 0,001$  g parauga 10 ml mērkolbā un uzpildot līdz 10 ml ar izšķīdināšanas šķīdinātāju (5.5. punkts).

## 7. PROCEDŪRA

- 7.1. Hromatogrāfijas sistēmas sagatavošana darbam. Lai iztīrītu visu sistēmu, sūkņē eluēšanas šķīdinātāju (5.4. punkts) ar ātrumu 1,5 ml/min. Pagaida, līdz iegūst stabilu nulles līniju.

Iešļircina 10 µl parauga, kas sagatavots, kā noteikts 6. punktā.

## 8. APRĒĶINI UN REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Izmanto iekšējā standarta metodi, t.i., pieņem, ka dažādiem triglicerīdiem atbilstošo pīķu laukumu summa ir vienāda ar 100 %. Katra triglicerīda relatīvos procentus aprēķina, izmantojot formulu:

$$\text{triglicerīda \%} = \frac{\text{pīķa laukums}}{\text{pīķu laukumu summa}} \times 100$$

Rezultātus izsaka līdz vienai zīmei aiz komata.

1. *piezīme:* eluēšanas secību var noteikt, aprēķinot ekvivalentos oglekļa atomu skaitus, ko bieži apraksta sakarība  $ECN = CN - 2n$ , kur CN ir oglekļa atomu skaits un n ir divkārsō saišu skaits; to var aprēķināt daudz precīzāk, ja ņem vērā dubultsaišu izcelsmi. Ja  $n_o$ ,  $n_1$ , un  $n_{1n}$  ir dubultsaišu skaits, kas attiecīgi attiecināms uz oleīnskābi, līnolskābi un līnolēnskābi, ekvivalento oglekļa atomu skaitu var aprēķināt, izmantojot formulu:

$$ECN = CN - d_o n_o - d_1 n_1 - d_{1n} n_{1n}$$

kur koeficientus  $d_o$ ,  $d_1$  un  $d_{1n}$  var aprēķināt, izmantojot standarttriglicerīdus. Šai metodei noteiktajos apstākļos iegūtā sakarība būs ļoti tuva šādai:

$$ECN = CN - [2,60 n_o] - [2,35 n_1] - [2,17 n_{1n}]$$

2. *piezīme:* piemēri: *Lichrosorb (Merck) RP18 Art 50333;*

*Lichrosphere* vai līdzvērtīgs (*Merck*) 100 CH18 Art 50377.

3. *piezīme:* ar vairākiem standarta triglicerīdiem ir iespējams arī aprēķināt izšķirtspeju attiecībā uz trioleīnu,

$$\alpha = RT_m / RT_{m_{olein}}$$

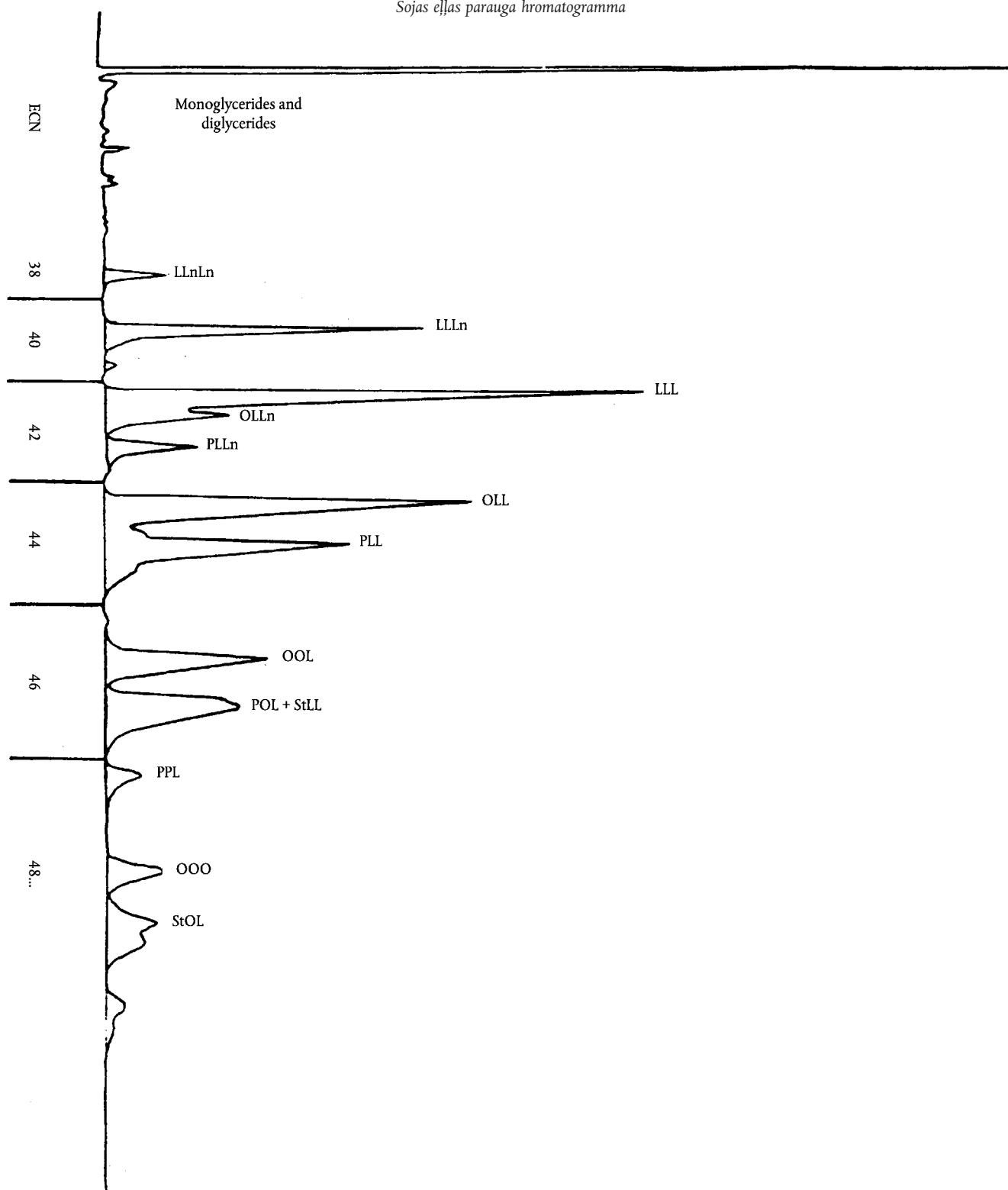
izmantojot samazināto aiztures laiku  $RT_m = RT - RT_{skīdināt}$ .

Izmantojot log α diagrammu attiecībā pret f (dubultsaišu skaitu) var noteikt aiztures laikus visiem to taukskābju triglicerīdiem, kuras satur standarttriglicerīdi — sk. 2. zīmējumu.

4. *piezīme:* kolonnas efektivitātei jābūt tādai, lai spētu atdalīt trīlīnoleīna pīķi no to triglicerīdu pīķiem, kuriem ir tuvi aiztures laiki.

## 1. zīmējums

Sojas eļļas parauga hromatogramma



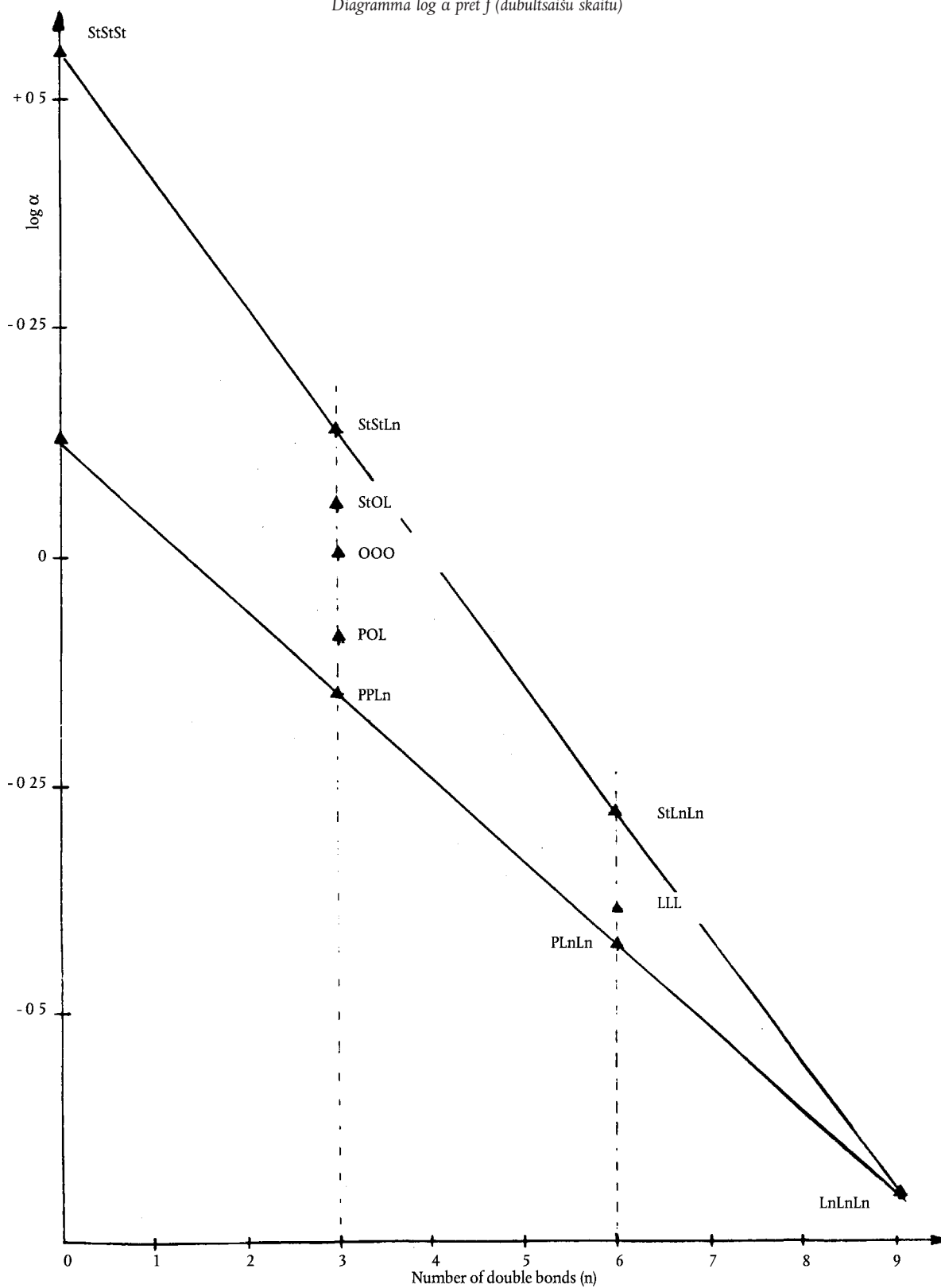
P = palmitīnskābe  
L = linolskābe

St = stearīnskābe  
Ln = linolēnskābe

O = oleīnskābe



## 2. zīmējums

Diagramma  $\log \alpha$  pret  $f$  (dubultsaišu skaitu)

La = laurinskābe  
 St = stearinskābe  
 Ln = linolēnskābe

My = miristīnskābe  
 O = oleīnskābe

P = palmitīnskābe  
 L = linolskābe

## IX PIELIKUMS

## SPEKTROFOTOMETRISKIE PĒTĪJUMI UV SPEKTRĀ

## IEVADS

UV spektrofotometriskā analīze var dot informāciju par tauku kvalitāti, to saglabāšanas stāvokli un tehnoloģisko procesu izraisītajām pārmaiņām tajos.

Absorbcija pie metodē noteiktajiem viļņu garumiem notiek konjugētu diēnu un triēnu sistēmu klātbūtnes dēļ. Šo absorbciju izsaka kā īpatnējo ekstinkciju  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (1 % tauku šķīduma ekstinkcija attiecīgā šķīdinātājā pie slāņa biezuma 1 cm), ko parasti apzīmē ar K (sauc arī par "ekstinkcijas koeficientu").

## 1. DARBĪBAS JOMA

Metode apraksta tauku UV spektrofotometriskās analīzes procedūru.

## 2. METODES PRINCIPS

Attiecīgos taukus šķīdina vajadzīgajā šķīdinātājā un pie noteiktiem viļņu garumiem nosaka ekstinkciju šķīdumam attiecībā pret tīru šķīdinātāju. Īpatnējās ekstinkcijas aprēķina pēc spektrofotometra nolasījumiem.

## 3. APRĪKOJUMS

- 3.1. Spektrofotometrs ekstinkcijas mērījumiem ultravioletajā spektra daļā starp 220 un 360 nm ar iespēju nolasīt atsevišķas nanometru vienības.
- 3.2. Taisnstūra kvarca kivetes ar vāciņiem, optiskais ceļš 1 cm. Ja kivetes piepildītas ar ūdeni vai citu piemērotu šķīdinātāju, tām savā starpā nav jāatspoguļo vai jāatstaro vairāk par 0,01 ekstinkcijas vienību.
- 3.3. 25 ml mērkolbas.
- 3.4. Hromatogrāfijas kolonna ar garumu 450 mm un diametru 35 mm ar iztecināšanas caurulīti, kam ir aptuveni 10 mm diametrs.

## 4. REAKTĪVI

- 4.1. Spektrofotometriski tīrs izooktāns (2,2,4-trimetilpentāns). Attiecībā pret destilētu ūdeni tā caurlaidībai jābūt ne mazākai par 60 % pie 220 nm un ne mazākai par 95 % pie 250 nm vai:
  - spektrofotometriski tīrs cikloheksāns: attiecībā pret destilētu ūdeni tā caurlaidībai jābūt ne mazākai par 40 % pie 220 nm un ne mazākai par 95 % pie 250 nm, vai
  - cits piemērots šķīdinātājs, kas spēj pilnīgi izšķīdināt taukus (piem., etilspirts vai ricinēļļa).
- 4.2. Bāzisks alumīnija oksīds hromatogrāfijai caur kolonnu, sagatavots un pārbaudīts, kā aprakstīts I pielikumā.
- 4.3. n-heksāns, hromatogrāfijas kvalitātes.

## 5. PROCEDŪRA

- 5.1. Attiecīgajam paraugam jābūt pilnīgi homogēnam un bez suspendētiem piemaisījumiem. Eļļas, kas istabas apkārtējās vides temperatūrā ir šķīdras, ir jāfiltrē caur filtrpapīru aptuveni 30 °C temperatūrā, cieti tauki ir jāhomogenizē un jāfiltrē temperatūrā, kas nav augstāka par 10 °C virs kušanas punkta.

5.2. Precīzi nosver 0,25 g tā sagatavota parauga 25 ml mērkolbā, uzpilda līdz zīmei ar noteikto šķīdinātāju un homogenizē. Iegūtajam šķīdumam ir jābūt pilnīgi dzidram. Ja novērojama opalescence vai duļķainība, ātri filtrē caur filtrpapīru.

5.3. Ar iegūto šķīdumu piepilda kivetu un izmēra ekstinkciju pie piemērota viļņu garuma starp 232 un 276 nm, salīdzināšanai izmantojot šķīdinātāju.

Izmēritajiem ekstinkcijas lielumiem jābūt starp 0,1 un 0,8. Ja tā nav, mērījumi ir jāatkārto, lietojot pēc vajadzības koncentrētākus vai atšķaidītākus šķīdumus.

5.4. Ja ir jānosaka īpatnējā ekstinkcija pēc laišanas pāri alumīnija oksīdam, rīkojas šādi: 30 g bāziskā alumīnija oksīda suspensijas heksānā ievieto hromatogrāfijas kolonnā. Pēc adsorbenta nogulsnešanās izvada heksāna pārākumu līdz līmenim aptuveni 1 cm virs alumīnija oksīda augšējās malas.

Izšķīdina 10 g tauku, homogenizētu un nofiltrētu, kā aprakstīts 5.1. punktā, 100 ml heksāna un ielej šķīdumu kolonnā. Savāc eluātu un vakuumā iztvaicē visu šķīdinātāju temperatūrā zem 25 °C.

Ar tā iegūtajiem taukiem tūlīt rīkojas tālāk, kā noteikts 5.2. punktā.

## 6. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

6.1. Pieraksta pie dažādiem viļņu garumiem iegūtās īpatnējās ekstinkcijas (ekstinkcijas koeficientus), ko aprēķina šādi:

$$K_{\lambda} = \frac{E_{\lambda}}{c \cdot s}$$

kur:

$K_{\lambda}$  = īpatnējā ekstinkcija pie viļņa garuma  $\lambda$ ;

$E_{\lambda}$  = ekstinkcija, kas izmērīta pie viļņa garuma  $\lambda$ ;

$c$  = šķīduma koncentrācija g/100 ml;

$s$  = kivetes biezums cm.

Rezultātus izsaka līdz divām zīmēm aiz komata.

6.2. Olīveļļas spektrofotometriskā analīze saskaņā ar EEK regulu oficiālo metodi paredz noteikt īpatnējo ekstinkciju izooktāna šķīdumā pie viļņu garumiem 232 un 270 nm un noteikt  $K$ , ko aprēķina šādi:

$$\Delta K = K_m - \frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2}$$

kur  $K_m$  ir īpatnējā ekstinkcija pie viļņu garuma  $m$ , maksimālās absorbcijas viļņu garums ir aptuveni 270 nm.

## I PIELIKUMA PAPILDINĀJUMS

*Alumīnija oksīda sagatavošana un tā aktivitātes pārbaude*

## A.1.1. Alumīnija oksīda sagatavošana

Alumīnija oksīdu, kas iepriekš trīs stundas žāvēts krāsnī 380 līdz 400 °C temperatūrā, ievieto hermētiski noslēdzamā traukā, pielej destilētu ūdeni attiecībā 5 ml uz 100 g alumīnija oksīda, tūlīt noslēdz trauku, atkārtoti sakrata, pēc tam pirms lietošanas ļauj nostāvēties vismaz 12 stundas.

## A.1.2. Alumīnija oksīda aktivitātes pārbaude

Sagatavo hromatogrāfijas kolonnu ar 30 g alumīnija oksīda. Darbojoties, kā aprakstīts 5.4. punktā, maisījumu, kas sastāv no:

- 95 % neapstrādātas olīveļļas, kuras īpatnējā ekstinkcija pie 268 nm ir mazāka par 0,18,
- 5 % zemesriekstu eļļas, kas rafinēšanas procesā apstrādāta ar balināšanas zemi un kam īpatnējā ekstinkcija pie 268 nm nav mazāka par 4,

izlaiž caur kolonnu.

Ja pēc izlaišanas caur kolonnu maisījuma īpatnējā ekstinkcija pie 268 nm ir lielāka par 0,11, alumīnija oksīds ir pieņemams, pretējā gadījumā ir jāpalielina dehidratēšanas līmenis.

---

## II PIELIKUMA PAPILDINĀJUMS

*Spektrofotometra kalibrēšana*

- A.2. Iekārta ir periodiski jāpārbauda (vismaz reizi sešos mēnešos) attiecībā uz viļņu garumu atbilstību un uz signāla precizitāti.
- A.2.1. Viļņu garumu var pārbaudīt, izmantojot dzīvsudraba tvaiku spuldzi vai piemērotus filtrus.
- A.2.2. Lai pārbaudītu fotošūnas un fotopavairotāja signālu, rīkojas šādi: spektrofotometrijas veikšanai nosver 0,2000 g kālija hromāta un 1 000 ml mērkolbā izšķīdina 0,05 N kālija hidroksīda šķīdumā, un uzpilda līdz zīmei. Ņem precīzi 25 ml iegūtā šķīduma, pārnes 500 ml mērkolbā un uzpilda līdz zīmei ar to pašu kālija hidroksīda šķīdumu.
- Izmēra tā iegūtā šķīduma ekstinkciju pie 275 nm, lietojot kālija hidroksīda šķīdumu kā salīdzināšanas šķīdumu. Lietojot 1 cm kivetī, izmēritajai ekstinkcijai jābūt  $0,200 \pm 0,005$ .
-

## X A PIELIKUMS

## TAUKSKĀBJU METILESTERU ANALĪZE AR GĀZU HROMATOGRĀFIJU

## 1. DARBĪBAS JOMA

Šī metode dod vispārīgus norādījumus par gāzu hromatogrāfijas pielietošanu, izmantojot pakotās vai kapilārās kolonnas, lai noteiktu taukskābju metilesteru, kas iegūti saskaņā ar X B pielikumā norādīto metodi, maisījuma kvalitatīvo un kvantitatīvo sastāvu.

Šī metode nav lietojama polimerizētām taukskābēm.

## 2. REAKTĪVI

## 2.1. Nesējgāze

Inerta gāze (slāpeklis, hēlijs, argons, ūdeņradis utt.), kas ir rūpīgi izzāvēta un kas satur mazāk par 10 mg/kg skābekļa.

1. *piezīme:* ūdeņradis, ko izmanto par nesējgāzi tikai ar kapilārām kolonnām, var divreiz palielināt analīzes ātrumu, bet tas ir bīstams. Ir pieejamas drošības ierīces.

## 2.2. Palīgāzes

2.2.1. Ūdeņradis (tīrība 99,9 %), bez organiskiem piemaisījumiem.

2.2.2. Gaiss vai skābeklis, bez organiskiem piemaisījumiem.

## 2.3. Salīdzināšanas standarts

Tīru taukskābju metilesteru maisījums vai zināma sastāva tauku metilesteri, vēlams, līdzīgi analizējamās taukainās vielas sastāvam.

Ir jā rūpējas par polinepiesātināto taukskābju oksidācijas novēršanu.

## 3. APARATŪRA

Dotie norādījumi attiecas uz parasto gāzu hromatogrāfijas aprīkojumu, kurā izmanto pakotās un/vai kapilārās kolonnas un liesmas jonizācijas detektoru. Jebkura aparatūra, kuras efektivitāte un izšķirtspēja atbilst 4.1.2. punktā noteiktajai, ir piemērota.

## 3.1. Gāzu hromatogrāfs

Gāzu hromatogrāfā ir šādas sastāvdaļas.

## 3.1.1. Iešļircināšanas sistēma

Izmanto iešļircināšanas sistēmu vai nu ar:

- a) pakotām kolonnām ar vismazāko iespējamo nelietderīgo tilpumu (šajā gadījumā iešļircināšanas sistēmai jābūt sildāmai līdz temperatūrai, kas ir par 20 līdz 50 °C augstāka nekā kolonnas temperatūra), vai ar
- b) kapilārām kolonnām, šajā gadījumā iešļircināšanas sistēma ir īpaši izveidota izmantošanai ar šādām kolonnām. Iešļircināšanas sistēma var būt ar plūsmas dalīšanu, vai tā var būt "on column" veida, bez plūsmas dalīšanas.

2. *piezīme:* ja taukskābju, kurās ir mazāk par 16 oglekļa atomiem, nav klāt, var izmantot kustīgās adatas inžektoru.

## 3.1.2. Krāsns

Krāsni jāspēj sildīt kolonnu vismaz līdz 260 °C un uzturēt vēlamo temperatūru 1 °C robežās ar pakoto kolonnu un 0,1 °C robežās ar kapilāro kolonnu. Pēdējā prasība ir īpaši svarīga, ja lieto kvarca kolonnu.

Visos gadījumos ir ieteicams izmantot sildīšanu ar temperatūras programmēšanu, jo īpaši taukskābēm, kurās ir mazāk par 16 oglekļa atomiem.

### 3.1.3. Pakotā kolonna

3.1.3.1. Kolonna, kas izgatavota no materiāla, kurš ir inerts pret analizējamām vielām (t.i., stikls vai nerūsējošais tērauds), kolonnai ir šādi izmēri:

- a) garums: 1 līdz 3 m. Relatīvi īsa kolonna būtu jālieto, analizējot garas virknes taukskābes (vairāk par  $C_{20}$ ). Analizējot skābes ar 4 vai 6 oglekļa atomiem, ir ieteicams izmantot 2 m garu kolonnu;
- b) iekšējais diametrs: 2 līdz 4 mm.

3. *piezīme:* ja ir klāt polinepiesātināti komponenti ar vairāk par trim dubultsaitēm, tie nerūsējošā tērauda kolonnā var sadalīties.

4. *piezīme:* var izmantot sistēmu ar pakotām dubultkolonnām.

3.1.3.2. Pakojums ietver šādas sastāvdaļas:

- a) *nesēju:* skābē mazgātu un silanizētu diatomītu vai citu piemērotu inertu nesēju ar šauru graudiņu lieluma diapazonu (25  $\mu$ m diapazons robežās starp 125 un 200  $\mu$ m) graudiņu vidējais lielums ir saistīts ar kolonnas iekšējo diametru un garumu;
- b) *stacionārā fāze:* poliesteru tipa polārs šķidrums (piem., dietilēnglikola polisukcināts, butāndiola polisukcināts, etilēnglikola poliadepāts u. c.), ciānsilikoni vai cits šķidrums, kas ļauj izdarīt vajadzīgo hromatogrāfisko sadalīšanu (sk. 4. punktu). Stacionārās fāzes daudzums ir 5 līdz 20 % (masa/masa) no pakojuma. Dažu veidu sadalīšanām var izmantot nepolāru stacionāro fāzi.

3.1.3.3. Kolonnas kondicionēšana

Kolonnu, ja iespējams, atvieno no detektora, pakāpeniski uzsilda krāsni līdz 185 °C un caur tikko sagatavotu kolonnu laiž inertu gāzi ar ātrumu 20 līdz 60 ml/min. vismaz 16 stundas šajā temperatūrā un vēl divas stundas 195 °C temperatūrā.

3.1.4. Kapilārā kolonna

3.1.4.1. Caurule, izgatavota no materiāla, kas ir inerts pret analizējamām vielām (parastais stikls vai kvarcs). Iekšējais diametrs ir starp 0,2 un 0,8 mm. Iekšējo virsmu pirms pārklāšanas ar stacionāro fāzi attiecīgi apstrādā (piem., sagatavo virsmu, inaktīvē). Vairumā gadījumu 25 m ir pietiekami.

3.1.4.2. Stacionārā fāze, parasti poliglikolu tipa (polietilēnglikols 20 000), poliesteris (butāndiola polisukcināts) vai polārais polisiloksāns (ciānsilikoni). Ir piemērotas kolonnas ar ķīmiski piesaistītu stacionāro fāzi.

5. *piezīme:* pastāv iespējama, ka polārie polisiloksāni varētu radīt grūtības linolēnskābes un skābju ar  $C_{20}$  identificēšanā un atdalīšanā.

Pārklājums ir plāns, t. i., 0,1 līdz 0,2  $\mu$ m.

3.1.4.3. Kolonnas montēšana un kondicionēšana

Kapilāro kolonnu montēšanā, t. i., kolonnas ievietošanā krāsni (atbalsts), pievienojumu montēšanā (hermētiskums), kolonnas galu ievietošanā inžektorā un detektorā (nelietderīgo tilpumu samazināšana) jāievēro parastā piesardzība. Kolonnu pievieno nesējgāzes plūsmai (piem., 0,3 bar (30 kPa) 25 m garai kolonnai ar iekšējo diametru 0,3 mm).

Kolonnu kondicionē, programmējot krāsni temperatūru 3 °C/min. no apkārtējās vides temperatūras līdz temperatūrai, kas ir par 10 °C zemāka nekā stacionārās fāzes sadalīšanās temperatūras robeža. Krāsni uztur šajā temperatūrā vienu stundu, līdz stabilizējas nulles līnija. Pēc tam atgriežas pie 180 °C un turpina darbu izotermiskos apstākļos.

6. *piezīme:* piemērotas, iepriekš kondicionētas, kolonnas ir pieejamas pārdošanā.

3.1.5. Detektors, vēlams tāds, ko var karsēt līdz temperatūrai, kas ir lielāka par kolonnas temperatūru.

## 3.2. Šļirce

Šļirces maksimālā ietilpība ir 10  $\mu$ l, un tā ir graduēta 0,1  $\mu$ l iedaļās.

## 3.3. Reģistrējošā iekārta

Ja reģistrējošās iekārtas līkne ir jāizmanto, lai aprēķinātu analizējamā maisījuma sastāvu, ir vajadzīga augstas precizitātes elektroniskā reģistrēšanas iekārta, kas ir saderīga ar izmantojamo aparatūru. Reģistrējošajai iekārtai ir šādas īpašības:

- a) atbildes ātrums mazāks par 1,5 sek., vēlams 1 sek. (atbildes ātrums ir laiks, kas vajadzīgs pašrakstītāja spalvai, lai pārvietotos no 0 līdz 90 % pēc pēkšņas 100 % signāla izraisīšanas);

- b) papīra platums vismaz 20 cm;
- c) papīra ātrums regulējams starp 0,4 un 2,5 cm/min.

### 3.4. Integrators

Ātrus un precīzus aprēķinus var izdarīt ar elektronisko integratoru. Tam ir jānodrošina lineāra atbilde ar pietiekamu jutību, un nulles līnijas noviržu korekcijai ir jābūt apmierinošai.

## 4. PROCEDŪRA

Darbības, kas aprakstītas no 4.1. LĪDZ 4.3. punktam, attiecas uz liesmas jonizācijas detektora lietošanu.

Alternatīvi var izmantot gāzu hromatogrāfu ar katarometra detektoru (darbojas, pamatojoties uz vadītspējas izmaiņām atkarībā no temperatūras). Darba apstākļus tad maina, kā norādīts 6. punktā.

### 4.1. Analīzes apstākļi

#### 4.1.1. Darba apstākļu izvēle

##### 4.1.1.1. Pakotā kolonna

Izvēloties analīzes apstākļus, jāņem vērā šādi mainīgie lielumi:

- a) kolonnas garums un diametrs;
- b) stacionārās fāzes īpašības un daudzums;
- c) kolonnas temperatūra;
- d) nesējgāzes plūsma;
- e) vajadzīgā izšķirtspēja;
- f) analīzes parauga lielums, ko izvēlas tā, lai detektora un elektrometra iekārta dotu lineāru atbildes reakciju;
- g) analīzes ilgums.

Parasti 1. un 2. tabulā norādītie lielumi dod vēlamos rezultātus, t. i., vismaz 2 000 teorētisko šķīvju uz kolonnas garuma metru metilsteāratam un tā eluēšana apmēram 15 minūtēs.

Ja aparātūra ļauj, inžektora temperatūrai jābūt apmēram 200 °C un detektora temperatūrai — vienādai vai augstākai par kolonnas temperatūru.

Parasti liesmas jonizācijas detektorā padodamā udeņraža plūsmas ātrums pret nesējgāzes ātrumu attiecas kā 1:2 līdz 1:1 atkarībā no kolonnas diametra. Skābekļa plūsma ir aptuveni 5 līdz 10 reizu lielāka par udeņraža plūsmu.

1. tabula

Kolonnas iekšējais diametrs mm	Nesējgāzes plūsmas ātrums ml/min.
2	15 līdz 25
3	20 līdz 40
4	40 līdz 60

2. tabula

Stacionārās fāzes koncentrācija % (masa/masa)	Kolonnas temperatūra °C
5	175
10	180
15	185
20	185



## 4.1.1.2. Kapilārā kolonna

Kapilārās kolonnas efektivitāte un caurlaidība nozīmē, ka sastāvdaļu atdalīšana un analīzes ilgums lielā mērā ir atkarīgs no nesējgāzes plūsmas ātruma kolonnā. Tādēļ ir jāoptimizē darba apstākļi, iedarbojoties uz šo parametru (vai, vienkāršāk sakot, uz kolonnas spiediena kritumu) atbilstoši tam, vai vēlas uzlabot sadalīšanu, vai ātri izdarīt analīzi.

## 4.1.2. Teorētisko šķīvju skaita (efektivitātes) un izšķirtspējas noteikšana (sk. 1. zīmējumu).

Izdara analīzi metilstearāta un metiloleāta maisījumam aptuveni vienādās daļās (piemēram, kakao sviesta metilesteriem).

Kolonnas temperatūru un nesējgāzes plūsmas ātrumu izvēlas tā, lai metilstearāta pīķa maksimumu reģistrētu aptuveni 15 minūtes pēc šķīdinātāja pīķa. Izlieto pietiekamu metilesteru maisījuma daudzumu, lai metilstearāta pīķis aizņemtu apmēram trīs ceturtdaļas no visas skalas.

Teorētisko šķīvju skaitu  $n$  (efektivitāti) aprēķina pēc formulas:

$$n = 16 \left[ \frac{dr_1}{\omega_1} \right]^2$$

un izšķirtspēju  $R$  aprēķina pēc formulas:

$$R = \frac{2\Delta}{\omega_1 + \omega_2}$$

kur:

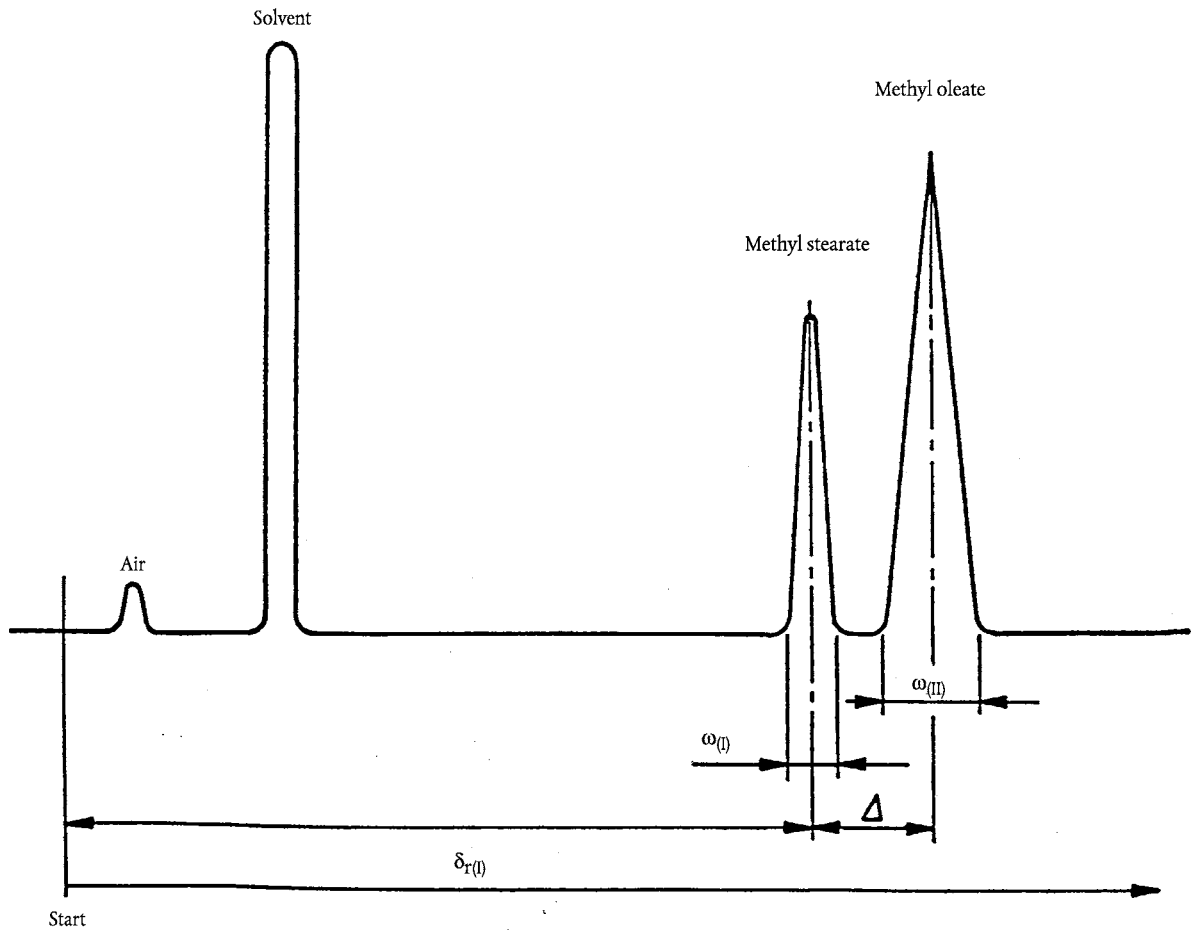
$dr_1$  ir aiztures attālums milimetros no hromatogrammas sākuma līdz metilstearāta pīķa maksimumam;

$\omega_1$  un  $\omega_2$  ir attiecīgi metilstearāta un metiloleāta pīķu platums milimetros, kas mērīts starp līknes pārliekuma punktos novilkto tangenšu krustošanās punktiem ar nulles līniju;

$\Delta$  ir attālums milimetros starp metilstearāta un metiloleāta pīķu maksimumiem.

## 1. zīmējums

Hromatogramma teorētisko šķīvju skaita (efektivitātes) un izšķirtspējas noteikšanai



Ir jāizvēlas tādi darba apstākļi, kas metilstearātam dod vismaz 2 000 teorētiskos šķīvjus uz kolonnas garuma metru un izšķirtspēju vismaz 1,25.

## 4.2. Analīzes paraugs

Ar šļirci (3.2. punkts) ņem 0,1 līdz 2  $\mu$ l metilesteru šķīduma, kas sagatavots saskaņā ar X B pielikumu un iešļircina to kolonnā.

Ja esteri nav šķīdumā, sagatavo 100 mg/ml šķīduma heptānā, kas ir hromatogrāfijas kvalitātes, un iešļircina 0,1 līdz 1  $\mu$ l šā šķīduma.

Ja analizē sastāvdaļas, kas ir klāt tikai zīmju daudzumos, analīzes paraugu var palielināt (līdz 10 reizēm).

## 4.3. Analīze

Parasti darba apstākļi ir tādi, kā definēts 4.1.1. punktā.

Tomēr ir iespējams strādāt zemākā kolonnas temperatūrā, ja ir jānosaka taukskābes ar mazāk nekā 12 oglekļa atomiem, vai augstākā temperatūrā, ja nosaka taukskābes ar vairāk nekā 20 oglekļa atomiem. Abos šajos gadījumos ir iespējams izmantot temperatūras programmēšanu. Piemēram, ja paraugs satur taukskābju metilesterus ar mazāk nekā 12 oglekļa atomiem, paraugu iešļircina 100 °C temperatūrā (vai 50 līdz 60 °C temperatūrā, ja klāt ir sviestskābe) un nekavējoties paaugstina temperatūru ar ātrumu 4 līdz 8 °C/min. līdz optimālajai. Dažos gadījumos var apvienot abas procedūras.

Pēc programmētās sildīšanas turpina eluēšanu nemainīgā temperatūrā, līdz ir eluēti visi komponenti. Ja aparatam nav programmētas sildīšanas, to izmanto divās nemainīgās temperatūrās starp 100 un 195 °C.

Ir ieteicams vajadzības gadījumā izdarīt analīzi uz divām nekustīgajām fāzēm ar dažādu polaritāti, lai pārbaudītu, vai nav klāt maskēti pīķi, piemēram, ja vienā paraugā ir klāt konjugēti  $C_{18:3}$  un  $C_{20:0}$ , vai  $C_{18:3}$  un  $C_{18:2}$ .

#### 4.4. **Standarthromatogrammas un standartdiagrammu pagatavošana**

Analizē salīdzināšanas standartmaisījumu (2.3. punkts) tajos pašos darba apstākļos kā tie, kas izmantoti paraugam, un izmēra sastāvdaļu taukskābju aiztures laikus vai aiztures attālumus. Uz puslogaritmiskā diagrammu papīra katrai nepiesātinātības pakāpei izveido diagrammu, kas rāda aiztures laika vai attāluma logaritmu kā oglekļa atomu skaita funkciju. Izotermiskos apstākļos diagrammām par taisnas virknes skābēm ar vienu un to pašu nepiesātinātības pakāpi jābūt ar taisnām līnijām. Šīm līnijām jābūt aptuveni paralēlām.

Ir noteikti jāizvairās no analīzes apstākļiem, kuros pastāv "maskētie pīķi", t.i., kuros izšķirtspēja nav pietiekama, lai sadalītu divas sastāvdaļas.

#### 5. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

##### 5.1. **Kvalitatīvā analīze**

Metilesteru pīķus paraugā identificē no 4.4. punktā pagatavotās diagrammas, vajadzības gadījumā interpolējot.

##### 5.2. **Kvantitatīvā analīze**

##### 5.2.1. Sastāva noteikšana

Izņemot īpašus gadījumus, izmanto iekšējās normalizācijas metodi, t. i., pieņem, ka visu parauga komponentu kopums ir pārstāvēts hromatogrammā tā, ka zem pīķiem esošo laukumu kopsumma ir 100 % no sastāvdaļām (pilnīga eluēšana).

Ja iekārtai ir integrators, izmanto skaitļus, kas iegūti no tā. Ja integratora nav, nosaka zem katra pīķa esošo laukumu, reizinot pīķa augstumu ar tā platumu, kāds ir pusē no augstuma, un vajadzības gadījumā ņem vērā dažādas jutības pārslēgšanas reģistrēšanas laikā.

##### 5.2.2. Aprēķinu metode

##### 5.2.2.1. Vispārējs gadījums

Aprēķina dotā komponenta *i* saturu, izteiktu metilesteru masas procentos, nosakot attiecīgā pīķa laukumu procentos attiecībā pret visu pīķu laukumu summu, izmantojot šādu formulu:

$$\frac{A_i}{\sum A} \times 100$$

kur:

$A_i$  ir pīķa laukums, kas atbilst komponentam *i*;

$\sum A$  = visu pīķu laukumu summa.

Rezultātu nosaka līdz vienai zīmei aiz komata.

7. *piezīme:* šajā vispārējā gadījumā uzskata, ka uz relatīvajiem laukumiem pamatoto aprēķinu rezultāts pārstāv masas procentus. Ja šis pieņēmums nav pieļaujams, sk. 5.2.2.2. punktu.

##### 5.2.2.2. Korekcijas koeficientu lietošana

Dažos gadījumos, piemēram, tādu taukskābju klātbūtnē, kas satur mazāk par astoņiem oglekļa atomiem, vai tādu skābju klātbūtnē, kam ir otrējās grupas, ja izmanto siltumvadītspējas detektorus vai ja ir īpaši prasīta augstākā precizitātes pakāpe, ir jālieto korekcijas koeficienti, lai pīķu laukumu procentus pārvērstu komponentu masas procentos.

Korekcijas koeficientus nosaka, izmantojot hromatogrammu, kas iegūta, analizējot zināma sastāva metilesteru standartmaisījumu darba apstākļos, identiskos ar parauga analīzes apstākļiem.

Šim standartmaisījumam komponenta *i* masas procentus apraksta formula:

$$\frac{m_i}{\sum m} \times 100$$

kur:

$m_i$  ir komponenta *i* masa standartmaisījumā;

$\sum m$  ir dažādo komponentu masu summa standartmaisījumā.

No standartmaisījuma (4.4. punkts) hromatogrammas šādi aprēķina komponenta  $i$  procentus (laukums/laukums):

$$\frac{A_i}{\sum A} \times 100$$

kur:

$A_i$  ir komponentam  $i$  atbilstošā pīķa laukums,

$\sum A$  ir visu pīķu laukumu summa.

Korekcijas koeficientu aprēķina šādi:

$$K'_i = \frac{m_i \times \sum A}{A_i \times \sum m}$$

Parasti korekcijas koeficientus izsaka attiecībā pret  $K_{C_{16}}$ , tātad relatīvie koeficienti kļūst

$$K'_i = \frac{K_i}{K_{C_{16}}}$$

Paraugā katra komponenta  $i$  saturs, izteikts metilesteru masas procentos, ir:

$$\frac{K'_i \times A_i}{\sum (K'_i \times A_i)} \times 100$$

Rezultātu nosaka līdz vienai zīmei aiz komata.

#### 5.2.2.3. Iekšējā standarta lietošana

Dažās analizēs (piemēram, ja visas taukskābes nav kvantitatīvi jānosaka, kā tas ir gadījumā, ja skābes ar četriem vai sešiem oglekļa atomiem ir kopā ar skābēm, kurās ir 16 un 18 oglekļa atomi, vai ja ir jānosaka taukskābes absolūtais daudzums paraugā) ir jālieto iekšējais standarts. Bieži lieto taukskābes ar pieciem, 15 vai 17 oglekļa atomiem. Būtu jānosaka korekcijas koeficients (ja tāds ir) iekšējam standartam.

Komponenta  $i$  masas procentus, izteiktus kā metilesterus, iegūst pēc formulas:

$$\frac{m_s \times K'_i \times A_i}{m \times K'_s \times A_s} \times 100$$

kur:

$A_i$  ir komponentam  $i$  atbilstīgā pīķa laukums;

$A_s$  ir iekšējam standartam atbilstīgā pīķa laukums;

$K'_i$  ir komponenta  $i$  korekcijas koeficients (attiecībā pret  $K_{C_{11}}$ );

$K'_s$  ir iekšējā standarta korekcijas koeficients (attiecībā pret  $K_{C_{16}}$ );

$m$  ir noteikšanai ņemtā parauga masa miligramos;

$m_s$  ir iekšējā standarta masa miligramos.

Rezultātu nosaka līdz vienai zīmei aiz komata.

#### 6. ĪPAŠS GADĪJUMS — KATAROMETRA DETEKTORA IZMANTOŠANA (DETEKTORS DARBOJAS PĒC SILTUMA VADĪTSPĒJAS IZMAIŅU PRINCIPA)

Taukskābju metilesteru maisījuma kvalitatīvā un kvantitatīvā sastāva noteikšanai var izmantot arī gāzu hromatogrāfu ar detektoru, kura darbības pamatā ir siltuma vadītspējas izmaiņas (katarometrs). Ja to izmanto, 3. un 4. punktā norādītos nosacījumus ir jāmaina, kā parādīts 3. tabulā.

Kvantitatīvajā analizē izmanto korekcijas koeficientus, kas norādīti 5.2.2.2. punktā.

3. tabula

Mainīgais	Lielumu nosacījumi
Kolonna	Garums: 2 līdz 4 m Iekšējais diametrs: 4 mm
Nesējs	Graudiņu lielums starp 160 un 200 µm
stacionārās fāzes koncentrācija	15 līdz 25 % (masa/masa)
Nesējgāze	hēlijs vai, ja tā nav, ūdeņradis ar iespējami mazu skābekļa saturu
Palīgģāze	nav vajadzīga
inžektora temperatūra	no 40 līdz 60 °C virs kolonnas temperatūras
kolonnas temperatūra	180 līdz 200 °C
nesējgāzes plūsma	parasti starp 60 un 80 ml/min.
iešļircinātā analīzes parauga lielums	parasti starp 0,5 un 2 µl

## 7. ANALĪZES PROTOKOLS

Analīzes protokolā norāda metilesteru pagatavošanai un hromatogrāfijai lietotās metodes un iegūtos rezultātus. Tur norāda arī visus datus par darbu, kas nav norādīti šajā starptautiskajā standartā vai tiek uzskatīti par neobligātiem, kā arī datus par nejaušībām, kas varētu būt ietekmējušas rezultātus.

Analīzes protokols ietver visu informāciju, kas vajadzīga parauga pilnīgai identificēšanai.

## X B PIELIKUMS

**TAUKSKĀBJU METILESTERU PAGATAVOŠANA SASKAŅĀ AR REGULAS (EEK) Nr. 72/77 VI PIELIKUMA I UN II SADAĻU VAI TURPMĀK APRAKSTĪTO METODI**

## PRIEKŠVĀRDS

Procesa izvēli nosaka analizējamās taukainās vielas skābju sastāvs un skābums, kā arī veicamā gāzu hromatogrāfiskā analīze.

Jo īpaši:

- taukainām vielām, kas satur taukskābes, kurās mazāk par 12 oglekļa atomiem, var izmantot tikai procesus aizkausētā ampulā vai procesus, kuros lieto dimetilsulfātu,
- taukainām vielām ar skābju saturu virs 3 % var izmantot tikai metanola-sālsskābes vai metilsulfāta procesus,
- *trans* — izomēru gāzu hromatogrāfijas mērījumiem var izmantot tikai procesus, kuros lieto nātrija metilātu vai dimetilsulfātu,
- lai pagatavotu metilesterus taukainajām vielām, kas mazos daudzumos iegūtas sadalīšanā ar plānslāņa hromatogrāfiju, ir jāizmanto metanola-heksāna-sērskābes process.

Nepārziņojamo vielu klātbūtni var neņemt vērā, ar nosacījumu, ka tās nav vairāk par 3 %, pretējā gadījumā metilesteri ir jāgatavo no taukskābēm.

## 1. PIEMĒROŠANAS JOMA

Aprakstīti pieci procesi taukainu vielu metilesteru pagatavošanai:

- a) ar nātrija metilātu;
- b) ar nātrija metilātu aizkausētā ampulā;
- c) ar metanolu-sālsskābi aizkausētā ampulā;
- d) ar dimetilsulfātu;
- e) ar metanolu-heksānu-sērskābi.

**A process**

## 2. PRINCIPS

Analīzei pakļaujamo taukaino vielu ar atteces dzesinātāju silda kopā ar metilspirtu un nātrija metilātu. Iegūtos metilesterus ekstrahē ar dietilēteri.

## 3. APARATŪRA

- 3.1. 100 ml kolba ar pieslēpētiem savienojumiem un ar atteces dzesinātāju, kura augšgalā pierīkota caurulīte ar natronkaļķiem.
- 3.2. 50 ml mērcilindri.
- 3.3. 5 ml mērpipete, graduēta pa 0,1 ml.
- 3.4. 250 ml dalāmās piltuves.
- 3.5. 200 ml kolba.

## 4. REAKTĪVI

- 4.1. Bezūdens metanols.

- 4.2. Aptuveni 1 % nātrija metilāta šķīdums metanolā; to pagatavo, izšķīdinot 0,34 g metāliska nātrija 100 ml bezūdens metanolā.
- 4.3. Dietilēteris.
- 4.4. 10 % nātrija hlorīda šķīdums.
- 4.5. Lakbenzīns ar vārīšanās temperatūru 40 līdz 60 °C.

#### 5. PROCEDŪRA

- 5.1. Ievieto 100 ml kolbā 2 g taukainās vielas, kas iepriekš izžāvēta uz nātrija sulfāta un nofiltrēta. Pievieno 35 ml metanola, uzliek dzesinātāju un dažas minūtes vāra ar atteci.
- 5.2. Pārtrauc sildīšanu, noņem dzesinātāju un ātri pielej 3,5 ml nātrija metilāta šķīduma; no jauna uzliek dzesinātāju un silda ar atteci vismaz 3 stundas. Metilēšana ir pabeigta, kad visa taukainā viela ir kļuvusi šķīdīga un reaaktīvu maisījums ir pilnīgi dzidrs istabas temperatūrā.
- 5.3. Atdziest un reaaktīvu maisījumu ielej 250 ml dalāmajā piltuvē, pievieno 35 līdz 40 ml etilētera, 100 ml ūdens un 5 līdz 6 ml 10 % nātrija hlorīda šķīduma. Sakrata un ļauj slāņiem atdalīties. Ūdens fāzi pārnes otrā dalāmajā piltuvē un vēlreiz ekstrahē ar 25 ml etilētera.

Apvieno ētera ekstraktus un pievieno 50 ml lakbenzīna ar vār. t° 40-60°C. Ūdeni atdala un izlej.

Ētera fāzi trīs reizes mazgā ar 10 līdz 15 ml ūdens, žāvē uz nātrija sulfāta un filtrē caur papīru, savācot filtrātu 200 ml kolbā.

Ietvaicē šķīdinātāju līdz 20 ml, procesu pabeidz virs ūdens vannas tīra slāpekļa straumē.

### B process

#### 2. PRINCIPS

Taukaino vielu, kas ir pakļaujama analīzei, apstrādā ar nātrija metilātu metanola šķīdumā aizkausētā ampulā pie 85 līdz 90 °C.

#### 3. APARATŪRA

- 3.1. Izturīga stikla ampula ar aptuveni 5 ml tilpumu (augstums 40 līdz 45 mm, diametrs 14 līdz 16 mm).
- 3.2. 1 ml mērpipete, graduēta pa 0,1 ml.

#### 4. REAKTĪVI

- 4.1. Aptuveni 1,5 % nātrija metilāta šķīdums metanolā. To pagatavo, izšķīdinot 0,50 g metāliska nātrija 100 ml bezūdens metanolā.

#### 5. PROCEDŪRA

- 5.1. Ievieto stikla ampulā 2 g taukainās vielas, kas iepriekš izžāvēta uz nātrija sulfāta un nofiltrēta. Pievieno 0,3 g (aptuveni 0,4 ml) nātrija metilāta šķīduma un aizkausē ampulu.
- 5.2. Iegremdē ampulu uz 2 stundām pie 85 līdz 90 °C, šad tad pakratot. Esterificēšanas process ir beidzies, ja ampulas saturs ir dzidrs pēc glicerīna un reaaktīvu atlikuma nogulsnešanās.
- 5.3. Atdziest istabas temperatūrā. Ampulu atver, kad metilesteri ir jālieto. Tie nav turpmāk jāapstrādā pirms ievadīšanas gāzu hromatogrāfā.

### C process

#### 2. PRINCIPS

Taukaino vielu, kas ir pakļaujama analīzei, apstrādā ar metanolu-sālskābi aizkausētā ampulā pie 100 °C.

### 3. APARATŪRA

- 3.1. Izturīga stikla ampula ar aptuveni 5 ml tilpumu (augstums 40 līdz 45 mm, diametrs 14 līdz 16 mm).
- 3.2. 1 un 2 ml kalibrētas pipetes.

### 4. REAKTĪVI

- 4.1. Sālsskābes šķīdums 2 % metanolā. To pagatavo no gāzveida hlorūdeņraža un bezūdens metanola (1. piezīme).
- 4.2. Heksāns, gāzu hromatogrāfijas kvalitātes.

### 5. PROCEDŪRA

- 5.1. Ievieto stikla ampulā 0,2 g taukainās vielas, kas iepriekš izžāvēta uz nātrija sulfāta un nofiltrēta, un pielej 2 ml sālsskābes-metanola šķīduma. Aizkausē ampulu.
- 5.2. Iegremdē ampulu uz 40 minūtēm, temperatūra 100 °C.
- 5.3. Atdzesē ampulu tekošā ūdenī, atver, pievieno 2 ml destilēta ūdens un 1 ml heksāna. Centrifugē un aizvāc heksāna fāzi, kas ir gatava lietošanai.

## D process

### 2. PRINCIPS

Taukaino vielu, kas ir jāpakļauj analīzei, pārziepjo ar kālija hidroksīda šķīdumu metilspirtā, pēc tam apstrādā ar dimetilsulfātu. Ja pievieno sālsskābi, notiek radušos metilesteru atdalīšanās. Ļoti tīrus metilesterus iegūst, pēc tam apstrādājot ar alumīnija oksīdu.

### 3. APARATŪRA

- 3.1. Izturīga mēģene, kuras ietilpība aptuveni 20 ml, ar 10/19 pieslīpēta stikla aizbāzni un drošības āķīšiem.
- 3.2. Atteces dzesinātājs ar 10/19 pieslīpēta stikla pievienojumu.
- 3.3. Stikla filtri, G 2 lieluma, ar 20 mm diametru.
- 3.4. Stikla mēģenes, kuru ietilpība ir aptuveni 10 ml, ar konisku apakšu.
- 3.5. 1 ml un 5 ml šļirces.

### 4. Reaktīvi

- 4.1. 10 % kālija hidroksīda šķīdums metilspirtā, gāzu hromatogrāfijas kvalitātes.
- 4.2. Zaļais bromkrezola indikators: 0,05 % šķīdums metilspirtā.
- 4.3. Dimetilsulfāts ( $\rho = 1,335$  pie 15 °C).
- 4.4. Koncentrēta sālsskābe ( $\rho = 1,19$ ), atšķaidīta vienādās daļās ar metilspirtu, kas ir gāzu hromatogrāfijas kvalitātes.
- 4.5. *Brockmann* alumīnija oksīds adsorbcijas hromatogrāfijai.

### 5. PROCEDŪRA

- 5.1. Ievieto 20 ml mēģenē 2,2 ml taukainās vielas, kas iepriekš izžāvēta uz nātrija sulfāta un nofiltrēta. Pievieno 5 ml kālija hidroksīda šķīduma un dažas kvarca granulas vārīšanās regulēšanai. Pievieno atteces dzesinātāju un uz mazas liesmas piecas minūtes kratot silda. Dzesināšana ir pabeigta, kad šķīdums ir dzidrs. Beidzot atdzesē tekošā ūdenī un noņem dzesinātāju.



- 5.2. Pievieno divus pilienus indikatora un lēni no šļirces pievieno 1 ml dimetilsulfāta. Hermētiski noslēdz mēģeni un divas līdz trīs minūtes krata, bieži ieliekot mēģenes apakšgalu verdošā ūdenī. Reakcija ir beigusies, kad indikators maina krāsu no zilās uz dzeltenu. Beidzot mēģeni atdzesē tekošā ūdenī, pēc tam atver un pievieno 5 ml sālskābes šķīduma metanolā.
- 5.3. Dažas sekundes krata, pēc tam mēģeni tur slīpi un viegli pa to paklāvē. Tas palīdz metilesteriem pacelties līdz virsmai eļļainas masas veidā (A piezīme).

Ar šļirci aizvāc metilesterus, ievieto mēģenē ar konisku apakšu, pievieno tādu alumīnija oksīda tilpumu, kas ir aptuveni vienāds ar ¼ no metilesteru tilpuma, sakrata un filtrē caur filtrpapīru.

A piezīme: ja metilesteri spontāni neatdalās, mēģenē pievieno 5 ml ūdens un sakrata.

## E process

### 2. PRINCIPS

Analīzei pakļaujamo taukaino vielu ar atceci silda ar metanolu-heksānu-sērskābi. Iegūtos metilesterus ekstrahē ar lakbenzīnu.

### 3. APARATŪRA

- 3.1. Apmēram 20 ml ietilpības mēģene ar aptuveni 1 m garu gaisa atceces dzesinātāju ar pieslēpētām pievienojuma vietām.
- 3.2. 5 ml mērpipete.
- 3.3. 50 ml dalāmā piltuve.
- 3.4. 10 ml un 25 ml mērcilindri.
- 3.5. 15 ml mēģene ar konisku apakšu.

### 4. REAKTĪVI

- 4.1. Metilēšanas reaktīvs: bezūdens metanols-heksāns-koncentrēta sērskābe ( $\rho = 1,84$ ), kuru tilpumu attiecība 75:25:1.
- 4.2. Lakbenzīns ar vārīšanās temperatūru 40 līdz 60 °C.
- 4.3. Bezūdens nātrija sulfāts.

### 5. PROCEDŪRA

- 5.1. No plānslāņa hromatogrāfijas plāksnes iegūto materiālu ievieto 20 ml mēģenē un pievieno 5 ml metilēšanas reaktīva.
- 5.2. Uzliek atceces dzesinātāju un 30 minūtes silda vāroša ūdens vannā (2. piezīme).
- 5.3. Maisījumu, izmantojot 10 ml destilēta ūdens un 10 ml lakbenzīna, kvantitatīvi pārnes 50 ml dalāmajā piltuvē. Enerģiski krata un ļauj fāzēm atdalīties, izvada ūdens fāzi, ētera slāni divreiz mazgā ar 20 ml destilēta ūdens. Dalāmajā piltuvē pievieno nedaudz bezūdens nātrija sulfāta, dažas minūtes nostādina un filtrē, savācot filtrātu 15 ml mēģenē ar konisku apakšu.

Šķīdinātāju iztvaicē virs ūdens vannas slāpekļa straumē.

1. piezīme: laboratorijā mazus daudzumus gāzveida hlorūdeņraža var viegli pagatavot, vienkārši pilinot pārdošanā esošajā sālskābē ( $\rho = 1,18$ ) koncentrētu sērskābi ( $\rho = 1,84$ ). Atbrīvotā gāze ir viegli izzāvējama, burbuļojot caur koncentrētu sērskābi. Tā kā hlorūdeņradi metanols viegli absorbē, to šķīdinot ir ieteicams veikt parastos piesardzības pasākumus, t.i., ievadīt gāzi caur mazu, otrādi apgrieztu piltuvi, kuras mala tikko pieskaras šķīduma virsmai. Hlorūdeņraža šķīduma metanolā lielus daudzumus var sagatavot iepriekš, jo tas pudelēs ar stikla aizbāžņiem tumšā nevaļojami saglabājas.

2. piezīme: vārīšanās norises kontrolei mēģenē ievieto stikla stienīti un ūdens vannas temperatūru ierobežo līdz 90 °C.

## XI PIELIKUMS

## GAISTOŠO HALOGENĒTO ŠĶĪDINĀTĀJU SATURA NOTEIKŠANA OLĪVEĻĻĀ

## 1. METODE

Gāzu hromatogrāfiskā analīze, ņemot paraugu gāzes fāzē (*head space* paņēmieni).

## 2. APRĪKOJUMS

- 2.1. Gāzu hromatogrāfs ar elektronu satveres detektoru (ECD).
- 2.2. Head space iekārta.
- 2.3. Gāzu hromatogrāfijas kolonna, 2 m gara un ar 2 mm iekšējo diametru. Nekustīgā fāze: OV101 10 % vai līdzvērtīga, ar ko piesūcināts izkarsēts diatomīts ar daļiņu lielumu 80 līdz 100 *mesh*, kas mazgāts ar skābi un silānizēts.
- 2.4. Nesējgāze un palīgāzote: slāpekļis gāzu hromatogrāfijai, piemērots detektēšanai ar elektronu satveri.
- 2.5. 10 līdz 15 ml stikla pudelītes ar teflona pārklājumu un alumīnija aizbāzni, caur ko var ievadīt šļirci.
- 2.6. Aizspiedņi hermētiskai noslēgšanai.
- 2.7. Gāzu šļirce 0,5 līdz 2 ml.

## 3. REAKTĪVI

Standarts: halogenēti šķīdinātāji, gāzu hromatogrāfijai piemērotas tīrības pakāpes.

## 4. PROCEDŪRA

- 4.1. Stikla pudelītē precīzi nosver aptuveni 3 g eļļas (pudelīti izmanto vienu reizi); to hermētiski noslēdz. To ieliek termostatā, kur temperatūra 70 °C, uz vienu stundu. Ar šļirci uzmanīgi paņem 0,2 līdz 0,5 ml no gāzes fāzes. To iešļircina šādi noregulēta gāzu hromatogrāfa kolonnā:
  - inžektora temperatūra: 150 °C,
  - kolonnas temperatūra: 70 līdz 80 °C,
  - detektora temperatūra: 200 līdz 250 °C.Var izmantot arī citas temperatūras ar nosacījumu, ka rezultāti paliek līdzvērtīgi.
- 4.2. Standartšķīdumi: pagatavo standarta šķīdumus koncentrāciju diapazonā 0,05 līdz 1 ppm (mg/kg) atbilstīgi paredzamajai parauga koncentrācijai, izmantojot rafinētu olīveļļu, kurā nav šķīdinātāju zīmju. Halogenētos šķīdinātājus var atšķaidīt ar pentānu.
- 4.3. Kvantitatīvais novērtējums: salīdzina parauga un standartšķīduma ar paredzamo tuvāko koncentrāciju piķu laukumus vai augstumus. Ja atšķirība ir lielāka par 10 %, analīze ir jāatkārto, salīdzinot ar citu standartšķīdumu, līdz atšķirība ir 10 % robežās. Saturu nosaka, pamatojoties uz atsevišķos iešļircinājumos iegūto vidējo lielumu.
- 4.4. Rezultātu izteikšana: ppm (mg/kg). Metodes noteikšanas robeža ir 0,01 mg/kg.

## XII PIELIKUMS

## NEAPSTRĀDĀTAS OLĪVEĻAS ORGANOLEPTISKĀ NOVĒRTĒŠANA

## 1. DARBĪBAS JOMA

Šīs metodes nolūks ir noteikt kritērijus, kas vajadzīgi neapstrādātas olīveļļas buķetes īpašību novērtēšanai, un attīstīt minētajai novērtēšanai vajadzīgo metodoloģiju.

## 2. PIEMĒROŠANAS JOMA

Aprakstītā metode ir piemērojama tikai tādas neapstrādātas olīveļļas organoleptiskajai novērtēšanai un klasifikācijai, ko var izmantot tiešam patēriņam. tā saistās ar neapstrādātas olīveļļas novērtēšanu atbilstīgi ciparu skalai, kas attiecas uz eļļas aromātiskajām īpašībām, saskaņā ar atlasītu degustētāju grupas spriedumu, kura strādā kā žūrija.

## 3. SENSORISKĀS ANALĪZES VISPĀRĪGIE PAMATJĒDZIENI

Sk. nodaļu ar virsrakstu "Sensoriskā analīze: vispārīgie pamatjēdzieni".

## 4. SPECIFISKI JĒDZIENI ATTIECĪBĀ UZ OLĪVEĻĻU

"*Atrojado*" (Asa): raksturīga buķete eļļai, kas iegūta no kaudzēs glabātām olīvām, kuru fermentācija ir krietni pārvirzījiesies.

*Ābolu piegarša*: olīveļļas buķete, kas atgādina šo augli.

*Augļu piegarša*: buķete, kas atgādina veselu, svaigu, labi nobriedušu augļu smaržu un garšu.

*Čagu piegarša*: raksturīga buķete, kas atgādina olīvu čagu smaržu un garšu.

*Deguma piegarša*: raksturīga eļļas buķete, ko rada pārlietu stipra un/vai pārāk ilga sildīšana ieguves laikā, jo īpaši, ja mīklu termiski maisa nepiemērotos apstākļos.

*Dūņu piegarša*: raksturīga buķete eļļai, kas ir iegūta, noliejot no nogulsnēm mucās vai pazemes cisternās.

*Esparto piegarša*: raksturīga buķete eļļai, kas iegūta no olīvām, spiežot jaunās esparto zāles (*Stipa tenacissima*, *Lygeum spartum*) mašās. Piegarša var būt atšķirīga, atkarībā no tā, vai mašas izgatavotas no svaigas vai žāvētas esparto zāles.

*Gurķu piegarša*: buķete, kas rodas, ja eļļa pārāk ilgi ir bijusi hermētiski noslēgta, jo īpaši skārda traukos, ko attiecina uz 2,6-nonadienāla veidošanos.

*Ienākušos olīvu piegarša*: buķete olīveļļai, kas iegūta no gatavām olīvām, parasti tai ir neizteiksmīga smarža un salda garša.

*Kūniņu piegarša*: raksturīga buķete, kas iegūta no olīvām, ko stipri bojājušas olīvu mušas (*Dacus oleae*) kūniņas

*Mandelu piegarša*: šī buķete var parādīties divos veidos: piegarša, kas raksturīga svaigām mandelēm, vai smarža un garša, kas īpaša žāvētām nebojātām mandelēm, kuru var sajaukt ar sasmakuma rašanās sākumu. Skaidri izšķiramu garšu uztver kā pēcgaršu, ja eļļa paliek saskarē ar mēli un aukslējām. Attiecas uz saldām eļļām, kam ir neizteiksmīga smarža.

*Metāla piegarša*: buķete, kas atgādina metālu. Raksturīga eļļām, kas nepiemērotos apstākļos ir bijušas ilgstoši saskarsmē ar pārtiku vai metāliskām virsmām drupināšanas, maisīšanas, spiešanas vai glabāšanas laikā.

*Pliekana*: piegarša, kuras organoleptiskās īpašības aromātisko sastāvdaļu zuduma dēļ ir ļoti vāji izteiktas.

*Pelējuma piegarša*: raksturīga buķete eļļām, kas iegūtas no olīvām, kurās, vairākas dienas glabājot kaudzēs mitrumā, ir attīstījies liels daudzums sēnīšu un raugu.

*Rupja*: raksturīga sajūta par dažām eļļām, ko pagāršojot rodas biežuma un mīkļveidīguma sajūta.

*Rūgtā:* raksturīga smarža un garša eļļām, kas iegūtas no zaļām olīvām vai olīvām, kas maina krāsu. Tā var būt vairāk vai mazāk patikama atkarībā no intensitātes.

*Sakņu/dārzeņu ūdens piegarša:* raksturīga piegarša, ko eļļa iegūst sliktas noliešanas dēļ un ilgstošas saskarsmes dēļ ar ūdeni.

*Salda:* patikama garša, ne tieši cukuram līdzīga, bet atrodama eļļā, kurā rūgtā, savelkošā un sīvā pazīme nav dominējoša.

*Sālsūdens piegarša:* buķete eļļai, kas ekstrahēta no sāļos šķīdumos konservētām olīvām.

*Sasmakusi:* raksturīga buķete, kas kopīga visām eļļām un taukiem, kuri ilgā saskarē ar gaisu ir autooksidējušies. Šī buķete ir nepatikama un nav labojama.

*Savelkoša:* raksturīga sajūta dažām eļļām, kuras degustējot, mutē rodas savelkoša sajūta.

*Siena piegarša:* dažām eļļām raksturīga buķete, kas atgādina vairāk vai mazāk sažuvušu zāli.

*Smēreļļas piegarša:* smarža olīveļļai, kas ekstrahēta ražotnē, kur petrolejas, mašīneļļas vai minerāleļļas atliekas nav pilnīgi iztīrītas no mašīnām.

*Spiedes piegarša:* raksturīga buķete eļļai, kas iegūta no olīvām, kuras spiestas netīrās spiedes mašīnās, kurās ir palikuši fermentēti atlikumi.

*Veca:* raksturīga buķete eļļai, kas pārāk ilgi ir turēta glabāšanas tvertnēs. Var parādīties arī eļļās, kas pārāk ilgu laiku ir bijušas iepakotas.

*Vīna un etiķa piegarša:* dažām eļļām raksturīga piegarša, kas atgādina vīnu vai etiķi. Galvenokārt etiķskābes, etilacetāta un etanola lielāku daudzumu veidošanās dēļ, nekā parasti ir olīveļļas aromātā.

*Zāles piegarša:* dažām eļļām raksturīga buķete, kas atgādina nesen pļautu zāli.

*Zaļumu piegarša (rūgtā):* piegarša eļļai, kas iegūta no pārlietu zaļām olīvām vai olīvām, kas ir spiestas ar lapām un zariņiem.

*Zemes piegarša:* raksturīga buķete eļļai, kas iegūta no olīvām, kuras ievāktas ar zemi vai dubļiem uz tām un nav nomazgātas. Šī buķete dažreiz var būt kopā ar mitruma un pelējuma smaržu un garšu.

*Ziepju piegarša:* buķete, kas rada ožas un garšas sajūtas, kas atgādina zaļo ziepju radītās sajūtas

## 5. GLĀZE EĻĻAS DEGUSTĒŠANAI

Sk. nodaļu "glāze eļļas degustēšanai".

## 6. DEGUSTĒŠANAS TELPA

Sk. nodaļu "norādījumi par degustēšanas telpas iekārtojumu".

## 7. APRĪKOJUMS

Katrā kabīnē nodrošina šādu aprīkojumu, kas ir vajadzīgs, lai degustētājs pienācīgi veiktu savu uzdevumu, un kam jābūt viegli aizsniedzamam:

- glāzes (standartizētas) ar paraugiem, kas apzīmēti ar uzrakstu, kurš sastāv no diviem nejauci izvēlētiem cipariem vai diviem cipariem un burtiem. Apzīmē ar nenodzēšamu zīmuli bez smaržas,
- pulkstenstikli ar identiskiem apzīmējumiem glāžu apsegšanai,
- vērtēšanas lapa (sk. 2. zīmējumu) ar lietošanas instrukcijām,
- zīmulis vai pildspalva,
- mazas paplātes ar ābola šķēlītēm,
- glāze ūdens apkārtējās vides temperatūrā.

## 8. METODOLOĢIJA

Šī iedaļa nosaka, kādas iepriekšējās zināšanas ir vajadzīgas, lai izdarītu neapstrādātas olīveļļas sensoriskās analīzes, un tā mēģina standartizēt degustētāju rīcību un procedūru, kuri piedalās šādās analīzēs un kuriem jābūt informētiem par vispārējiem un specifiskiem ieteikumiem olīveļļas degustēšanā.

### 8.1. Žūrijas organizētāja vai pārbaudes vadītāja pienākumi

Žūrijas organizētājs ir atbilstīgi apmācīta zinoša persona, kas ir lietpratējs attiecībā uz eļļu veidiem, ar kuriem viņš sastapsies darba gaitā. Viņš ir galvenais žūrijā un ir atbildīgs par tās organizēšanu un gaitu. Viņš pietiekami savlaicīgi uzaicina degustētājus un atrisina neskaidrības, kādas tiem varētu būt attiecībā uz pārbaucēju izdarīšanu, bet atturas sniegt kādu atzinumu par paraugu.

Viņš atbild par aprīkojuma nokomplektēšanu un par tā pienācīgas tīrības nodrošināšanu, par paraugu sagatavošanu un kodēšanu un par to piedāvāšanu degustētājam saskaņā ar atbilstīgu eksperimenta plānu, kā arī par iegūto datu savākšanu un statistisko apstrādi tā, lai ar iespējami mazāku piepūli iegūtu vislabākos rezultātus.

Pārbaudes vadītāja darbam ir vajadzīgas jutekļu iemaņas, pedantiskums pārbaucēju sagatavošanā un stingra kārtība to priekšdarbos, kā arī iemaņas un pacietība pārbaucēju plānošanā un izpildē. Pārbaudes vadītāja pienākums ir motivēt žūrijas locekļus, veicinot viņu ieinteresētību, zinātkāri un sacensības garu. Viņš nodrošina, ka viņa atzinums nav zināms, un aizkavē iespējamās toņa noteicējus ietekmēt pārējos degustētājus. Viņš ir arī atbildīgs par degustētāju mācībām, atlasī un uzraudzību, lai pārliecinātos, vai viņi saglabā atbilstīgu piemērotības līmeni.

### 8.2. Analīzes apstākļi

#### 8.2.1. Parauga lielums

Katrā glāzē ir 15 ml eļļas.

#### 8.2.2. Analīzes temperatūra

Analizējamo eļļu paraugus glabā glāzēs  $28\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  temperatūrā. Šī temperatūra ir izvēlēta tādēļ, ka tā ir vislabākā, lai viegli novērotu organoleptiskās atšķirības, kad eļļas lieto kā garšas piedevu parastajā temperatūrā. Cits faktors, kas noskaņo par labu šim lielumam, ir tas, ka augstākās vai zemākās temperatūrās vai nu aromātiskās sastāvdaļas slikti gaist, vai arī rodas tādas gaistošas sastāvdaļas, kas ir raksturīgas karstētām eļļām.

#### 8.2.3. Pārbaucēju laiks

Eļļu analīzēm vislabākais laiks ir rīts. Ir pierādīts, ka attiecībā uz garšu un ožu dienas laikā ir vislabākās uztveres laika posmi.

Pirms ēdienreizes ir laika posms, kurā garšas un ožas jutība palielinās, bet pēc ēdienreizes šī uztvere samazinās.

Tomēr šo kritēriju nav jāpiemēro līdz galējībai, kad izsalkums var traucēt degustētājus, tā samazinot viņu izšķirtspējas un jo īpaši ietekmējot viņu gaumes un izvēles kritērijus.

## 9. DEGUSTĒTĀJI

Cilvēkus, kas darbojas kā degustētāji organoleptiskās analīzēs, ko izdara ēdamajām olīveļļām, ir mācīti un atlasīti saskaņā ar viņu iemaņām atšķirt līdzīgus paraugus; jāpatur prātā, ka viņu precizitāte uzlabosies mācību gaitā (sk. attiecīgo iedaļu).

Analīzei ir vajadzīgi 8 līdz 12 degustētāji, kaut arī ir lietderīgi dažus papildu degustētājus turēt rezervē, lai nodrošinātos pret iespējamu prombūtni.

### 9.1. Vispārēji ieteikumi kandidātiem un degustētājiem

Šie ieteikumi piemērojami kandidātu un degustētāju rīcībai darba laikā.

Ja pārbaudes vadītājs ir uzaicinājis piedalīties organoleptiskā analīzē, degustētājam ir jāvar piedalīties iepriekš noteiktā laikā, un viņš ievēro šādus priekšrakstus.

- 9.1.1. Viņš nesmēķē vismaz 30 minūtes pirms analīzei noteiktā laika.
- 9.1.2. Viņš nelieto smaržas, kosmētiskos līdzekļus vai ziepes, kuru smarža var saglabāties līdz analīzes laikam. Roku mazgāšanai viņš lieto nesmaržīgas vai iesmaržinātas ziepes, pēc tam viņš tik ilgi skalo un slauka rokas, cik vajadzīgs, lai likvidētu jebkuru smaržu.
- 9.1.3. Viņš neēd vismaz vienu stundu pirms degustācijas.
- 9.1.4. Ja degustētājs jūtas fiziski slikti un, jo īpaši, ja ir ietekmēta viņa oža vai garša vai ja viņš ir psiholoģiskā iespaidā, kas neļauj viņam koncentrēties darbam, tad viņš attiecīgi informē pārbaudes vadītāju, lai tiktu atbrīvots no analīzes vai lai tiktu pieņemti atbilstīgi lēmumi, ņemot vērā iespējamās atkāpes no pārējās žūrijas daļas vidējiem lielumiem.
- 9.1.5. Ja degustētājs ir izpildījis iepriekš minētos priekšrakstus, viņš iespējami klusi un mierīgi ieņem vietu viņam atvēlētajā kabīnē.
- 9.1.6. Apsēdies viņš pārbauda, vai viņam ir pareizais aprīkojums un vai tas ir pareizi sakārtots, un pārlicinās, ka uzraksts uz glāzes atbilst uzrakstam uz pulkstenstikla.
- 9.1.7. Viņš uzmanīgi izlasa norādījumus vērtēšanas lapā un nesāk pētīt paraugu, pirms nav pilnīgi drošs par veicamo uzdevumu. Ja rodas šaubas, viņš konfidenciali apspriež radušās grūtības ar pārbaudes vadītāju.

- 9.1.8. Degustētājs paņem glāzi, paturot to apsegtu ar pulkstenstiklu, un lēni pieliec to; pēc tam viņš glāzi pieliektā stāvoklī apgroza, lai iespējami vairāk samitrinātu glāzes iekšpusi. Kad šis posms ir pabeigts, viņš noņem pulkstenstiklu un paosta paraugu, izdarot vienmērīgus, lēnus, dziļus elpas vilcienus, līdz ir izveidojies spriedums par novērtējamo eļļu. Ostīšana nav ilgāka par 30 sekundēm. Ja šajā laikā nav izdarīts slēdziens, pirms atkārtota mēģinājuma degustētājs nedaudz atpūšas. Kad analīze ar ožu ir izdarīta, degustētājs novērtē buketi (kopējais ožas, garšas un taustes sajūtu iespaids). Lai to izdarītu, viņš ieņem mazu malku, aptuveni 3 ml eļļas. Ir ļoti svarīgi izdalīt eļļu pa visu mutes dobumu no mutes un mēles priekšējās daļas gar mēles sāniem līdz tās aizmugures daļai un mikstajām ausklējām, jo ir zināms, ka četru pamatgaršu — saldās, sāļās, skābās un rūgtās sajūtas — intensitāte mainās atkarībā no mēles un ausklēju rajona.

Ir jāuzsver, ka ir būtiski ļoti lēni izdalīt pietiekamu daudzumu eļļas pāri mēles aizmugures daļai virzienā uz barības vadu, kamēr degustētājs koncentrējas uz secību, kādā parādās rūgtuma un sīvuma kairekļi; ja tā nerīkojas, abi šie kairekļi dažās eļļās var palikt nepamanīti vai arī rūgtumu var nomākt sīvums.

Izdarot īsas, secīgas ieelpas, ievērojot gaisu caur muti, degustētājs var ne vien plaši izdalīt paraugu pa visu muti, bet arī uztvert gaistošās aromātiskās sastāvdaļas caur deguna pakaļējo daļu.

Vērā ņem arī taustes sajūtu. Tātad atzīmē plūstamību, lipīgumu un asumu vai kodīgumu, ja tas ir konstatēts, un, ja tas analīzei vajadzīgs, tā intensitāti nosaka kvantitatīvi.

- 9.1.9. Organoleptiski novērtējot neapstrādātu olīveļļu, katrā analīzes reizē novērtē tikai vienu paraugu, lai izvairītos no kontrasta efekta, kas varētu rasties, tūlīt degustējot citus paraugus.

Tā kā secīgas degustācijas izraisa notrulinājumu vai jutīguma zudumu, ir svarīgi lietot produktu, kas var atbrīvot muti no iepriekšējās degustācijas eļļas paliekām.

Ir ieteicams lietot ābola šķēlīti (aptuveni 15 g), ko pēc sakošļāšanas var izspļaut spļaujamtraukā. Pēc tam muti izskalo ar nelielu daudzumu ūdens, kas ir apkārtējās vides temperatūrā. Starp vienas degustācijas beigām un nākošās nogaršošanas sākumu paiet vismaz 15 minūtes.

## 9.2. Kandidātu atlase

Šo posmu veic žūrijas organizētājs, kas personiski intervē kandidātus, lai iepazītos ar viņu personībām un apkārtesošo vidi. Fizioloģiskie un psiholoģiskie nosacījumi, kādiem ir jāatbilst kandidātiem, nav sevišķi stingri, jo teorētiski katrs normāls cilvēks var ņemt dalību. Tādus faktorus kā dzimums, vecums, īpaši ieradumi (smēķēšana) utt. pašlaik ir aizstājuši citi, tādi kā veselība, personiska ieinteresētība un tas, ka ir pieejams darbam vajadzīgais laiks.

Intervijas laikā žūrijas organizētājs kandidātam izskaidro uzdevuma īpašības un to, cik aptuveni laika tas prasīs. Pēc tam no kandidāta viņš iegūst informāciju, kas dod iespēju novērtēt kandidāta ieinteresētību un motivāciju, un faktiski pieejamo laiku. Turpmāk doto anketu var izmantot par pamatu.

## ANKETA

Lūdzu, atbildiet uz šādiem jautājumiem:

- |  |                          |                          |
|--|--------------------------|--------------------------|
|  | jā                       | nē                       |
| 1. Vai Jūs gribētu iesaistīties šajā darbā?  | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
|  | jā                       | nē                       |
| 2. Vai Jūs domājat, ka šis darbs varētu dot ieguldījumu pārtikas kvalitātes uzlabošanā iekšējā un starptautiskā tirgū?   | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 3. Ja jā, tad kāpēc? <sup>(1)</sup> .....  |                          |                          |
| .....  |                          |                          |
| .....  |                          |                          |
|  | jā                       | nē                       |
| 4. Jums būtu jābūt informētam par faktu, ka būs jāgaršo eļļas, kad Jūs aicinās to darīt. Vai Jūs būtu gatavs to darīt?   | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
|  | jā                       | nē                       |
| 5. Vai Jūs gribētu salīdzināt savas degustētāja iemaņas ar savu kolēģu iemaņām?  | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
|  | jā                       | nē                       |
| 6. Vai Jūs esat pieejams norunātā laikā? Vai Jūs esat pietiekami neatkarīgs, lai organizētu dienas darbu pēc saviem ieskatiem?   | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
|  | jā                       | nē                       |
| 7. Ja Jūs esat atkarīgs no priekšnieka, vai Jūs domājat, ka tad, ja Jums būtu jābūt prom no darba aptuveni pusstundu, dažos gadījumos pat vairākas dienas pēc kārtas, Jums atļautu tā darīt? | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
|  | jā                       | nē                       |
| 8. Vai Jūs spēsit savā darbavietā kompensēt laiku, kas zaudēts dēļ līdzdalības sensoriskās analizēs?   | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
|  | jā                       | nē                       |
| 9. Vai Jūs domājat, ka Jums būtu jāsaņem atlīdzība par šo darbu?   | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
|  | jā                       | nē                       |
| 10. Kāda veidā?  | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

Organizētājs izmanto šo informāciju, lai atlasītu kandidātus un noraidītu tos, kuri izrāda mazu ieinteresētību šādā darbā, kuri nav viegli pieejami vai nespēj skaidri izteikties.

### 9.3. "Vidējā sliekšņa" noteikšana grupā attiecībā uz raksturīgām pazīmēm

Rūpīgi izvēlieties četras eļļas, par kurām uzskata, ka katrai piemīt viena no šādām pazīmēm: "atrojado" (asa), ar vīna piegāršu, sasmakusi un rūgta, un ka šai īpašībai ir tik liela un skaidri izteikta intensitāte, cik tas iespējams.

No katras eļļas alikvotas daļas un piemērota substrāta sagatavo atšķaidījumu rindas, kurās katra nākamā atšķaidījuma koncentrācija ir divreiz mazāka par iepriekšējo, līdz tādām atšķaidījumiem, kad nav nosakāma nekāda atšķirība starp glāzi, kurā ir tikai substrāts un glāzēm ar diviem vai trim pēdējiem atšķaidījumiem. Pēdējais pāris ir divas glāzes ar substrātu.

Papildina rindas ar glāzēm, kas satur augstākas koncentrācijas, līdz rindā ir astoņas glāzes.

Sagatavo pietiekamus daudzumus dažādu koncentrāciju paraugu tā, lai katram kandidātam varētu iedot katras īpašības pilnu rindu.

Lai noteiktu kandidātu "vidējo sliekšni" katrai īpašībai, katram no viņiem iedod vienu glāzi, kurā ir 15 ml parauga jebkurā sagatavotajā koncentrācijā, un otru glāzi, kurā ir vienīgi 15 ml substrāta.

Pēc analīzes izdarīšanas kandidāts norāda, vai glāžu saturs ir vienāds vai atšķirīgs.

Atkārtoti to pašu analīzi ar attiecīgās pazīmes atlikušajiem paraugiem.

<sup>(1)</sup> Aprakstiet, ko var gūt, organoleptiski novērtējot jebkuru pārtikas produktu vai, ja vēlaties, olīveļļu.

Atzīmē katrai koncentrācijai visu degustētāju iegūto pareizo atbilžu skaitu un izsaka šo skaitli kā procentus no izdarīto pārbažu skaita.

Pēc tam augošā secībā atliek analizētās koncentrācijas kā abscisas un katras koncentrācijas pareizās identifikācijas procentus kā ordinātas.

Šo instrukciju praktisks piemērs ir parādīts 1. zīmējumā. Noteikšanas sliekšni nosaka, ekstrapolējot ordinātas punktu, kas pārstāv 75 % pareizu novērtējumu no līknes uz abscisu.

Šai "sliekšņa" koncentrācijai, kas var būt atšķirīga katrai sākumā ņemtajai eļļai, jo tā ir atkarīga no klātesošās pazīmes intensitātes, vajadzētu būt līdzīgai dažādās kandidātu grupās, atšķirīgās žūrijās; tā nav saistīta ar paradumu vai tendenciozu gaumi. Tātad tā ir visām parastām cilvēku grupām kopīgs atskaites punkts un to var izmantot, lai dažādās žūrijas padarītu viendabīgas tikai pēc to ožas un garšas jutības.

Pamatojoties uz grupas iegūto sliekšņa koncentrāciju, rīkojas šādi:

Pagatavo pieaugošas un krītošas koncentrācijas tā, lai "sliekšņa koncentrācija" būtu skalas 10. vietā. Protams, 11. un 12. koncentrācija būs atšķaidītāka, tādēļ būs grūtāk noteikt izvēlētas pazīmes klātbūtni eļļai, kurai tā piemīt.

Ņemot par pamatu  $C_{10}$  koncentrāciju, atlikušos paraugus var pagatavot saskaņā ar šādu formulu:

$C_{10} \times a^n$  kur  $a$  ir konstante, atšķaidīšanas koeficients, kas ir vienāds ar 1,5, un  $n$  ir pakāpes rādītājs, kas mainās starp 9 un 2.

Piemērs: pieņem, ka sasmakušai eļļai iegūtais sliekšnis ir 0,32. Tātad  $C_{10} = 0,32$ , uz ko pamatojoties, ja  $a = 1,5$ , paraugu rindām būs šādas koncentrācijas.

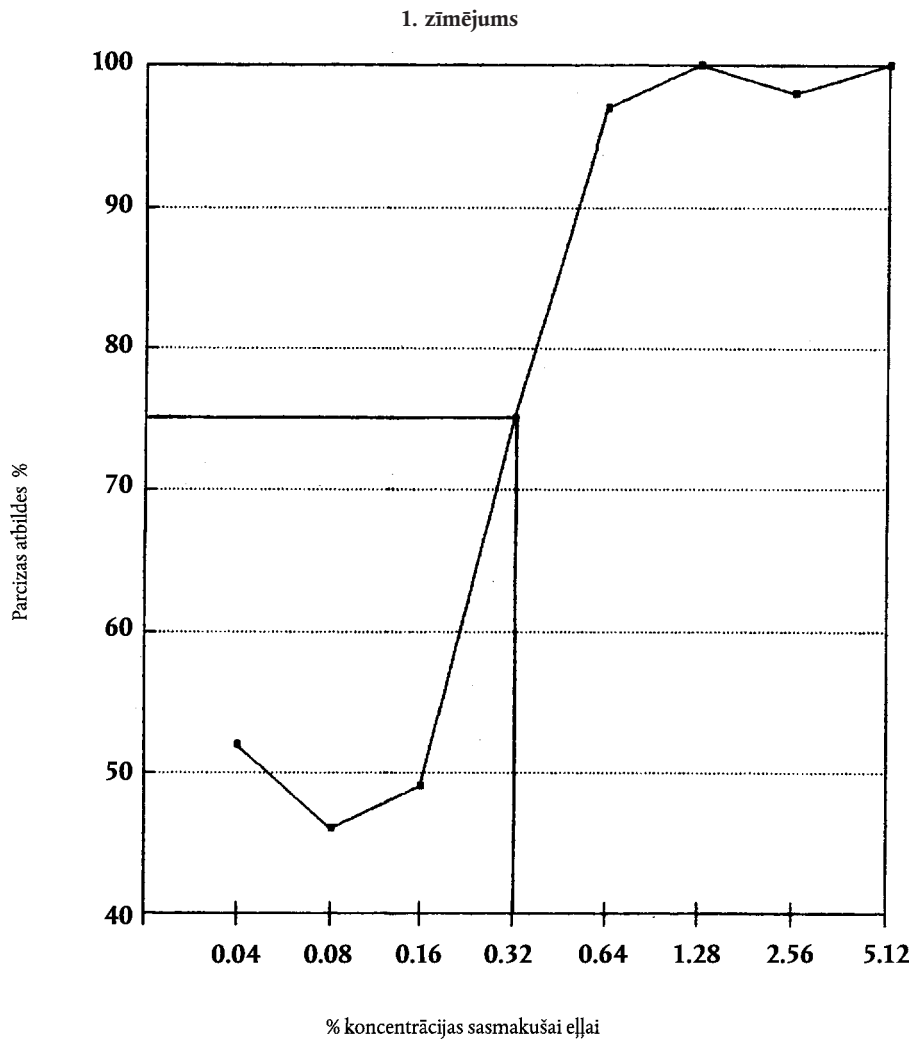
Paraugi	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Koncentrācija	12,30	8,20	5,47	3,65	2,43	1,62	1,08	0,72	0,48	0,32	0,21	0,14

Ja iepriekš minēto procedūru atkārtoti trim atlikušajām pazīmēm, pamatojoties uz to attiecīgajiem sliekšņiem, ko arī aprēķina, kā iepriekš norādīts, tad skalas ar līdzīgām aromātu intensitātēm katram kaireklam iegūst visām laboratorijām, pat ja sākumā ņemto eļļu defekti var būt uztverami dažādās intensitātēs.

#### 9.4. Degustētāju izvēle ar intensitāšu novērtējuma metodi

Izvēles procedūrā būtu jābūt divas līdz trīs reizes vairāk kandidātu, nekā ir vajadzīgs žūrijai tā, lai varētu izvēlēties cilvēkus ar labāko jutīgumu vai atšķiršanas spēju. Vienmēr ir ieteicams izmantot to pašu produktu, kas vēlāk būs jāanalizē (tātad vienmēr izmantot olīveļļu).





Izvēloties metodi, ir jāņem vērā, ka bez tam, ka pieņemtā procedūra ir efektīva, tai ir jābūt arī iespējami ekonomiskai attiecībā uz eļļas daudzumu, izlieto to paraugu skaitu un izvēlei patērēto laiku. Izvēles procedūras efektivitāti nosaka trīs šādu atkarīgo mainīgo optimālo līmeņu izvēle: a) izmaksas, ko nosaka pārbaužu skaits; b) potenciāli piemēroto kandidātu daļa, kas diemžēl nejauši ir izslēgti atlases laikā, un c) kandidātu daļa, kas nejauši ir izturējuši izvēles procesu, kaut arī nav piemēroti.

Izvēles procedūra, intensitāšu novērtējuma metode, kas ir aprakstīta ASTM (*American Society for Testing and Materials*), STP (*Special Technical Publication*) No 440, page 53, ir mainīta četros jautājumos:

- 1) paraugu skaita samazināšana rindās;
- 2) īpašību diapazona paplašināšana, lai palielinātu ožas un garšas nokrāsu skaitu, uz kurām pamatojas atlase, tā, lai tās pieskaņotu parastākajiem trūkumiem, kas ir sajūtami olīvēļļā;
- 3) koncentrāciju attiecības dažādošana rindās un
- 4) rezultātu statistiskā apstrāde.

*Vajadzīgais aprīkojums:*

- 1 500 ml pudeles vai stikla kolbas,
- tumšas krāsas degustācijas glāzes,
- graduētas 10, 15, 1 000 un 1 500 ml mēģenes.

*Vajadzīgie produkti:*

- Merck parafīns (atsauces Nr. 7 160, DAB 8, USP XX) vai eļļains substrāts bez garšas un smaržas (nesen rafinēta olīvēļļa vai tamlīdzīga eļļa),
- eļļas: "atrojado" (asa), ar vīna piegāršu, sasmakusi un rūgta.

## 9.4.1. Procedūra

Pēc atšķaidījumu sagatavošanas pāriet pie izvēles posma, sākot ar 25 kandidātiem, saskaņā ar metodiku, kas šeit turpmāk aprakstīta katram kaireklīm.

1. Sagatavo rindas, katrā pa 12 degustācijas glāzēm, kas apzīmētas ar kodu (viena rinda katram kandidātam). Katrā degustācijas glāzē attiecīgi ielej pa 15 ml dažādu koncentrāciju eļļas, kas sagatavotas saskaņā ar formulu  $C_{10} \times a^n$ .
2. Kad degustācijas glāzes ir piepildītas, tās vismaz vienu stundu pirms analīžu sākuma būtu jāatstāj apklātas ar pulksteņstikliem temperatūrā 20 līdz 22 °C, lai glāzes pieņemtu apkārtējās vides temperatūru.
3. Organizators pēc tam sakārto 12 degustēšanas glāzes rindā dilstošas koncentrācijas secībā.

Nākošais solis ir uzaicināt kandidātu izdarīt savu analīzi saskaņā ar šādiem norādījumiem.

## 9.4.2. Norādījumi kandidātiem

12 degustācijas glāzēs, kas ir sakārtotas kandidātu priekšā, ir atšķaidījumi, kas satur eļļu ar katru no kairekliem: "atrojado" (asumu), vīna piegāršu, sasmakumu vai rūgtumu. Atšķirīgs degustācijas glāžu satura faktors ir smaržas intensitāte. Glāze ar visintensīvāko smaržu ir vistālāk pa kreisi, un pārējās glāzes ir novietotas smaržas intensitāšu secībā virzienā pa labi. Pēdējai degustācijas glāzei pa labi var būt tik vāja smarža, ka varbūt būs neiespējami to noteikt.

Rīkojieties šādi: iepazīstieties ar katras degustācijas glāzes smaržu rindā! Lai to izdarītu, sāciet no labās puses (Nr. 12) un mēģiniet paturēt prātā visu smaržu intensitāti, pārlietu nenogurdinot maņu orgānus.

Kad jūtat, ka esat iegaumējuši smaržu koncentrāciju skalu, atstājiet telpu.

Pa to laiku organizators izņems vienu degustācijas glāzi no rindas un novietos to blakus pēdējai glāzei labajā pusē, sabīdot visas pārējās tuvāk tā, lai aizpildītu palikušo spraugu. Pēc tam atgriezieties telpā un turpiniet analīzi.

Analīze ietver šādas darbības.

No rindas izņemto glāzi ir jāatliek atpakaļ tās īstajā vietā. Lai to izdarītu, paodiet to un salīdziniet ar citām tik ilgi, cik vēlaties, paturot prātā, ka, lai to noliktu atpakaļ pareizi, tai ir jāsmaržo stiprāk par blakus pa labi esošo paraugu un jāsmaržo vājāk par blakus pa kreisi esošo paraugu. Šo analīzi atkārtojiet ar trim citām glāzēm.

Katram kandidātam papildus tikko aprakstītajiem norādījumiem izdod veidlapu, lai padarītu analīzi un atbilžu apkopošanu vieglāku.

## KANDIDĀTU IZVĒLE

Analīzes Nr. .... Pazīme .....

Izņemtās glāzes vieta Nr. ....

Datums ..... Vārds .....

## 9.4.3. Rezultātu iegūšana

Lai atvieglotu datu sakārtošanu, žūrijas organizētājs datus par katru kandidātu reģistrē šādi:

Kandidāta vārds	Pētītā īpašība	Uzdotais kārtas nr. (K')	Faktiskais kārtas nr. (K)	Gradācija (K' — K) <sup>2</sup>
.....	.....	.....	.....	.....
.....	.....	.....	.....	.....

## 9.4.4. Statistiskās vērtēšanas procedūra

Šajā īpašajā izvēles gadījumā degustācijas glāzes, kas ir jānovieto atpakaļ savā pareizajā vietā, visiem kandidātiem ir vienas un tās pašas. Saskaņā ar šim nolūkam izdarītajiem statistiskajiem aprēķiniem tās atbilst šādām vietām rindas secībā attiecībā uz katru pazīmi.

“Atrojado” — asa (Fy)	Vīna piegārša (W)	Sasmakusi (Rd)	Rūgta (Bt)
glāzes nr. (10, 5, 7, 2)	glāzes nr. (11, 3, 8, 6)	glāzes nr. (7, 4, 10, 2)	glāzes nr. (6, 3, 11, 9)

Numurs, kas atbilst glāžu stāvoklim rindas secībā, nedrīkst mainīties, jo šīs analīzes statistiskie aprēķini ir izdarīti, ņemot vērā varbūtību, ka glāzes nejauši tiks noliktas atpakaļ istajā vietā.

Lai padarītu ārkārtīgi grūtu informācijas nodošanu no viena kandidāta citam, žūrijas organizētājs nodrošina, ka:

- 1) ir izslēgta jebkura sazināšanās starp kandidātiem. Uzraksti katram kandidātam ir atšķirīgi;
- 2) ir izslēgta iespēja kandidātiem uzzināt izņemto glāžu vietu;
- 3) kaut arī visiem kandidātiem piedāvā tās pašas glāzes, ko iepriekš, kārtība, kādā tās tiek pasniegtas katram kandidātam, mainās.

Katram kandidātam pēc tam atkarībā no viņa veikuma vērtējumu piešķir šādi.

Apzīmē ar  $e^i_1, e^i_2, \dots, e^i_{12}$  12 glāzes, kurās ir pazīmes “i” 12 attiecīgas koncentrācijas (i var būt jebkura no četrām pazīmēm “atrojado” asa, vīna piegārša, sasmakusi un rūgta), kas sakārtotas krītošā intensitātes secībā.

Apzīmē ar  $e^i_k$  vienu no izņemtajām glāzēm un ar K vietu, ko kandidāts ir tai izvēlējis, novietojot atpakaļ rindā. Tātad K un K lielumi ir veseli skaitļi starp 1 un 12 ieskaitot, atbilstīgi izvēlētajās glāzes istajam vietas numuram un numuram, ko kandidāts attiecīgi ir izvēlējis.

Apzīmē ar T (maksimālā pieļaujamā novirze) iepriekš pieņemtu lielumu, kas mūsu gadījumā ir vienāds ar 3, tā kā, ja  $K' - K > T$ , tad kandidāts automātiski tiek noraidīts. (1)

Pretējā gadījumā, ja  $K' - K \leq T$ , tad kandidāts teorētiski ir pieņemts un var turpināt analīzi, jo viņš ir spējīgs novietot [glāzi ar atbilstošu] īpašību atpakaļ tās istajā vietā vai vismaz ļoti tuvu tai.

Šajā gadījumā kandidātam, kas ir novērtējis noteiktu kairekli (koncentrāciju), piemēram, “atrojado” — asas piegāršas rindā (Fy), piešķirtais vērtējums ir vienāds ar starpības kvadrātu starp pareizo glāzes kārtas numuru rindā un vietu, kurā kandidāts to ir novietojis. Tas ir:

$$Ph^{(Fy)} = (K' - K)^2.$$

Tā kā katrs kandidāts izdara šo darbību ar visām pazīmēm, kopā ar četrām intensitātes pakāpēm (koncentrācijas), atsevišķais vērtējums par pazīmi (piem., Fy) ir:

$$Z^{Fy} = P^{Fy}_n + P^{Fy}_j + P^{Fy}_l + P^{Fy}_m$$

Turpmāk ir doti daži piemēri, lai atvieglotu šīs darbības izpratni.

1. piemērs:

Pieņemsim, ka kandidāta A atbildes par četriem kairekļiem, kas izņemti no rindām, attiecībā uz “i” pazīmi ir šādas.

Glāzes pareizā vieta rindā (K)	Vieta, kurā to ir novietojis atpakaļ kandidāts (K')	Novirze no pareizā stāvokļa (K-K')
7	7	$7 - 7 = 0$
4	5	$4 - 5 = -1$
10	6	$10 - 6 = 4$ (1)
2	4	$2 - 4 = -2$

(1) Šis kandidāts ir noraidīts, jo viņš analizē ir ieguvis  $T > 3$ .

(1) Žūrijas organizētājam būtu jāsteidzina kandidāti pieņemami virzīties uz priekšu, tas ir, nezaudēt jutīgumu ožas noguruma dēļ.

2. piemērs:

Pieņemsim, ka kandidāts no jauna sakārto glāzes kādai pazīmei šādi:

Glāzes pareizā vieta rindā (K)	Vieta, kurā to ir novietojis atpakaļ kandidāts (K')	Novirze no pareizā stāvokļa (K-K')
7	7	7 - 7 = 0
4	4	4 - 4 = 0
10	7	10 - 7 = 3
2	3	2 - 3 = -1

Šis kandidāts nav noraidīts. Viņš ir ieguvis vērtējumu:

$$Z^i = 0^2 + 0^2 + 3^2 + (-1)^2 = 10$$

Kandidāta galīgais novērtējums, kas apstiprina viņa kā degustētāja pieņemšanu vai noraidīšanu atkarībā no viņa atbildēm par četrām attiecīgām pazīmēm, ir šāds:

$$P_h^{Fy} + P_j^{Fy} + P_l^{Fy} + P_m^{Fy} = Z^{Fy}$$

$$P_h^W + P_j^W + P_l^W + P_m^W = Z^W$$

$$P_h^{Rd} + P_j^{Rd} + P_l^{Rd} + P_m^{Rd} = Z^{Rd}$$

$$P_h^{Bt} + P_j^{Bt} + P_l^{Bt} + P_m^{Bt} = Z^{Bt}$$

$$Z_{\text{galīgais}} = Z^{Fy} \dots Z^{Bt}$$

kur: Fy = "atrojado" — asa

W = vīna piegārša

Rd = sasmakusi

Bt = rūgta

Tagad rodas jautājums, līdz kādam maksimālajam Z lielumam var uzskatīt, ka kandidātam ir labs uztveres, ožas atmiņas un prāta organizācijas līmenis, lai dotu pareizu atbildi pa četriem attiecīgajiem kairekļiem. Z lielumi, kas nav nulle, norāda, ka kandidāts ir pazinis skalas rajonus, no kuriem ir izņemtas izvēlētās intensitātes, bet šajos rajonos nav spējis noteikt pareizo vietu, jo viņa spēja atšķirt piedāvāto intensitāšu skalu vienai vai vairākām īpašībām nav apmierinoša.

Tādēļ ir jānosaka kritiskais lielums ( $Z_c$ ) tā, lai, ja kandidāts pēc nejaušās izlases novietotu atpakaļ visas glāzes vietās, ko viņš iepriekš ir pazinis, galīgā novērtējuma Z varbūtība, kas ir mazāka par  $Z_c$ , būtu pietiekami mazs lielums ( $\alpha$ ), ko var iepriekš uzdot. Citiem vārdiem sakot, ir jānodrošina, ka varbūtība, izraugoties žūrijai degustētāju, izmantojot šo procedūru, kas neuzrāda pietiekamu atšķiršanas spēju atlases procesā izmantoto kairekļu intensitātēm, ir mazāka par  $\alpha$ .

Ja  $\alpha$  lielums ir uzdots (mūsu gadījumā 0,05),  $Z_c$  iegūst no mainīgā Z varbūtības sadalījuma, kas savukārt ir atkarīgs no mainīgā P varbūtību sadalījuma (K').

Saskaņā ar attiecīgiem statistiskiem aprēķiniem  $Z_c$  lielums ir 34.

Ja ir iegūts Z novērtējums visiem kandidātiem, visi kandidāti, kuru vērtējums ir virs 34, tiek noraidīti.

Kā piemēru apskatīsim kandidātu A un B vērtējumu:

Īpašība	Kandidāts A	Kandidāts B
"atrojado" asa (Fy)	$Z^{Fy} = 10$	$Z^{Fy} = 12$
vīna piegārša (W)	$Z^W = 10$	$Z^W = 11$
sasmakusi (Rd)	$Z^{Rd} = 10$	$Z^{Rd} = 15$
rūgts (Bt)	$Z^{Bt} = 4$	$Z^{Bt} = 0$
	$\Sigma = 34$	$\Sigma = 38$

Ja diviem minētajiem kandidātiem attiecīgie Z lielumi ir 34 un 38, kandidātu A patur, bet kandidātu B noraida. Kad visi kandidāti ar vērtējumu virs 34 ir noraidīti, atlikušos iedala atbilstīgi viņu Z lielumiem, līdz ir izraudzīti 12 labākie kandidāti.

### 9.5. Mācības

Mācību posma galvenie mērķi ir šādi:

- a) iepazīstināt degustētājus ar daudzajiem neapstrādātu olīveļļu variantiem pēc smaržas, garšas un taustes;
- b) iepazīstināt degustētājus ar specifisko sensorisko analīžu metodoloģiju;
- c) palielināt individuālo prasmi pazīt, identificēt un kvantitatīvi novērtēt sensoriskās pazīmes un
- d) uzlabot jutīgumu un atmiņu attiecībā uz dažādām aplūkojamām īpašībām tā, lai gala rezultātā būtu precīzi un konsekventi novērtējumi.

Mācību posms atkarībā no žūrijas iespējām parasti ietver vairākas nodarbības un pētījumu, kura laikā pēc individuālas eļļu analīzes degustētāji ar žūrijas organizētāju apspriežas par grūtībām, kādas radās, un komentē dotos novērtējumus, lai unificētu kritērijus un atzinumus.

Pēc noteikta nodarbību skaita mācībās sasniegto līmeni novērtē kā pareizo atbilžu pieaugumu procentos, ja izmanto skaitlisku novērtējumu, vai arī analizē žūrijas individuālo novērtējumu vidējo lielumu izmaiņas, ja ievieš analīzes, kurās izmanto skalu.

Šā mācību posma praktiskais derīgums ir ļoti daudz apspriests, un pašlaik to uzskata par ļoti efektīvu un pat būtisku, ja ir jāiegūst precīzi, precīzi sensoriskie dati.

### 9.6. Veikuma pārbaudes

Pieredzējušu degustētāju žūrijas parasti izdara degustācijas regulāri un ilgstoši, ieskaitot sensoriskās analīzes, kas no viņu puses prasa lielu piepūli. No viņu sprieduma lielā vairumā gadījumu ir atkarīgi tehnoloģiski un komerciāli ļoti svarīgi lēmumi. Šā iemesla dēļ pēc izvēles un mācībām degustētāja veikums būtu jāpārbauda, lai nodrošinātu, ka viņu rezultāti ir precīzi.

Kad žūrijas ir izveidotas un parastā veidā pārbaudītas, acīmredzot ir vajadzīgs to veikumu regulāri pārbaudīt piemērotos laika posmos.

## 10. NEAPSTRĀDĀTAS OLĪVEĻĻAS ORGANOLEPTISKĀS NOVĒRTĒŠANAS PROCEDŪRA

Ja iepriekš minētajos standartos norādītie nosacījumi ir izpildīti, vajadzīgais aprīkojums ir pieejams un žūrija ir izraudzīta, katrs degustētājs osta un garšo <sup>(1)</sup> analizējamās eļļas paraugu, kas ir degustēšanas glāzē. Viņš analizē ožas, garšas, taktilo un kinestētisko uztveri, izmantojot 2. zīmējumā parādīto tabulu, kurā viņš atzīmē klātesošās pazīmes un to intensitātes pakāpes. Viņa nākamais solis ir novērtēt eļļas kvalitāti.

### 10.1. Izmantojiet 2. zīmējumā parādīto tabulu (buķetes apraksts un kvalitātes vērtējums).

Dažas no visraksturīgākajām sensoriskās uztveres pazīmēm, kas bieži sastopamas olīveļļās un kas apraksta to buķeti, ir uzskaitītas lappuses kreisajā malā. Ja degustētājs sastopas ar citiem kairekļiem, kas neatbilst uzskaitītajiem deskriptoriem, viņš tos atzīmē sadaļā "pārējie", izmantojot deskriptorus, kas tos raksturo iespējami precīzi.

Uztveramās īpašības novērtē samērā ar to intensitāti, ko norāda ar krustiņu (+) attiecīgajā ailītē saskaņā ar šādiem kritērijiem:

- 1: tikko uztverams,
- 2: vidējs,
- 3: viegls,
- 4: stiprs,
- 5: ļoti stiprs.

Lappuses labajā malā ir parādīta skala no 1 līdz 9 punktiem (9 — izcilai kvalitātei, 1 -vissliktākajai), ko degustētājiem izmantot, lai dotu pētāmajai eļļai vienu vispārēju novērtējumu. Vērtējums ir atbilstīgs eļļas labajām īpašībām un trūkumiem, kas jau atzīmēti lappuses kreisajā pusē.

<sup>(1)</sup> Žūrijas organizētājam būtu jānodrošina kandidātu pieņemamā ātrumā virzīties uz priekšu, tas ir, nezaudējot jutību ožas noguruma dēļ.

Vērtējuma tabulas pirmā sleja (trūkumi) ir sadalīta piecās iedaļās. Tātad eļļu iedalījums pamatojas, pirmkārt, uz to, ka pilnīgi nav klāt nevēlamas buķetes, kā arī uz to, cik nozīmīgas vai intensīvas šīs buķetes ir. Tomēr tā kā vērtējuma skala sasniedz 9 punktus, ir jāņem vērā dažas nianse vai aspekti, kas palīdz sasniegt izšķirošu lēmumu par kopējo kvalitātes novērtējumu un kas ir aprakstīti otrajā slejā ar virsrakstu "īpašības".

#### 10.2. Galīgais vērtējums

Pārbaudes vadītājs savāc katra degustētāja aizpildītās veidlapas un pārbauda, vai sensoriskās pazīmes un intensitātes, ar kurām šādas pazīmes ir uztvertas un reģistrētas, profila lapā sakrīt ar eļļas vērtējumu, kas ir ierakstīts vērtēšanas lapā. Ja ir ievērojama atšķirība, pārbaudes vadītājs lūdz degustētāju pārbaudīt savu vērtēšanas lapu.

Vajadzības gadījumā degustētājam būtu jāatkārto analīze.

Beidzot pārbaudes vadītājam būtu jāsaprot tabula ar visas grupas vērtējumiem un jāaprēķina aritmētiskais vidējais un vidējā lieluma kļūda.

Ja šā veida kļūda ir lielāka par metodes kļūdu, pārbaudes vadītājam ir jāuzdod visai grupai atkārtot vērtēšanu.

Vienīgi pārskatīšanas analīžu gadījumā grupa atkārtot analīzes, lai izdarītu paraugam trīs novērtējumus; gala vērtējums, uzdots ar vienu zīmi aiz komata, ir trīs vērtējumu vidējais lielums.

Ja vidējās intensitātes novērtējums rūgtumam un/vai sīvumam ir lielāks par 2,5, tad eļļa attiecīgi ir jāmarķē un ir jāreģistrē, ka tā ir rūgta un/vai sīva.

*Rezultātu izteikšana:* pamatojoties uz vidējo vērtējumu pārbaudes vadītājs nosaka parauga klasifikācijas kategoriju saskaņā ar I pielikumā noteiktajām robežām. Analīzes protokolā uzrāda tikai šo kategoriju.

*Piezīme:* paraugi ir jātur noslēgti ledusskapī līdz to analīzei un pēc katras analīzes ir jānovieto atpakaļ ledusskapī, līdz analīze ir izdarīta trīs reizes.

**2. zīmējums**  
**Neapstrādāta olīveļļa**

Profila lapa  
Atzīmes par ožas, garšas un taustes īpašībām <sup>(2)</sup>

	0	1	2	3	4	5
olīvu augļu (gatavu un zaļu) piegarša <sup>(1)</sup>						
ābolu piegarša .....						
citū gatavu augļu piegarša .....						
zaļumu (lapu, zaļes) piegarša .....						
rūgta .....						
sīva .....						
salda .....						
pārējās atļautās īpašības .....						
((norādiet, kādas) .....						
.....))						
skāba/vīna/etiķa/skābes piegarša <sup>(1)</sup> .....						
rupja .....						
metāla piegarša .....						
pelējuma piegarša <sup>(1)</sup> .....						
dūņu piegarša <sup>(1)</sup> .....						
asa (atrojādo) .....						
sasmakusi .....						
pārējās neatļautās īpašības .....						
((norādiet, kādas .....						
.....))						

Vērtējuma tabula

Trūkumi	Īpašības	Vispārējā novērtējuma punkti
nav	olīvu augļu olīvu augļu un citu svaigu augļu	9
		8
		7
viegla un tikko uztverama	vāja jebkura veida augļu garša un smarža	6
uztverama	diezgan slikta augļu garša un smarža, nenormālas smaržas un garšas	5
jūtama, uz pieļaujamības robežas	izteikti slikta, nepatīkamas smaržas un garšas	4
stipra un/vai ievērojama, skaidri uztverama	patēriņam pilnīgi nepie- ņemamas smaržas un garšas	3
		2
		1

Piezīmes: .....

Degustētāja vārds .....

Parauga apzīmējums .....

Datums: .....

<sup>(1)</sup> Nevajadzīgo svītrot.

<sup>(2)</sup> Uztvere:

0: (?),

1: tikko uztverama,

2: viegla,

3: vidēja,

4: stipra,

5: ļoti stipra.

**SENSORISKĀ ANALĪZE: PAMATJĒDZIENU VĀRDNĪCA**

1. DARBĪBAS JOMA  
Šā Standarta Nolūks Ir Apkopot Sensoriskā Analīzē Izmantojamos Vispārējos Terminus Un Dot To Definīcijas.
2. VĀRDNĪCA
  - 2.1. **Vispārējā terminoloģija**

*Sensoriskā analīze* (lietvārds):  
produkta organoleptisko pazīmju izpēte ar maņu orgāniem.

*Uztvere* (lietvārds):  
priekšmetu vai notikumu sensoriska apzināšana.

*Organoleptiska* (īpašības vārds) (pazīme):  
apraksta maņu orgāniem uztveramu produkta pazīmi.

*Eksperts* (lietvārds):  
(attiecībā uz organoleptisko pazīmju izpēti)  
degustētājs, kas ir specializējies īpaša produkta sensoriskā analīzē un kam ir pamatizpratne par produkta izgatavošanu un tā priekšrocībām tirgū.

*Degustētājs* (lietvārds):  
vērīga, jutīga, apmācīta persona, kas ir izraudzīta, lai ar maņu orgāniem novērtētu pārtikas organoleptiskās pazīmes.

*Žūrija*:  
vērtētāju grupa, kas ir īpaši izraudzīta un mācīta un kas sanāk kopā, lai izdarītu produkta sensorisko analīzi kontrolētos apstākļos.

*Sajūta* (lietvārds):  
subjektīva parādība, ko izraisa jutekļu sistēmas kairinājums. Šī parādība var subjektīvi atšķirties vai tikt objektīvi definēta pēc iesaistītā sajūtu orgāna, atkarībā no kairekļa veida, kvalitātes un intensitātes.

*Jutīgums* (lietvārds):  
spēja ar maņu orgāniem kvalitatīvi un kvantitatīvi uztvert mazas intensitātes īpašības vai mazas atšķirības starp kairekļiem.

*Degustēšana* (lietvārds):  
darbība, kas ietver produkta organoleptisko pazīmju uztveri, analīzi un vērtējumu, jo īpaši pārtikas produkta ožas, garšas, taustes un kinestētisko pazīmju uztveri, analīzi un vērtējumu.

*Pieņemšana* (lietvārds):  
darbība, kurā indivīds vai populācija labvēlīgi pieņem produktu.

*Harmonija* (lietvārds):  
produkta pazīme, kas rada vispārpatīkamu sajūtu. Šī sajūta rodas, uztverot produkta sastāvdaļas kā ožas, garšas, taustes un kinestētiskos kairekļus, tādēļ, ka tie ir klāt piemērotā koncentrācijā.

*Pieņemamība* (lietvārds):  
produkta stāvoklis, ko organoleptisko pazīmju dēļ labprāt iegādājas indivīds vai populācija.

*Izšķiršana* (lietvārds):  
kvalitatīva un/vai kvantitatīva atšķiršana starp diviem vai vairākiem kairekļiem.

*Kompensācija* (lietvārds):  
kairekļu apvienojuma savstarpējā iedarbība tādā veidā, ka tās dēļ katru no tiem uztver kā mazāk intensīvu, nekā tad, ja tas iedarbotos viens.



*Izskats* (lietvārds):

ar redzi uztveramo organoleptisko pazīmju kopums: lielums, forma, krāsa, valkanums, duļķainība, tīrība, šķidrība, putošana un dzirkstīšana. Šim terminam jānodrošina attiecībā pret terminu āriene.

*Pazīme* (lietvārds):

uztverama īpašība.

## 2.2. **Fizioloģiskie termini**

*Kaireklis* (lietvārds):

fizikāls vai ķīmiskais aģents, kas izraisa īpašu ārējo vai iekšējo jutekļu receptoru reakciju.

*Garša* (lietvārds)

(garšas sajūta)

sajūta, kuras receptori ir novietoti mutē, īpaši uz mēles, un ko aktivē dažādi savienojumi šķīdumā.

*Garša* (lietvārds):

apraksta produkta pazīmi, kas var stimulēt garšas aparātu, radot sajūtas, kas atbilst vienai vai vairākām pamatgaršām no četrām: saldai, sāļai, skābai un rūgtai.

*Receptors* (lietvārds):

maņu orgāna īpaša struktūra, ko var ierosināt un kas ir spējīga saņemt kairekli un to pārvērst nervu impulsos.

*Piezīme:* receptorus iedala atbilstīgi enerģijas veidam, kas saistās ar kairekli (gaismas, siltuma, skaņas utt.).

*Oža* (lietvārds):

ožas aparāta funkcija uztvert un atšķirt molekulas, kas to sasniedz gāzveida stāvoklī no ārējās vides tieši vai netieši caur degunu.

*Intensitāte* (lietvārds):

pazīmes enerģijas lielums, ko var izmērīt kvantitatīvā lielumu skalā, kuri pārsniedz robežlielumu.

*Adaptācija* (lietvārds):

īslaicīgas jutīguma izmaiņas, uztverot jutekliskos kairekļus, kas rodas ilgstošas atkārtotas pakļaušanas dēļ dotajam kaireklim vai tam līdzīgam kaireklim.

*Kavēšana* (lietvārds):

maņu orgāna vai tā daļas reakcijas trūkums, neraugoties uz piemērota kairekļa iedarbību, kura intensitāte pārsniedz sliekšni.

*Reakcija* (lietvārds):

darbība, ar ko jutekļu šūnas atbild uz vienu vai vairāku kairekļu iedarbību, kas attiecas uz doto maņu orgānu.

*Struktūra* (lietvārds):

taustes sajūta, ko uztver mutē un kas produktam piešķir blīvuma, stingrības, konsistences vai kompakta pakāpi.

*Smaržīgums* (lietvārds):

svaiga, patīkama, jauka smarža.

*Ostīt* (darbības vārds):

(aktīva nozīme attiecībā uz "ost")

apraksta smaržas uztveres aktu.

*Objektīvs* (īpašības vārds):

a) apraksta to, kas dod patiesu, pārbaudāmu objekta attēlojumu, iespējami samazinot cilvēka faktorus (piem., gaumi, ieradumus, sliekšmes);

b) apraksta tehniku, kas vai nu ar sensoriskām vai instrumentālām metodēm iespējami samazina pašinducētās kļūdas.

*Piezīme:* lietot terminu "instrumentāls" kā sinonīmu nav ieteicams.

*Subjektīvs* (īpašības vārds):

apraksta to, kas rada uztveri, kuru ietekmē ne vien kaireklis, bet arī mūsu domāšanas un sajūšanas veids.

*Kinestētika:*

sajūtu kopums, ko rada spiediens uz paraugu, tam kustoties mutes dobumā vai pirkstos (piemēram, saspiežot sieru ar pirkstiem).

*Slieksnis (lietvārds).**Absolūtais slieksnis:*

juteklisko kairekļu mazākais lielums, kas rada:

- sajūtas parādīšanos (kairekļa slieksnis vai noteikšanas slieksnis) vai
- sajūtas identifikāciju (uztveres slieksnis).

*Atšķirības slieksnis:*

jutekļu kairekļa mazākais lielums, kas rada uztveramu atšķirību sajūtas intensitātē.

*Galējais slieksnis:*

kairekļa maksimālais lielums, virs kura intensitātes pieaugums nav uztverams.

*Gaumes slieksnis:*

kairekļa mazākais kvantitatīvais lielums jeb šā kairekļa kritiskais virssliekšņa lielums, pie kura attiecībā uz neitrāliem kairekļiem parādās pievilkšanās vai atgrūšanās reakcija, piemēram, izvēlē starp cukura šķīdumu un ūdeni.

*Piezīme:* ir jāatsšķir absolūtais gaumes slieksnis un diferencētais gaumes slieksnis.

*Zemslieksnis (lietvārds):*

zem absolūtā sliekšņa.

*Virsslieksnis (lietvārds):*

virš absolūtā sliekšņa.

*Jutekļu notrulinājums:*

īpašs jutekļu adaptācijas veids, pie kura notiek jutības samazināšanās.

*Kompensācija (lietvārds):*

tāds kairekļu apvienojuma savstarpējās iedarbības rezultāts, ka tās dēļ katru no kairekļiem uztver kā mazāk intensīvu nekā tad, ja tas iedarbotos viens.

*Sinerģisks (īpašības vārds):*

attiecīgu vielu apvienota ietekme vai darbība, kurā organoleptisko pazīmju intensitāte, kas rodas no apvienojuma, ir lielāka par atsevišķi ņemto pazīmju intensitāšu summu.

*Kontrasta efekts:*

palielinājums reakcijā uz atšķirībām starp diviem vienlaicīgiem vai secīgiem kairekļiem.

Pretējs konverģences efektam.

*Konverģences efekts:*

samazinājums reakcijā uz atšķirībām starp diviem vienlaicīgiem vai secīgiem kairekļiem. Pretējs kontrasta efektam.

### 2.3. Terminoloģija, kas attiecas uz organoleptiskajām pazīmēm

*Skābs (īpašības vārds):*

- a) apraksta pirmējo garšas sajūtu, ko rada lielākās daļas skābu vielu atšķaidīti ūdens šķīdumi (piemēram, citronskābe, pienskābe, vīnskābe);
- b) apraksta tīru vielu vai maisījumu, kuri rada šo garšas sajūtu, pazīmi.

Atbilstošais lietvārds ir skābums.

*Skābens (īpašības vārds):*

apraksta ožas un garšas sajūtu, kurā galvenokārt dominē fermentācijā radušās skābes kā arī pārtikas produkti, kas izraisa šo sajūtu.

Daži faktori, kas dod ieguldījumu šajā sajūtā, attiecas uz fermentāciju, piemēram, pārtikas produkta pien-skābā vai etiķskābā rūgšana.

**Rūgts** (īpašības vārds):

- a) apraksta pirmējo garšas sajūtu, ko rada dažādu vielu, tādu kā hinīns, kofeīns un noteikti alkaloidi, atšķaidīti ūdens šķīdumi;
- b) apraksta tīru vielu vai maisījumu, kuri rada šo garšas sajūtu, pazīmi.

Atbilstošais lietvārds ir rūgtums.

**Sāļš** (īpašības vārds):

- a) raksturīga sajūta, ko uztver ar garšas maņu un kuras vistipiskāko piemēru rada nātrija hlorīda šķīdums;
- b) apraksta tīru vielu vai maisījumu, kas rada šo garšas sajūtu, pazīmi.

Atbilstošais lietvārds ir sāļums.

**Salds** (īpašības vārds):

- a) apraksta pirmējo garšas sajūtu, ko rada dažādu vielu, piemēram, saharozes ūdens šķīdumi;
- b) apraksta tīru vielu vai maisījumu, kuri rada šo garšas sajūtu, pazīmi.

Atbilstošais lietvārds ir saldums.

**Savelkošs** (īpašības vārds):

- a) apraksta sarežģītu sajūtu, ko mutē rada tādu vielu kā daži tanīni (piemēram, kakitanīns un dzelonplūmju tanīns) atšķaidīti ūdens šķīdumi;
- b) apraksta tīru vielu vai maisījumu, kuri rada šo sajūtu, pazīmi.

Atbilstošais lietvārds ir savilkšana.

**Buķete** (lietvārds):

buķete ir garšas, smaržas, taktilo un kinestētisko sajūtu apvienojums, kas vērtētājam dod iespēju identificēt un noteikt vairāku līmeņu labvēlīgu vai nelabvēlīgu spriedumu.

**Garša** (lietvārds):

- a) sajūtas, ko uztver, ja garšas kārpīņas stimulē dažas šķīstošas vielas;
- b) šādu vielu radītu īpašu sajūtu pazīme.

**Pamatgarša** (lietvārds):

jebkura no atšķirīgām garšām, kuras ir četras: salda, sāļa, skāba un rūgta.

**Smarža** (lietvārds):

- a) ožas orgāna uztvertu sajūtu apvienojums, ošot attiecīgas gaistošās vielas;
- b) šādu vielu radīta īpašas sajūtas pazīme.

**Aromāts** (lietvārds):

- a) patīkama sajūta, ko netieši uztver ožas orgāns, ja tiek degustēta barība;
- b) parfimērijā un nespecializētā valodā šo terminu arī izmanto tām pašām sajūtām, ko tieši uztver caur degunu.

**Pēcgarša; palikusī garša** (lietvārds):

sajūtu apvienojums, ko uztver pēc kairekļa izzušanas no mutes un kas atšķiras no iepriekš uztvertajām sajūtām.

**Aromātisks** (īpašības vārds):

- a) apraksta tīru vielu vai maisījumu pazīmi, kas nogaršojot rada sajūtas, kas pazīstamas kā aromāts;
- b) apraksta produktus, kas, tieši pētot caur degunu, rada smaržīguma un svaiguma sajūtas.

*Faktūra* (lietvārds):

produkta cietā vai reoloģiskā stāvokļa īpašības, kuru apvienojums degustēšanas laikā var stimulēt mehāniskos receptorus, īpaši tos, kas atrodas mutē.

*Piezīme:* šis termins attiecas tikai uz objektīvām pazīmēm, nevis uz radītajām sajūtām, kuras apraksta ar vispārējiem terminiem, tādiem kā konsistence, šķiedrainība, taukainība utt.

*Mutes apskalošana:*

darbība, ar kuru mutē esošā pārtika nonāk saskarē ar visām mutes jutīgajām vietām tā, lai varētu uztvert sajūtas, ko pārtika rada mutē.

*Piezīme:* šo vārdnīcu var paplašināt, ievērojot ISO standartu 5492, I līdz V daļu un citas publikācijas, tādas kā J. L. Magnen, *Les cahiers techniques du Centre National de Coordination des Études et Recherches sur la Nutrition et l'Alimentation* utt.

## GLĀZE EĻĻAS DEGUSTĒŠANAI

### 1. DARBĪBAS JOMA

Šā standarta mērķis ir aprakstīt pārtikas eļļu organoleptiskajai (smaržas, garšas, buketes) analīzei paredzētās glāzes īpašības.

Bez tam tas apraksta regulējamu sildītāju šīs analīzes pareizās temperatūras sasniegšanai un uzturēšanai.

### 2. GLĀZES APRAKSTS

1. zīmējuma mērķis ir noteikt šās ierīces vēlamās optimālās īpašības, kas ir šādas:

- vislielākā stabilitāte, lai novērstu glāzes noliekšanos un eļļas izšķakstīšanos;
- pamats, kas labi pieguļ sildītāja iedobumiem tā, lai glāzes apakša tiktu vienmērīgi sildīta;
- forma, kas ir platāka pie pamata tā, lai eļļas gaistošās sastāvdaļas viegli atbrīvotos, bet sašaurināta pie atvēruma, lai minētās sastāvdaļas viegli koncentrētos, nodrošinot to labāku uztveri un identificēšanu ar degunu;
- izgatavota no tumšas krāsas stikla, lai degustējais neuztvertu eļļas krāsu, tā novēršot iepriekš pieņemtus spriedumus un kavējot iespējamu noslieci vai tieksmju veidošanos.

#### 2.1. Izmēri

Glāze ir shematiski parādīta 1. zīmējumā, un tai ir šādi izmēri:

— kopējā ietilpība .....	130 ml ± 10 ml,
— kopējais augstums.....	60 mm ± 1 mm,
— atvēruma diametrs .....	50 mm ± 1 mm,
— glāzes diametrs platākajā vietā .....	70 mm ± 1 mm,
— pamata diametrs .....	35 mm ± 1 mm,
— glāzes biezums malās .....	1,5 mm ± 0,2 mm,
— glāzes pamata biezums .....	5 mm ± 1 mm.

Katra glāze ir aprīkota ar pulksteņstiklu, kura diametrs ir par 10 mm lielāks nekā glāzes atvērums. Šo pulksteņstiklu izmanto apsegšanai, lai novērstu aromāta zudumu un putekļu iekļūšanu.

#### 2.2. Izgatavošanas īpatnības

Glāzi izgatavo no izturīga stikla; tai ir tumša krāsa tā, lai nebūtu atšķirama satūra krāsa, un glāze ir bez skrāpējumiem vai burbuļiem.

Mala ir līdzena, gluda un atliekta.

Glāze ir rūdīta tā, lai izturētu temperatūras maiņas, kādām tā pakļauta analīzēs.

### 2.3. Lietošanas instrukcijas

Glāzes tīra ar nesmaržojošām ziepēm vai mazgāšanas līdzekli un pēc tam atkārtoti skalo, līdz mazgāšanas līdzeklis ir pilnīgi aizvadīts. Pēdējoreiz skalo ar destilētu ūdeni, pēc tam glāzes atstāj notecēties un pēc tam žāvē žāvēšanas skapī.

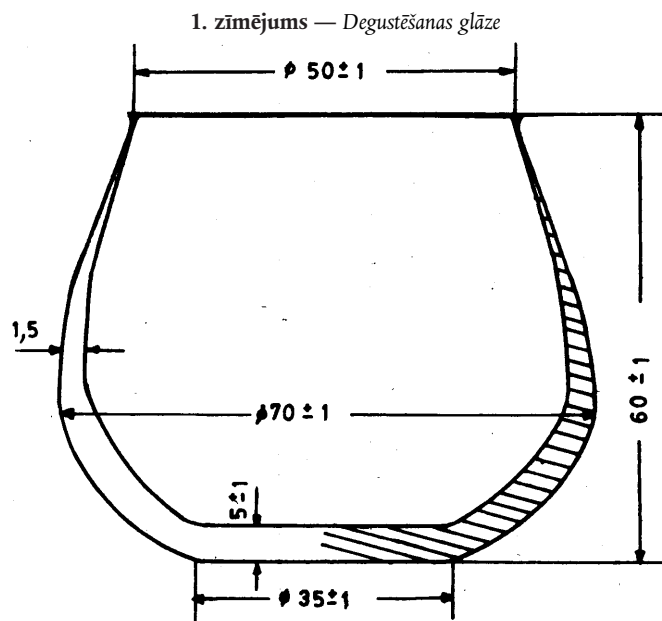
Nelieto ne koncentrētas skābes, ne hromu saturošus skābju maisījumus.

Glāzes glabā žāvēšanas skapī, līdz tās ir vajadzīgas lietošanai, vai trauku skapī, kurā tās ir aizsargātas no piesārņošanas ar ārējām smaržām.

Pirms lietošanas katru glāzi paosta, lai nodrošinātu, ka nav klāt nekādas ārējas smaržas. Analīzi sagatavojot, ir jā rūpējas, lai pierēģistrētu uzrakstu uz katras glāzes un glāzē esošo eļļu. Pārbaudes organizētājs ir vienīgā persona, kas zina uzrakstu un eļļas saistību.

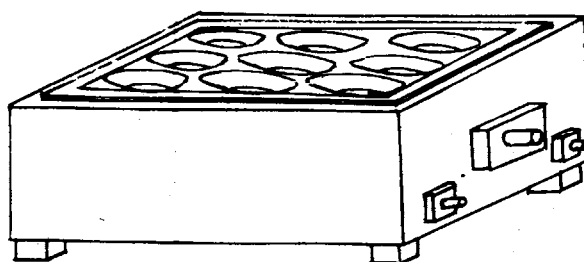
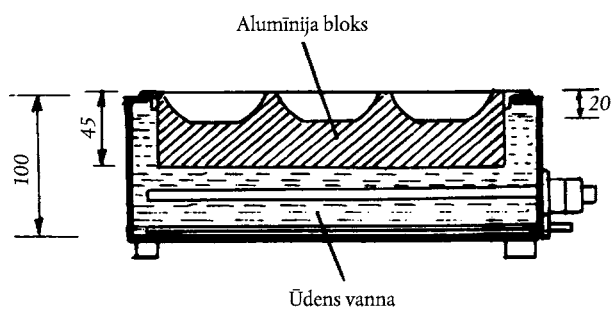
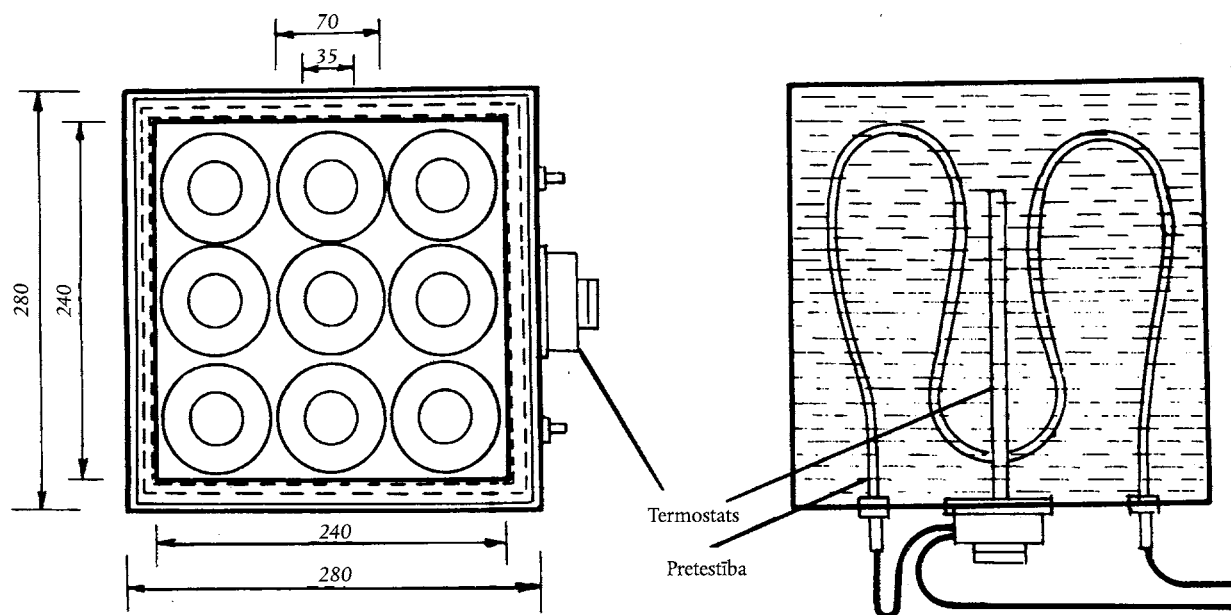
### 3. IERĪCE PARAUGU SILDĪŠANAI

Paraugus var organoleptiski pētīt noteiktā temperatūrā, kas eļļas gadījumā ir  $28 \pm 2$  °C. Šim nolūkam katrā kabīnē degustētājam sasniedzamā atstatumā ierīko sildītāju (sk. 2. zīmējumu). tas sastāv no alumīnija bloka, kas iegremdēts termostatējamā ūdens vannā, lai uzturētu nemainīgu temperatūru. blokam ir vairāki iedobumi, kas atbilst glāžu apakšpusēm. temperatūru starpība starp sildītāju un dažādu bloku iedobumos ievietotajās glāzēs esošo eļļu nav lielāka par  $\pm 2$  °C.



Izmēri (mm)

2. zīmējums — Ierīce paraugu sildīšanai (izmēri milimetros)



**NORĀDĪJUMI ANALĪZES TELPAS IERĪKOŠANAI****1. IEVADS**

Analīzes telpa ir paredzēta, lai nodrošinātu žūrijai, kas piedalās sensoriskajās analīzēs, ērtu standartizētu vidi, kas atvieglo darbu un palīdz uzlabot rezultātu atkārtojamību un reproducējamību.

**2. DARBĪBAS JOMA**

Šā standarta nolūks ir precizēt pamatnosacījumus, kas ir jāizpilda, iekārtojot analīzes telpu.

**3. VISPĀRĒJI NORĀDĪJUMI PAR IEKĀRTOJUMU**

Telpām neatkarīgi no lieluma (sk. 3.1. punktu) ir jāatbilst šādiem norādījumiem.

Tām jābūt patīkamām un piemēroti apgaismotām (sk. 3.2. punktu), bet neitrāla stila. Šajā nolūkā ir ieteicams nomierinošs, vienkāršs, gaišs sienu krāsojums tā, lai radītu atslābinošu atmosfēru <sup>(1)</sup>.

Telpas ir viegli tīrāmas un norobežotas no trokšņu avotiem; tātad tās, vēlams, ir skaņu necaurlaidīgas. Tās arī uztur brīvas no ārējām smaržām, šajā nolūkā tās, ja iespējams, aprīko ar efektīvu ventilācijas ietaisi. Ja vides temperatūras svārstības to prasa, pārbaužu telpa būtu jāaprīko ar gaisa kondicionētāju, lai gaisa temperatūra būtu tuvu no 20 līdz 22 °C.

**3.1. Izmēri**

Telpu izmēri bieži ir atkarīgi no laboratoriju vai uzņēmumu iespējām. Vispār tām jābūt pietiekami ērtām, lai iekārtotu 10 kabīnes un vietu paraugu sagatavošanai.

Tomēr ir acīmredzami, jo lielāka ir iekārtošanai paredzētā platība, jo labāk, tādēļ ka tādā gadījumā var nodrošināt palīgtelpas, piemēram, ierīču tīrīšanai, kulināriem priekšdarbiem un atklātām žūriju sanāksmēm.

**3.2. Apgaismojums**

Vispārējais apgaismojums no dienas gaismas vai spuldzēm (piemēram, dienas gaismas spuldzēm) ir vienmērīgs, regulējams un izkliedēts.

**3.3. Temperatūra un higrometriskie nosacījumi**

Telpās visu laiku ir patīkama temperatūra un patīkami higrometriskie apstākļi. Ja nav īpašu apstākļu, ir ieteicama 20 līdz 22 °C temperatūra un 60 līdz 70 % relatīvais mitrums.

**4. KABĪŅU APRAKSTS****4.1. Vispārējs raksturojums**

Sensorisko analīžu kabīnes telpā novieto citu citai blakus. Tās ir identiskas un ir atdalītas ar šķērssienām, kas ir pietiekami augstas un platas, lai izolētu degustētājus, ja viņi sēž.

Kabīnes var būt izgatavotas no jebkura piemērota materiāla, kas ir viegli tīrāms un uzturams kārtībā (piemēram, koks, pārklāts finieris, laminētas plāksnes utt.). Ja izmanto krāsu, tai pēc izžūšanas jābūt pilnīgi bez smaržas.

Sēdekļi kabīnēs ir ērti, un tiem ir augstuma mainīšanas ierīce.

Katrā kabīnē ir paredzēts arī individuālais apgaismojums, kura virzienu un intensitāti var regulēt.

Ir ļoti ieteicams kabīnes aprīkot ar pogu, kas ir savienota ar ārēju gaismas signālu, lai degustētājs varētu paziņot, ka viņš ir pabeidzis analīzi, ka viņam vajadzīgi nākošie paraugi, ka viņš ir ievērojis kādu nepareizību vai ka viņam ir vajadzīga informācija utt., netraucējot citus degustētājus.

<sup>(1)</sup> Telpas krāsu salikums un apgaismojums var ietekmēt sensoriskās analīzes rezultātus.

#### 4.2. Izmēri

Kabīnes ir pietiekami plašas un ērtas. Parasti tām ir šādi izmēri:

- platums:
  - 0, 75 m (bez izlietnes),
  - 0, 85 m (ar izlietni);
- garums:
  - 0, 50 m (galds),
  - 0, 20 m papildus šķērssienai;
- šķērssieni augstums:
  - vismaz 0, 60 m no galda virsmas;
- galda augstums:
  - 0, 75 m

#### 4.3. Iekārtojums

Galda virsma ir tāda, ko viegli tīrīt.

Daļu no šīs virsmas izmanto izlietnei, kas apgādāta ar tekošu dzeramo ūdeni. Tomēr, ja tas nav iespējams, šo vietu var izmantot paplātei, sļaujamtraukam vai līdzīgam aprīkojuma priekšmetam.

Ja paraugi analīzes laikā ir jātur pastāvīgā temperatūrā, kas ir augstāka vai zemāka par apkārtējās vides temperatūru, ir ieteicams šim nolūkam turēt piemērotu ierīci (ūdens vannu, elektrisko plītiņu utt.).

Var arī aptuveni 1,10 m augstumā no zemes ierīkot plauktu dažādu piederumu (glāžu, mazu ierīču utt.) novietošanai.

Ja kabīņu novietojums analīzes telpā to ļauj, ir lietderīgi ierīkot iekārtu paraugu pasniegšanas atvieglošanai. Tā var būt bīdāmas lūkas veidā (1. zīmējums), grozāmas vertikālas ierīces veidā, kas piemērotas glāzēm vai kausiem (augstiem traukiem) (2. zīmējums) vai horizontāli atveramas lūkas veidā, ja trauki, kuros glabā paraugus, ir mazi (3. zīmējums). Vienkārši ir jānodrošina pietiekami liela atvere, lai paplātes un glāzes ar paraugiem izklātu tai cauri.

Pārbaužu telpas un papildtelpu piemēru sk. 4. zīmējumā.

#### 5. PAPILDTELPAS

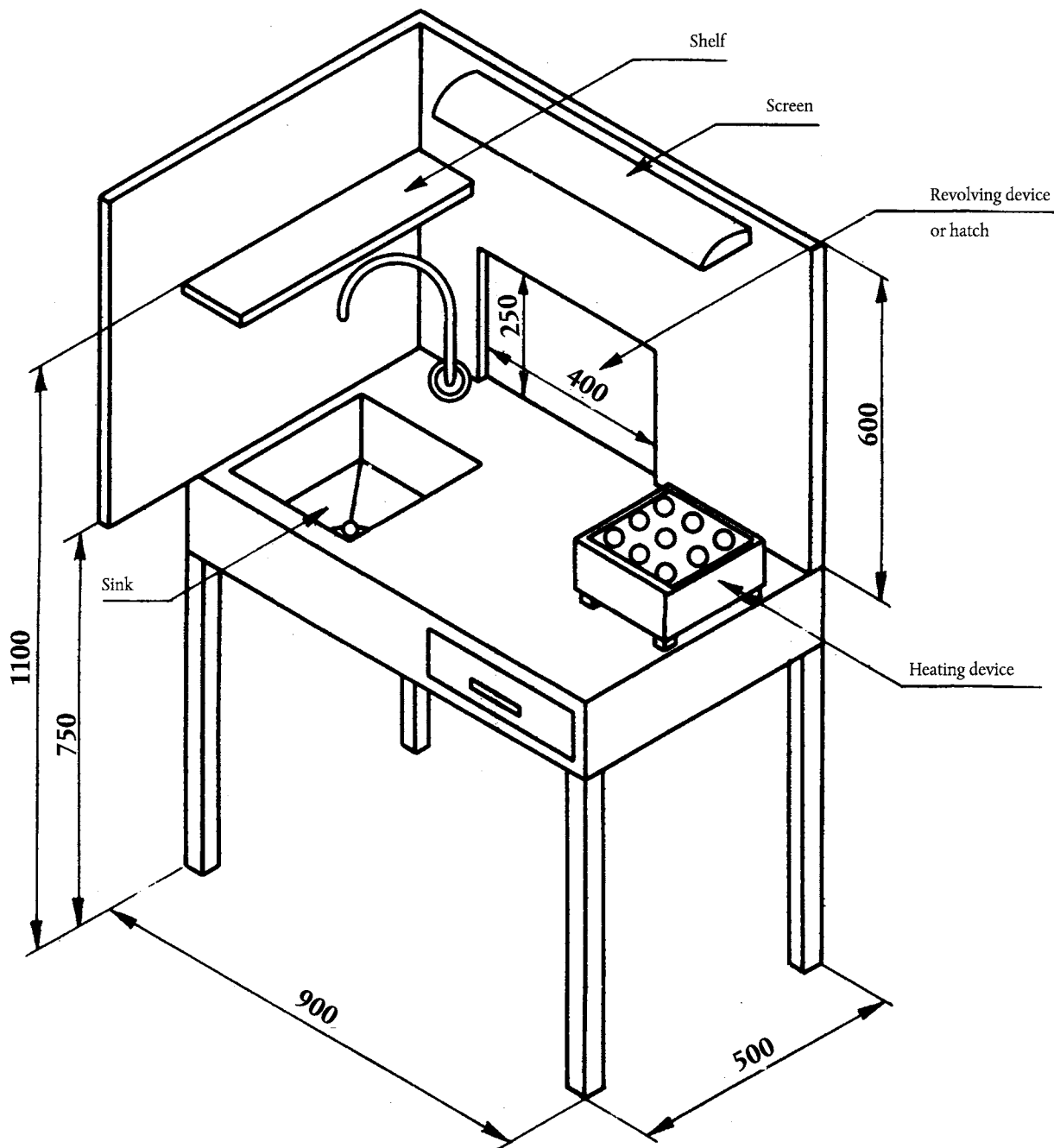
Ja ir pietiekami daudz vietas, ir ieteicams paredzēt atsevišķas telpas paraugu sagatavošanai (kulinārai vai cita veida), glāžu vai ierīču sakārtošanai un pārrunām pirms vai pēc analīzēm. Ja tādas telpas ir pieejamas, tās tiek turētas tīras; smaržas, trokšņi vai sarunas no šīm telpām nekādā ziņā nedrīkst traucēt vērtētāju darbu pārbaužu telpā.

*Piezīme:* šeit ir aprakstīti ideāli apstākļi. Tomēr, ja nav iespējams šāds iekārtojums tikai sensoriskajām analīzēm, analīzes var izdarīt telpās, kas atbilst aprakstītajām minimālajām prasībām (apgaisojums, temperatūra, trokšnis, smaržas), iekārtojot pārvietojamas kabīnes no saliekamām sastāvdaļām tā, lai tās vismaz izolētu degustētājus citu no cita.



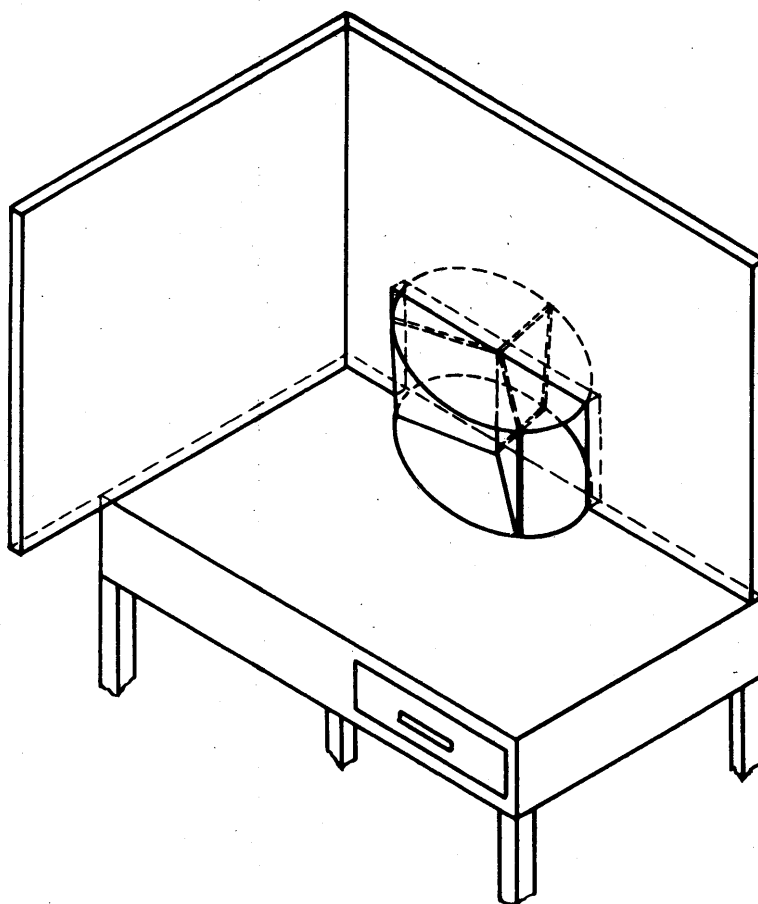
## KABĪNES IEKĀRTOJUMS

## 1. zīmējums



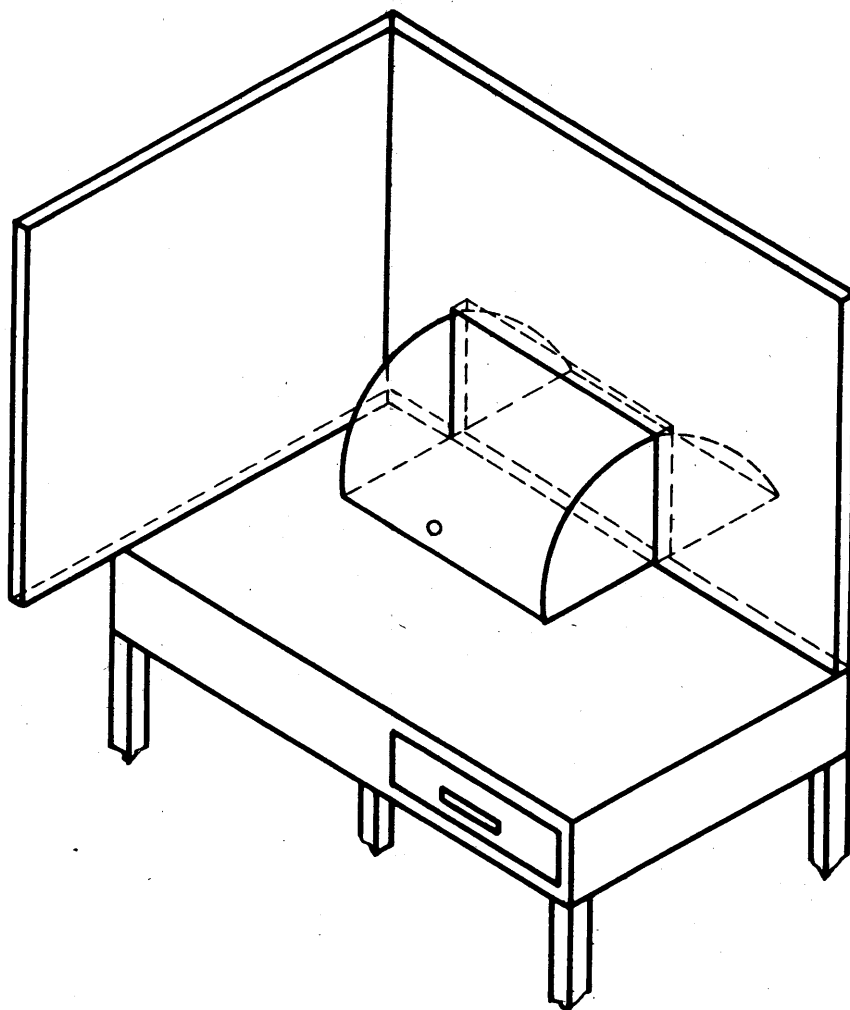
## GROZĀMA IERĪCE PARAUGU PASNIEGŠANAI

## 2. zīmējums



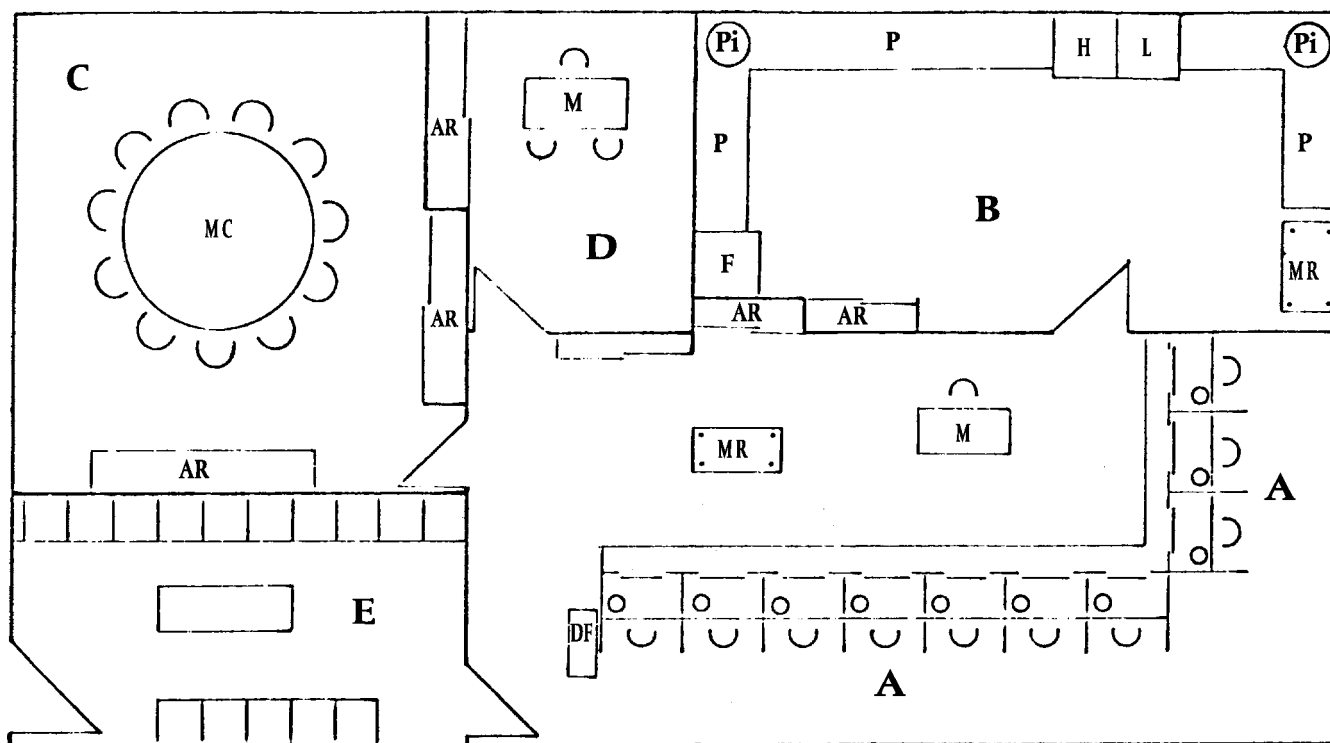
## LŪKA PARAUGU PASNIEGŠANAI

## 3. zīmējums



## SENSORISKĀS ANALĪZES LABORATORIJA (Piemērs)

## 4. zīmējums – Analīzes telpas piemērs



- A: degustācijas kabīnes,
- B: telpa ierīču tīrīšanai un paraugu sagatavošanai,
- C: atklātas žūrijas telpa,
- D: birojs,
- E: uzgaidāmā istaba,
- F: ledusskapis,
- H: žāvēšanas skapis,
- L: trauku mazgāšanas iekārta,
- Pi: izlietne,
- AR: plaukts,
- MR: galdiņš ar riteņiem,
- DF: veidlapu izdalīšana,
- MC: apaļš galds,
- P: darba virsma.

## XIII PIELIKUMS

## PIERĀDĪJUMI, KA IR NOTIKUSI RAFINĒŠANA

## 1. OLĪVEĻAS NEITRALIZĀCIJA UN ATKRĀSOŠANA LABORATORIJĀ

## 1.1. Eļļas neitralizācija

## 1.1.1. Aparatūra

- vārglāze, 300 ml, augsta,
- laboratorijas centrifūga ar 100 ml stobriņiem,
- vārglāze, 250 ml,
- 100 ml apaļkolbas,
- dalāmā piltuve, 1 litra.

## 1.1.2. Reaktīvi

- 12 % nātrija hidroksīda ūdens šķīdums,
- 1 % fenolftaleīna šķīdums etilspirtā,
- tīrs heksāns, analīzes kvalitātes,
- tīrs 2-propanols, analīzes kvalitātes.

## 1.1.3. Procedūra

- a) *Eļļas ar brīvo taukskābju saturu, izteiktu oleīnskābē, mazāku par 30 %*

Ielej 50 g nerafinētas eļļas augstā 300 ml vārglāzē un uzsilda ūdens vannā līdz 65 °C. Visu laiku viegli maisot, pievieno tādu daudzumu 12 % nātrija hidroksīda šķīduma, kas atbilst eļļas brīvajai skābei ar 5 % pārkāpumu. Turpina maisīt piecas minūtes, uzturot 65 °C temperatūru.

Maisījumu pārnes 100 ml centrifūgas stobriņos un ziepjaino pastu sadala centrifugējot. Dekantēto eļļu ielej 250 ml vārglāzē un mazgā ar 50 līdz 60 ml verdoša destilēta ūdens, aizvadot ūdeni ar sifonu. Mazgāšanu atkārto, līdz visas ziepju palieku zīmes ir aizvadītas (pazīd fenolftaleīna sārtais krāsojums).

Centrifugē eļļu, lai atbrīvotos no maziem daudzumiem ūdens atlieku.

- b) *Eļļas ar brīvo taukskābju saturu, izteiktu oleīnskābē, kas pārsniedz 30 %*

1 litra dalāmajā piltuvē ievieto 50 g nerafinētas eļļas, 200 ml heksāna, 100 ml 2-propanola un tādu daudzumu 12 % nātrija hidroksīda šķīduma, kas atbilst eļļas brīvajai skābei ar 0,3 % pārkāpumu.

Enerģiski maisa vienu minūti. Pievieno 100 ml destilēta ūdens, vēlreiz samaisa un atstāj stāvēt.

Pēc slāņu atdalīšanās apakšējo slāni, kas satur ziepes, iztecina. Starp abiem slāņiem (eļļu saturošo slāni virspusē un ūdensslāni apakšā) bieži veidojas gļotu un nešķīstošu vielu starpslānis, kas arī ir jāaizvada.

## 1.2. Neitralizētas eļļas atkrāsošana

## 1.2.1. Aparatūra

- 200 ml apaļkolba ar trim pieslīpētiem kakliem, kuros ievietot:
  - a) grādos graduētu termometru, ar ko var nolasīt temperatūru pie 90 °C;
  - b) mehānisko maisītāju, kas darbojas ar 250 līdz 300 apgriezieniem minūtē un ir aprīkots darbībai vakuumā;
  - c) pievienojumu vakuumsūkņim;
- vakuumsūkņis ar manometru, kas spēj radīt 15 līdz 30 mbar atlikuma spiedienu.

### 1.2.2. Procedūra

Trīskaklu kolbā nosver aptuveni 100 g neitralizētas eļļas. Ieliek termometru un maisītāju, pievieno vakuumsūkni un silda līdz 90 °C, visu laiku maisot. Turpinot maisīt, uztur temperatūru, līdz analizējamā eļļa ir pilnīgi brīva no ūdens (aptuveni 30 minūtes). Pēc tam likvidē vakuumu un pievieno 2 līdz 3 g aktivētās zemes.

No jauna atsūc līdz atlikuma spiedienam 15 līdz 30 mbar un, uzturot temperatūru 90 °C, maisa 30 minūtes apmēram ar 250 apgriezieniem minūtē.

Pēc tam vēl karstu filtrē termostatējamā žāvēšanas skapī (50 līdz 60 °C).

---

## XIV PIELIKUMS

## KOMBINĒTĀS NOMENKLATŪRAS 15. NODAĻAS 2., 3. UN 4. PAPILDU PIEZĪME

1. "2. A piezīme: "ar KN kodiem 1509 un 1510 apzīmētā" "olīveļļa" ir eļļa, kas iegūta tikai olīvu apstrādē, izņemot reesterificētu olīveļļu un olīveļļas maisījumus ar citām eļļām.

Reesterificētas olīveļļas vai citu eļļu klātbūtni apstiprina ar V, VII, IX, X un XII pielikumā noteiktajām metodēm. Visu olīveļļu, uz kurām attiecas KN kodi 1509 un 1510, sterīnu un skābju sastāva analītiskās īpašības ir noteiktas turpmāk dotajā tabulā.

<i>I tabula</i> — skābju sastāvs procentos no kopsummas		<i>II tabula</i> — sterīnu sastāvs procentos no kopsummas	
miristīnskābe	M 0,1	holesterīns	M 0,5
linolēnskābe	M 0,9	brasikasterīns	M 0,2
arahīnskābe	M 0,7	kampesterīns	M 4,0
eikozānskābe	M 0,5	sigmasterīns	< kampesterīns
behēnskābe	M 0,3	Betasitosterīns <sup>(1)</sup>	93,0
lignocerīnskābe	M 0,5	Δ 7-stigmasterīns	M 0,5

M = maksimāli

m = minimāli

<sup>(1)</sup> Delta-5,23 stigmasterīns + holesterīns + betasitosterīns + sitosterīns + delta-5 avenasterīns + delta-5,24 stigmasteradienols.

2. B piezīme: "Neapstrādāta olīveļļa" ir olīveļļa, kas ir iegūta tikai no olīvām, izmantojot mehāniskus vai citus fizikālus līdzekļus, apstākļos un jo īpaši termiskos apstākļos, kuri neizraisa eļļas noārdīšanos, un ar eļļu nav izdarīta cita apstrāde kā mazgāšana, dekantēšana, centrifugēšana vai filtrācija, bet izņemot eļļas, kas iegūtas no olīvām, izmantojot šķīdinātājus (1510), un kas definētas turpmāk I un II iedaļā.

- I. 1509 10 10 apakšpozīcijā "neapstrādāta lampantes olīveļļa" neatkarīgi no tās skābuma ir olīveļļa, kuras:

a) alifātisko spirtu saturs nepārsniedz 400 mg/kg;

b) eritrodiola un uvaola saturs nepārsniedz 4,5 %;

c) piesātināto taukskābju saturs nepārsniedz 1,3 % triglicerīdu 2. pozīcijā un/vai

d) piemīt viena no šādām īpašībām:

— d1) peroksīda skaitlis pārsniedz 20 mekv. O<sub>2</sub>/kg;

— d2) gaistošo halogenēto šķīdinātāju saturs kopumā pārsniedz 0,2 mg/kg vai katram šķīdinātājam pārsniedz 0,1 mg/kg;

— d3) ekstinkcijas koeficients K<sub>270</sub> (100) ir lielāks par 0,250 un pēc eļļas apstrādes ar aktivētu alumīnija oksīdu nav lielāks par 0,11. Dažām eļļām, kam brīvo aminoskābju saturs, izteikts kā oleīnskābe, pēc laišanas pār aktivētu alumīnija oksīdu saskaņā ar XV pielikumā noteikto metodi ir vairāk par 3,3 g uz 100 g, K<sub>270</sub> ekstinkcijas koeficients var būt lielāks par 0,11. Tādā gadījumā pēc neitralizācijas un atkrāsošanas laboratorijā tām ir jāpiemīt šādām īpašībām

- ekstinkcijas koeficients  $K_{270}$  nepārsniedz 1,20;
- ekstinkcijas koeficienta izmaiņa ( $\Delta K$ ) <sup>(1)</sup> 270 nm apgabalā pārsniedz 0,01, bet nepārsniedz 0,16;
- d4) organoleptiskās īpašības ietver nosakāmus trūkumus, kuri pārsniedz pieņemamības sliekšni, un žūrijas analīzes novērtējums ir mazāks par 3,5.

II. Apakšpozīcijā 1509 10 90 "neapstrādāta olīveļļa" ir olīveļļa, kam ir šādas īpašības:

- a) skābju saturs, kas izteikts kā oleīnskābe, nav lielāks par 3,3 g uz 100 g;
- b) peroksīda skaitlis nepārsniedz 20 mekv.  $O_2$ /kg;
- c) alifātisko spirtu saturs nepārsniedz 300 mg/kg;
- d) gaistošo halogenēto šķīdinātāju saturs kopumā nepārsniedz 0,2 mg/kg un katram šķīdinātājam nepārsniedz 0,1 mg/kg;
- e)  $K_{270}$  ekstinkcijas koeficients nav lielāks par 0,250 un pēc eļļas apstrādes ar aktivētu alumīnija oksīdu nav lielāks par 0,10 ; <sup>(2)</sup>
- f) ekstinkcijas koeficienta izmaiņa ( $\Delta K$ ) 270 nm apgabalā nepārsniedz 0,010;
- g) organoleptiskās īpašības, kas var ietvert nosakāmus trūkumus pieņemamības robežās, žūrijas analīzē novērtētas ar vairāk nekā 3,5 punktiem;
- h) eritrodiola un uvaola saturs nepārsniedz 4,5 %;
- i) piesātināto taukskābju saturs triglicerīdu 2. pozīcijā nepārsniedz 1,3 %.

2. C piezīme: Apakšpozīcija 1509 90 00 attiecas uz olīveļļu, kas ir iegūta, apstrādājot olīveļļas, uz kurām attiecas apakšpozīcijas 1509 10 10 vai 1509 10 90, tai skaitā uz sajauktām ar neapstrādātu olīveļļu, un kam ir šādas īpašības:

- a) skābju saturs, kas izteikts kā oleīnskābe, nepārsniedz 3,3 g uz 100 g;
- b) alifātisko spirtu saturs nepārsniedz 350 mg/kg;
- c)  $K_{270}$  ekstinkcijas koeficients (100) ir lielāks par 0,250 un nav lielāks par 1,20 un pēc parauga apstrādes ar aktivētu alumīnija oksīdu nav lielāks par 0,10 ;
- d) ekstinkcijas koeficienta izmaiņa ( $\Delta K$ ) 270 nm apgabalā pārsniedz 0,010 un nepārsniedz 0,160;
- e) eritrodiola un uvaola saturs nepārsniedz 4,5 %;
- f) piesātināto taukskābju saturs triglicerīdu 2. pozīcijā nepārsniedz 1,5 %.

2. D piezīme: apakšpozīcijā 1510 00 10 "nerafinētas eļļas" nozīmē eļļas, sevišķi olīvu izspaidu eļļas, ar šādām īpašībām:

- a) skābju saturs, kas izteikts kā oleīnskābe, pārsniedz 2 g uz 100 g;
- b) eritrodiola un uvaola saturs pārsniedz 12 %;
- c) piesātināto taukskābju saturs triglicerīdu 2. pozīcijā nepārsniedz 1,8 %.

2. E piezīme: 1510 00 90 apakšpozīcijā minētās eļļas ietver 1510 00 10 minēto eļļu apstrādē iegūtās eļļas, kurām nav I un II punktā minēto eļļu īpašību, tai skaitā jauktās ar neapstrādātu olīveļļu, ar nosacījumu, ka piesātināto taukskābju saturs triglicerīdu 2. stāvoklī nav lielāks par 2 %."

<sup>(1)</sup>  $\Delta K = K_m - 0,5 (K_{m-4} + K_{m+4})$

$K_m$  ir ekstinkcijas koeficients pie absorbcijas līknes pīka viļņa garuma 270 nm rajonā.

$K_{m-4}$  un  $K_{m+4}$  ir ekstinkcijas koeficienti 4 nm zemāk un augstāk par  $K_m$  viļņa garumu.

<sup>(2)</sup> Ja  $K_{270}$  pārsniedz 0,25, jāveic jauns tests.  $K_{270}$  nedrīkst pārsniegt 0,10.



2. "3. *piezīme*: "Apakšpozīcijās 1522 00 31 un 1522 00 39 neietilpst:"
- a) atlikumi, kas iegūti, apstrādājot eļļu saturošas taukvielas, kurām saskaņā ar XVI pielikumā minēto metodi noteiktais joda skaitlis ir mazāks nekā 70 vai lielāks par 100;
  - b) atlikumi, kas iegūti, apstrādājot eļļu saturošas taukvielas, kurām joda skaitlis nav mazāks par 70 vai lielāks par 100 un kurām pīķa laukums, kas pārstāv -sitosterīna aiztures tilpumu, kas noteikts saskaņā ar 4. piezīmē minētās regulas pielikumu, ir mazāks par 93 % no sterīnu pīķu kopējā laukuma."
3. "4. *piezīme*: Iepriekš minēto produktu īpašību analītiskās noteikšanas metodes ir tās, kas izklāstītas Regulas (EEK) Nr. 2568/91 pielikumos."
-

## XV PIELIKUMS

## 1. EĻĻAS SATURS OLĪVU IZSPAIDĀS

## 1.1. Aparatūra

- piemērots ekstrakcijas aparāts ar 200 līdz 250 ml apaļkolbu,
- ar elektrisko strāvu sildāma vanna (piem., smilšu vanna, ūdens vanna) vai elektriskā plītiņa,
- analītiskie svāri,
- žāvēšanas skapis, kura maksimālā temperatūra noregulēta uz 80 °C,
- ar elektrisko strāvu sildāms termostatējams žāvēšanas skapis, kas noregulēts uz  $103 \pm 2$  °C un kurā var pūst gaisa strāvu vai darbināt skapi pie samazināta spiediena,
- viegli tīrāmas mehāniskās dzirnavas, ar ko olīvu izspaidas var samalt, nepaceļot to temperatūru vai neradot jūtamas izmaiņas to mitruma, gaistošo vielu vai ar heksānu ekstrahējamo vielu saturā,
- ekstrahēšanas patrona un vate vai filtrpapīrs, no kura ir jau aizvāktas ar heksānu ekstrahējamas vielas,
- eksikators,
- siets ar atverēm 1 mm diametrā,
- iepriekš izžāvēta pumeka sīkas daļiņas.

## 1.2. Reaktīvs

Normālais heksāns, tehniskas kvalitātes, kas, pilnīgi iztvaicējot, atstāj atlikumu mazāk par 0,002 g uz 100 ml.

## 2. PROCEDŪRA

## 2.1. Analizējamā parauga sagatavošana

Vajadzības gadījumā laboratorijas parauga samalšanai, lai to sasmalcinātu daļiņās, kas pilnībā iziet cauri sietam, izmanto iepriekš labi iztīrītas mehāniskās dzirnavas.

Lai pabeigtu dzirnavu tīrīšanas procesu, izmanto aptuveni vienu divdesmito daļu no parauga, izmet samalto materiālu, samaļ atlikumu un savāc, rūpīgi sajauc un tūlīt analizē.

## 2.2. Analīzes paraugs

Tūlīt pēc maļšanas pabeigšanas analīzei nosver aptuveni 10 g parauga ar precizitāti līdz tuvākajiem 0,01 g.

## 2.3. Ekstrakcijas patronas sagatavošana

Analīzes paraugu ievieto patronā un aizbāž ar vati. Ja lieto filtrpapīru, analīzes paraugu ietī tajā.

## 2.4. Iepriekšēja žāvēšana

Ja olīvu izspaidas ir ļoti mitras (t.i., mitrums un gaistošo vielu saturs ir vairāk par 10 %), paraugu iepriekš izžāvē, ievietojot pielādēto patronu (vai filtrpapīru) sildāmā žāvēšanas skapī, kur temperatūra nav augstāka par 80 °C, uz vajadzīgo laiku, lai mitrums un gaistošo vielu saturs kļūtu mazāks par 10 %.

## 2.5. Apaļkolbas sagatavošana

Nosvērt kolbu ar precizitāti līdz tuvākajam 1 mg, kurā ir viena vai divas pumeka daļiņas, kas iepriekš izžāvētas žāvēšanas skapī  $103 \pm 2$  °C un pēc tam atdzesētas eksikatorā ne mazāk par vienu stundu.

## 2.6. Sākotnējā ekstrakcija

Ekstrakcijas aparātā ievieto patronu (vai filtrpapīru), kurā ir analīzes paraugs. Kolbā ielej vajadzīgo heksāna daudzumu. Pievieno kolbu ekstrakcijas aparātam un visu kopā novieto uz vannas, ko silda ar elektrisko strāvu. Sildīšanas ātrumu noregulē tā, lai atceses ātrums nebūtu lielāks par trim pilieniem sekundē (mērena, ne strauja vārišanās). Pēc četrām ekstrahēšanas stundām ļauj atdzist. Patronu izņem no ekstrakcijas aparāta un ievieto gaisa straumē, lai izvadītu lielāko daļu šķīdinātāja, ar ko paraugs ir piesātināts.

### 2.7. Otrā ekstrakcija

Patronas saturu ieber mikrodzirnāvās un iespējami smalki samaļ. Bez zudumiem pārnes samalto maisījumu atpakaļ patronā un to ievieto atpakaļ ekstrakcijas aparātā.

Turpina ekstrakciju vēl divas stundas, izmantojot to pašu apaļkolbu, kas satur sākotnējo ekstraktu.

Beigu šķīdumam ekstrakcijas kolbā ir jābūt dzidram. Ja tā nav, nofiltrē caur filtrpapīru un sākotnējo kolbu un filtrpapīru vairākas reizes mazgā ar heksānu. Savāc filtrātu un mazgāšanas šķīdinātāju otrā apaļkolbā, kas ir izžāvēta un nosvēta ar precizitāti līdz tuvākajam 1 mg.

### 2.8. Šķīdinātāja aizvākšana un ekstrakta svēršana

Lielāko daļu šķīdinātāja destilē, sildot uz vannas ar elektrisko strāvu. Pēdējās šķīdinātāja zīmes aizvāc, sildot kolbu 20 minūtes žāvēšanas skapī  $103 \pm 2$  °C. Aizvākšanas procesu veicina, vai nu ar pārtraukumiem pūšot gaisu vai, labāk, inertiem gāzi, vai arī izmantojot samazinātu spiedienu.

Atstāj kolbu eksikatorā atdzist vismaz vienu stundu un nosver ar precizitāti līdz tuvākajam 1 mg.

Vēlreiz silda 10 minūtes tādos pašos apstākļos, atdzesē eksikatorā un vēlreiz nosver.

Starpība starp abiem svērumiem nedrīkstētu pārsniegt 10 mg. Ja tā ir lielāka, atkārti 10 minūšu sildīšanas, pēc tam atdzesēšanu un svēršanu, līdz svara starpība ir 10 mg vai mazāka. Pieraksta kolbas pēdējo svaru.

Vienam analizējamam paraugam izdara divas noteikšanas.

## 3. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

### 3.1. Aprēķina metode un formula

a) Ekstrakts, kas izteikts izejas produkta masas procentos, ir vienāds:

$$S = m_1 \times \frac{100}{m_0}$$

kur : S: ekstrakta masas procenti izejas produktā,  
 $m_0$  = analīzes parauga masa gramos,  
 $m_1$  = ekstrakta masa gramos pēc žāvēšanas.

Rezultāts ir divu noteikšanu aritmētiskais vidējais ar nosacījumu, ka ir izpildīti atkārtojamības nosacījumi.

Rezultātu izsaka līdz pirmajai zīmei aiz komata.

b) Ekstraktu izsaka kā sauso vielu, izmantojot formulu:

$$S \times \frac{100}{100 - U} = \text{eļļas procenti ekstraktā, rēķinot uz sauso vielu,}$$

kur : S = ir ekstrakta masas procenti izejas produktā (sk. a) punktā),

U = ir tā mitruma un gaistošās masas saturs.

### 3.2. Atkārtojamība

Starpība starp divām noteikšanām, ko vienlaikus vai drīz vienu pēc otra veicis viens un tas pats analītiķis, nav lielāka par 0,2 g heksāna ekstrakta uz 100 g parauga.

Ja šis nosacījums nav izpildīts, analīzi atkārti ar diviem citiem analīzes paraugiem. Ja arī šajā gadījumā starpība ir lielāka par 0,2 g, par rezultātu pieņem četru noteikšanu aritmētisko vidējo.

## XVI PIELIKUMS

## JODA SKAITĻA NOTEIKŠANA

## 1. DARBĪBAS JOMA

Šis starptautiskais standarts norāda joda skaitļa noteikšanas metodi dzīvnieku un augu taukos un eļļās, še turpmāk, tauki.

## 2. DEFINĪCIJA

Šajā starptautiskajā standartā piemēro šādu definīciju.

2.1. *Joda skaitlis.* Joda masa, ko absorbē paraugs šajā starptautiskajā standartā noteiktajos analīzes apstākļos.

Joda skaitli izsaka joda gramos uz 100 g parauga.

## 3. PRINCIPS

Analīzes parauga šķīdināšana šķīdinātājā un veisa reaktīva pielikšana. Pēc noteikta laika kālija jodīda un ūdens pievienošana un atbrīvotā joda titrēšana ar nātrija tiosulfāta šķīdumu.

## 4. REAKTĪVI

Visi reaktīvi ir atzītas analītiskas kvalitātes.

4.1. *Ūdens,* kas atbilst ISO 3696, 3. kategorijas prasībām.4.2. *Kālija jodīda šķīdums* 100 g/l, kas nesatur jodātu vai brīvu jodu.4.3. *Cietes šķīdums.*

Sajauc 5 g šķīstošās cietes un 30 ml ūdens, pievieno šo maisījumu 1 000 ml vāroša ūdens, vāra trīs minūtes un atstāj atdzist.

4.4. *Nātrija tiosulfāta* standarta volumetrisks šķīdums  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  mols/l, standartizēts ne agrāk kā septiņas dienas pirms lietošanas.4.5. *Šķīdinātājs,* kas sagatavots, sajaucot vienādus tilpumus cikloheksāna un etiķskābes.4.6. *Veisa reaktīvs,* kas satur joda monohlorīdu etiķskābē. Lieto tirdzniecībā pieejamo Veisa reaktīvu.

## 5. APARATŪRA

Parastā laboratorijas aparatūra un jo īpaši šāda:

5.1. *Stikla svēršanas laiviņas,* piemērotas analīzes paraugam un ievietošanai kolbās (6.2. punkts).5.2. *Koniskās kolbas* ar 500 ml tilpumu, ar pieslīpētiem aizbāžņiem, pilnīgi sausas.

## 6. ANALIZĒJAMĀ PARAUGA SAGATAVOŠANA

Homogenizētu paraugu žāvē virs nātrija sulfāta un nofiltrē.

## 7. PROCEDŪRA

## 7.1. Analīzes paraugs

Analīzes parauga masa mainās atkarībā no sagaidāmā joda skaitļa, kā parādīts 1. tabulā.

1. tabula

Sagaidāmais joda skaitlis	Analizējamās daļas masa (g)
mazāks par 5	3
5 līdz 20	1
21 līdz 50	0,4
51 līdz 100	0,2
101 līdz 150	0,13
151 līdz 200	0,1

Stikla svēršanas laiviņā (5.1. punkts) nosver analīzes paraugu līdz tuvākajam 0,1 mg.

#### 7.2. Noteikšana

Analīzes paraugu ieliek 500 ml kolbā (6.2. punkts). Pievieno 20 ml šķīdinātāja (4.5. punkts), lai izšķīdinātu taukus. Pievieno tieši 25 ml Veisa reaktīva (4.6. punkts), ieliek aizbāzni, saskalo saturu un noliek kolbu tumšā. Veisa reaktīvam neizmanto mutes pipeti.

Līdzīgi sagatavo tukšo mēģinājumu ar šķīdinātāju un reaktīvu, bet nepieliek analīzes paraugu.

Kolbas ar paraugiem, kuru joda skaitlis ir zem 150, vienu stundu atstāj tumšā; kolbas ar paraugiem, kuru joda skaitlis ir virs 150, un polimerizētiem produktiem vai ievērojamā mērā oksidētiem produktiem atstāj tumšā divas stundas.

Kad šis laiks pagājis, katrā kolbā pievieno 20 ml kālija jodīda šķīduma (4.2. punkts) un 150 ml ūdens (4.1. punkts).

Titrē ar standarta volumetrisku nātrija tiosulfāta šķīdumu (4.4. punkts), līdz joda dzeltenā krāsa ir gandrīz pazudusi. Pievieno dažus pilienus cietes šķīduma (4.3. punkts) un turpina titrēt, līdz zilā krāsa pēc ļoti enerģiskas kratīšanas tikko pazūd.

*Piezīme:* ir atļauta beigu punkta potenciometriskā titrēšana.

#### 7.3. Noteikšanu skaits

Vienam analizējamam paraugam izdara divas noteikšanas.

### 8. REZULTĀTU IZTEIKŠANA

Joda skaitli iegūst no izteiksmes

$$\frac{12,69c(V_1 - V_2)}{m}$$

kur:

$c_1$  = ir lietotā standarta volumetriskā nātrija tiosulfāta šķīduma (4.4. punkts) precīzās koncentrācijas skaitliskais lielums molos litrā;

$V_1$  = ir tukšajā mēģinājumā izlietotā standarta volumetriskā nātrija tiosulfāta šķīduma (4.4. punkts) tilpuma skaitliskais lielums mililitros;

$V_2$  = ir noteikšanā izlietotā standarta volumetriskā nātrija tiosulfāta šķīduma (4.4. punkts) tilpuma skaitliskais lielums mililitros;

$m$  = ir analīzes parauga (7.1. punkts) masas skaitliskais lielums gramos.

Rezultātu izsaka kā divu noteikšanu aritmētisko vidējo ar nosacījumu, ka ir izpildīti atkārtojamības (9.2. punkts) nosacījumi.