

**UDHËZIM**  
**Nr. 21, datë 31.10.2023**

**MBI METODAT E ANALIZIMIT TË TREGUESVE TË VAJIT TË ULLIRIT<sup>1</sup>**

Në mbështetje të pikës 4, të nenit 102 të Kushtetutës dhe të pikës 1, të nenit 6, të ligjit nr. 87, datë 14.2.2013, “Për kategorizimin e prodhimit, emërtimin dhe tregtimin e vajit të ullirit dhe vajit të bërsisë së ullirit”,

**UDHËZOJ:**

1. Përcaktimin e metodave të analizimit të karakteristikave të cilësisë dhe kriterëve të natyrshmërisë së vajit të ullirit, të përcaktuara në legjislacionin në fuqi për karakteristikat e cilësisë dhe kriteret e natyrshmërisë së vajit të ullirit dhe vajit të bërsive të ullirit.

2. Në këtë udhëzim termat e mëposhtëm kanë këto kuptime:

- a) “*ambalazh*” është ena në kontakt të drejtpërdrejtë me vajin e ullirit;
- b) “*parti prodhimi*” është numri ose sasia e ambalazheve të vajit të ullirit, të prodhuar, përpunuar dhe ambalazhuar në kushte të njëjta, të cilat kanë të njëjtat karakteristika analitike;
- c) “*pjesë mostre*” është sasia e vajit të ullirit që ndodhet në një paketim deri në 5 litra ose që merret nga ambalazhe mbi 5 litra, të cilat zgjidhen në mënyrë rastësore në një pikë të partisë së prodhimit.

3. Për qëllim të këtij udhëzimi, shkurtimeve kanë kuptimet si më poshtë:

- a) ml: mililitra;
- b) NaOH: Hidroksid Natriumi;
- c) KOH: Hidroksid Kaliumi;
- ç) meq: miliekuivalent;
- d) ml: mililitra;
- dh) c: përqendrimi i tretësirës;
- e) FAME: Metil Estere të Acideve Yndyrore;
- ë) AY: acide yndyrore;
- f) PM: peshë molekulare;
- g) AYN: acide yndyrore të ngopura;
- gj) AYP: acide yndyrore të pangopura;
- h) TAGs: Triaciglicerole.

4. Mostra për kontrollin e përputhshmërisë së vajit të ullirit me kategorinë e deklaruar, merret në përputhje me standardet SSH EN ISO 5555 “Për marrjen e mostrave” dhe SSH EN ISO 661 “Për përgatitjen e mostrave”. Për partitë e prodhimit të vajit të ullirit të ambalazhuar marrja e mostrës kryhet në përputhje me aneksin 1, bashkëlidhur këtij udhëzimi.

5. Pa cenuar standardet SSH EN ISO 5555 dhe SSH EN ISO 661, mostra vendoset sa më shpejt në një vend të errët, larg nxehtësisë dhe dërgohet në laborator për analizim, brenda 5 ditë pune nga momenti i marrjes, në të kundërt duhet të ruhet në kushte të tilla që të mos degradojë ose dëmtohet gjatë transportit ose ruajtjes, përpara se të dërgohet në laborator.

---

<sup>1</sup> 1. Ky udhëzim është përafëruar pjesërisht me rregulloren (KE), datë 29 korrik 2022, që përcakton rregullat për kontrollet e konformitetit me standardet e tregtimit për vajin e ullirit dhe metodat e analizimit të karakteristikave të vajit të ullirit, nr. CELEX: 32022R2105, (Fletorja Zyrtare e Bashkimit Evropian, seria L 284, datë 4.11.2022, faqe 23).

6. Verifikimi i përputhshmërisë së vajit të ullirit me treguesit e përcaktuar në legjislacionin në fuqi për karakteristikat e cilësisë dhe kriteret e natyrshmërisë së vajit të ullirit dhe vajit të bërsive të ullirit, kryhet:

a) sipas rastit, për çfarë kërkohet të analizohet, ose;

b) duke ndjekur rendin sipas skemës së përcaktuar në aneksin 2 të këtij udhëzimi, derisa të arrihet në një vendim përfundimtar për kategorinë që i përket mostra e analizuar.

7. Treguesit e vajit të ullirit, të përcaktuar në legjislacionin në fuqi për përcaktimin e karakteristikave të cilësisë dhe kriteret e natyrshmërisë së vajit të ullirit dhe vajit të bërsive të ullirit, përcaktohen me metodat sipas aneksit 3, bashkëlidhur këtij udhëzimi dhe rezultatet krahasohen me normat e legjislacionit në fuqi, duke marrë parasysh përsëritshmërinë dhe riprodhueshmërinë e metodës së analizës së përdorur.

8. Për qëllim të verifikimit sipas pikës 6, në rastin kur rezultatet e analizave kontestohen nga operatori, rianalizimi sipas legjislacionit në fuqi për kontrollin zyrtar, i aciditetit të lirë, vlerës së peroksideve, koeficientit të përthithjes UV (K232, K268 ose K270,  $\Delta K$ ), etil esteret e acideve yndyrore, dyllrat dhe karakteristikat organoleptike, kryhet përpara datës së skadencës në rastin e vajit të ullirit të ambalazhuar.

9. Në rastin kur mostra e vajit të ullirit është marrë në depozita, rianalizimi kryhet brenda 6 muajve nga marrja e mostrës.

10. Për verifikimin e karakteristikave të tjera nga ato të përmendura në pikën 8, rianalizimi kryhet pa afat kohor, pasi nuk ndikon në rezultatin e analizës.

11. Në rastin e vajit të ullirit të ambalazhuar, me përjashtim të rasteve kur mostra është marrë më pak se 2 muaj para datës së skadencës, nëse rezultatet e analizave nuk përputhen me karakteristikat e kategorisë së deklaruar, operatori nga i cili është marrë mostra duhet të njoftohet jo më vonë se 1 muaj përpara datës së skadencës së vajit.

12. Rregullat e përcaktuara në pikat 6–11 të këtij udhëzimi, zbatohen për çdo mostër parësore të marrë në përputhje me aneksin 1, bashkëlidhur këtij udhëzimi.

13. Vlerësimi i karakteristikave organoshqisore të vajit të ullirit të virgjër, të përcaktuara në legjislacionin në fuqi, për përcaktimin e karakteristikave të cilësisë dhe kriteret e natyrshmërisë së vajit të ullirit dhe vajit të bërsive të ullirit, kryhet nga komisioni i degustimit/panel testi, i miratuar sipas legjislacionit në fuqi.

14. Karakteristikat organoshqisore konsiderohen në përputhje me kategorinë e deklaruar nëse konfirmohen nga komisioni i degustimit/panel testi, i miratuar.

15. Kur panel testi vlerëson që mostra nuk është në përputhje me kategorinë e deklaruar për karakteristikat organoshqisore, me kërkesë të operatorit, institucioni përgjegjës për kontrollin zyrtar të ushqimit dhe ushqimit për kafshë, e dërgon mostrën në dy komisione degustimi/panel teste të tjera të miratuara sipas legjislacionit në fuqi, për të kryer rianalizimin.

16. Karakteristikat organoshqisore konsiderohen në përputhje me kategorinë e deklaruar nëse konfirmohen nga të dy rianalizimet. Në rastin e kundërt, operatori mbulon kostot e rianalizimeve.

17. Për vajin e importuar, rianalizimi kryhet nga dy komisione degustimi/panel teste të tjera nga ai që ka kryer vlerësimin fillestar.

18. Gjatë kryerjes së rianalizimeve, komisionet e degustimit/panel testet vlerësojnë vajin e ullirit në dy seanca degustimi. Rezultatet nga dy seancat duhet të jenë statistikisht të njëjta, në të kundërt mostra duhet rianalizuar dy herë. Vlerat e karakteristikave organoshqisore të vajit të ullirit të marra nga rivlerësimet, llogariten si mesatare e vlerave në dy seancat statistikisht të njëjta.

19. Për zbatimin e këtij udhëzimi ngarkohen Autoriteti Kombëtar i Ushqimit, Instituti i Sigurisë Ushqimore dhe Veterinarisë, laboratorë të tjerë të autorizuar për kryerjen e analizave të vajit të ullirit, për qëllim të kontrollit zyrtar dhe komisionet e degustimit/panel testet, të miratuara.

Ky udhëzim hyn në fuqi pas botimit në Fletoren Zyrtare.

Anila Denaj

## ANEKSI I

### Marrja e mostrës së vajit të ullirit të ambalazhuar

I. Kjo metodë e marrjes së mostrave, zbatohet për vajin e ullirit që tregtohet i ambalazhuar deri në 5 litra.

#### 1. PËRMBAJTJA E MOSTRES PARËSORE

1.1. Mostra parësore në ambalazhet deri në 5 litra, merret në përputhje me tabelën 1.

**Tabela 1. Sasia minimale e mostrës parësore**

Madhësia e ambalazhit	Sasia e mostrës parësore
a) 750 ml ose me shume	a) 1 ambalazh (shishe, kuti etj);
b) më pak se 750 ml	b) minimalisht një numër ambalazhesh, që përbëjnë në total të paktën 750 ml;

1.1.1 Përmbajtja e mostrës parësore homogjenizohet përpara se të kryhen analizimi i tyre.

1.2 Mostra parësore në ambalazhet mbi 5 litra

Mostra parësore për ambalazhet mbi 5 litra, përbëhet nga numri total i pjesëve të mostrës, të marra nga ambalazhet sipas tabelës 2. Ambalazhet zgjidhen në mënyrë të rastësishme nga partia e prodhimit dhe mostra parësore të jetë e mjaftueshme për tu ndarë në nën mostra të tjera sipas analizave që do kryhen.

**Tabela 2. Numri minimal i ambalazheve që zgjidhen rastësisht**

Numri i ambalazheve në një parti prodhimi	Numri minimal i ambalazheve që zgjedhen
Deri në 10	1
Nga ... 11 deri në 150	2
Nga ... 151 deri në 500	3
Nga ... 501 deri në 1 500	4
Nga ... 1 501 deri në 2 500	5
> 2 500	5+1 ambalazh me shumë për cdo 1 000 ambalazhe të tjera



Pas homogjenizimit të përmbajtjes së çdo ambalazhi të përzgjedhur, pjesët e mostrës merren dhe hidhen në një enë të zakonshme për homogjenizim duke e përzier që të mbrohet nga ajri.

Përmbajtja e mostrës parësore, hidhet në enë me kapacitet minimalisht 1 litër, ku secila prej tyre përbën një njësi të mostrës parësore. Çdo njësi e mostrës mbushet në një mënyrë të tillë për të shmangur kontaktin me ajrin dhe mbyllet dhe vuloset që të sigurohet produkti nga dëmtimet. Këto njësi mostre etiketohen për tu identifikuar.

1.3 Numri i mostrave parësore rritet në varësi të analizave që kryhen, sipas tabelës si mëposhtë:

**Tabela 3. Numri i mostrave parësore sipas madhësisë së partisë së prodhimit**

<b>Madhësia e partisë së prodhimit (në litra)</b>	<b>Numri i mostrave parësore</b>
Më pak 7 500	2
Nga 7 500 deri në më pak se 25 000	3
Nga 25 000 deri në më pak se 75 000	4
Nga 75 000 deri në më pak se 125 000	5
E barabarte ose më shumë se 125 000	6+ 1 për çdo 50 000 litra më shumë

1.4 Formimi i çdo mostre parësore kryhet në përputhje me procedurat e përcaktuara në pikat 1.1 dhe 1.2, të këtij aneksi.

1.5 Zgjedhja rastësore e ambalazheve për pjesët e mostrës që përbëjnë mostrën parësore, kryhet njëkohësisht për të gjitha mostrat parësore duke mbajtur shënim vendndodhjen e secilit ambalazh të zgjedhur rastësisht për tu identifikuar në mënyrë të qartë.

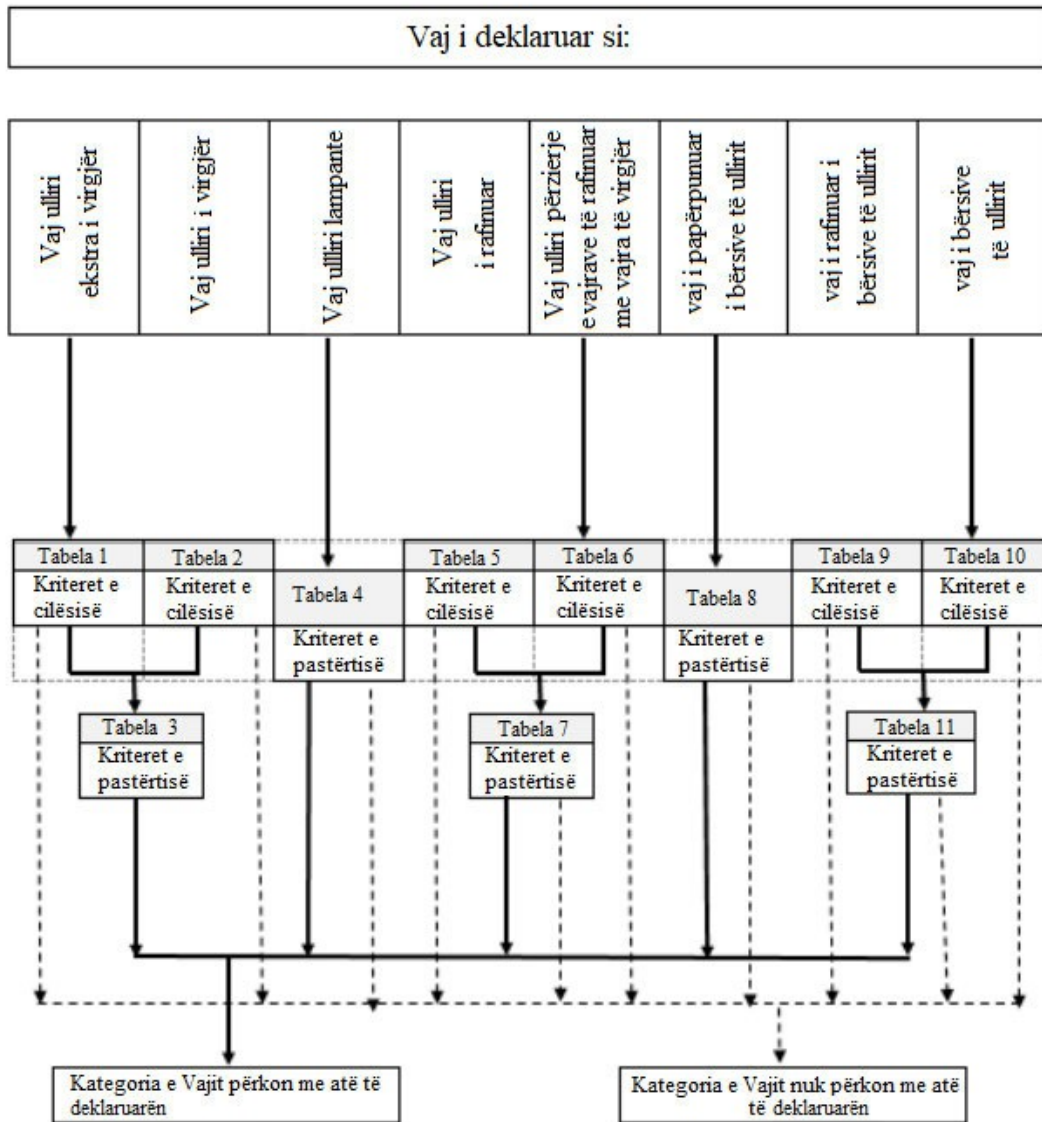
## **2. ANALIZIMI I REZULTATET**

2.1. Kur të gjitha rezultatet e analizave për të gjitha mostrat parësore përputhen me karakteristikat e kategorisë së vajit të ullirit të deklaruar, atëherë e gjithë partia e prodhimit konsiderohet në përputhje me kategorinë.

2.2. Kur rezultatet e analizave e të paktën një mostre parësore nuk përputhen me karakteristikat e kategorisë së deklaruar të vajit të ullirit, atëherë e gjithë partia e prodhimit konsiderohet jo në përputhje me kategorinë.

## ANEKSI II

Skema e verifikimit të kategorisë së deklaruar të vajit të ullirit



**Tabela 1 — Vaj ulliri ekstra i virgjër — Kriteret e Cilësisë**

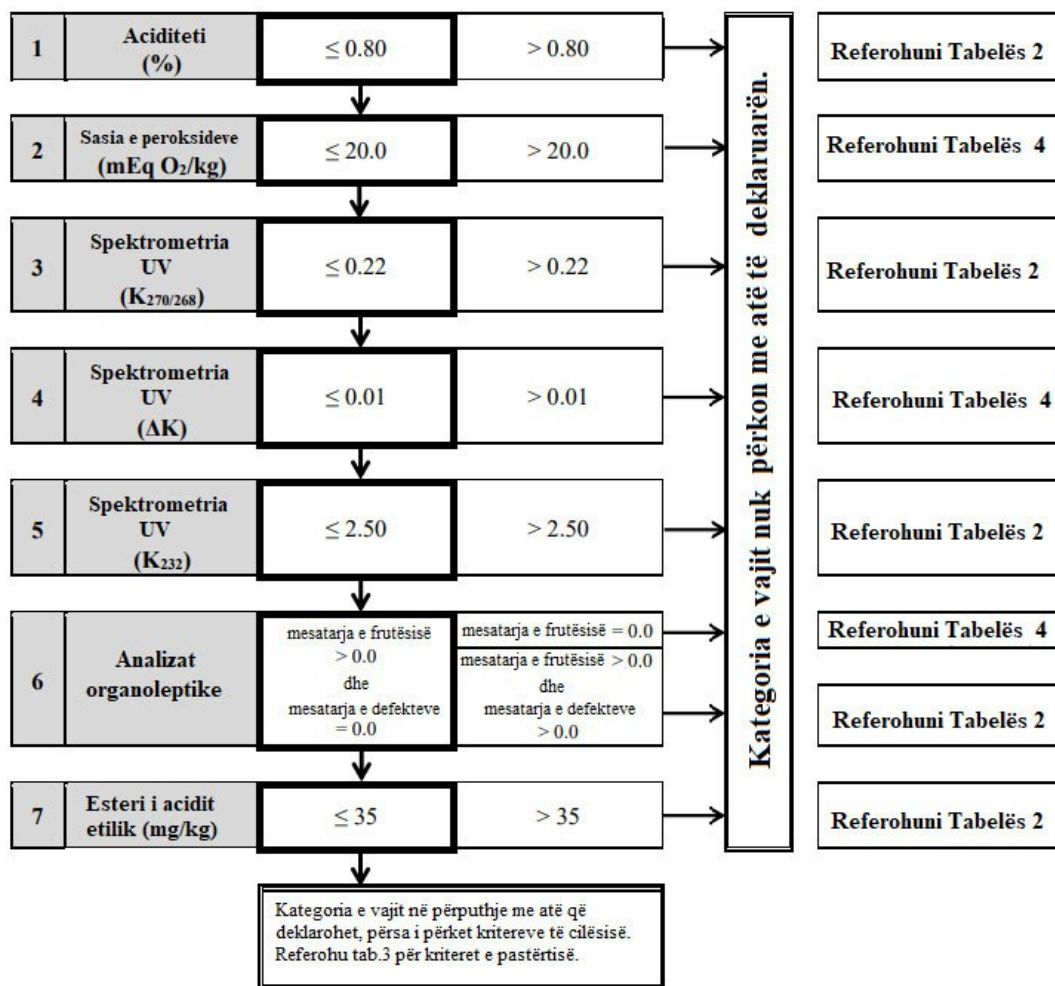


Tabela 2 — Vaj ulliri i virgjër — Kriteret e Cilësisë

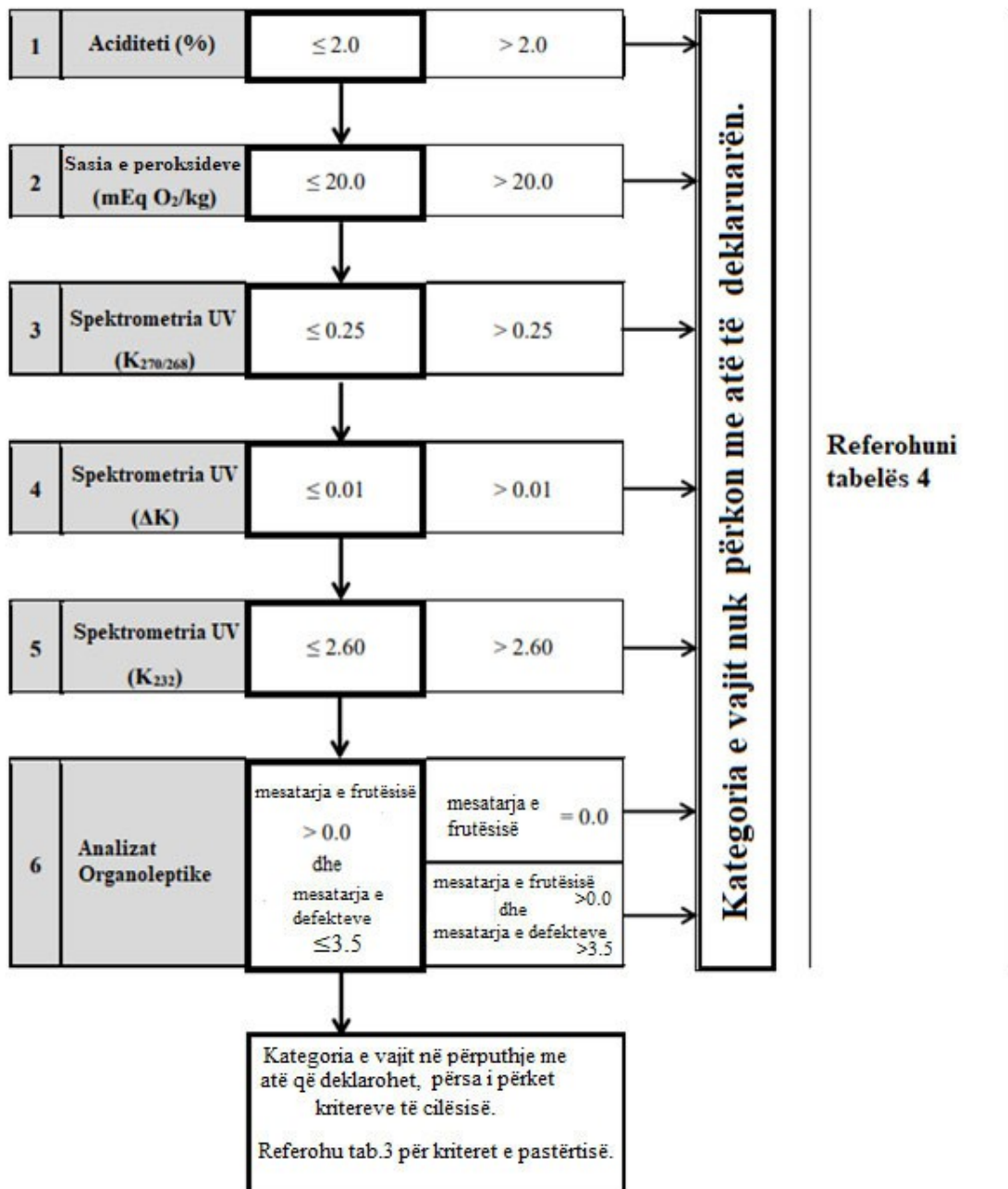


Tabela 3 — Vaj ulliri ekstra i virgjër dhe vaj ulliri i virgjër – Kriteret e Pastërtisë

1	Stigmastadiene (mg/kg)	$\leq 0.05$	$> 0.05$	Kategoria e vajit nuk përputhet me atë të deklaruarën.	Tregues i pranisë së vajrave të rafinuar (ulli ose të tjerë)
2	Izomerët trans të acideve yndyrore (%)	$tC18:1 \leq 0.05$ dhe $t(C18:2 + C18:3) \leq 0.05$	$tC18:1 > 0.05$ ose $t(C18:2 + C18:3) > 0.05$		Tregues i pranisë së vajrave të rafinuar (ulli ose të tjerë)
3	përbërja e acideve yndyrore	Në përputhje me vendimin nr. 235, datë 21.03.2017 "Për karakteristikat e cilësisë dhe kriteret e natyrshmërisë së vajit të ullirit dhe vajit të bërësive të ullirit.	Jo në përputhje me vendimin nr. 235, datë 21.03.2017 "Për karakteristikat e cilësisë dhe kriteret e natyrshmërisë së vajit të ullirit dhe vajit të bërësive të ullirit.		Tregues i pranisë së vajrave të huaj
4	AECN42	$\leq  0.20 $	$>  0.20 $		Tregues i pranisë së vajrave të huaj
5	përbërja e steroleve dhe përbajtja totale e steroleve	Në përputhje me vendimin nr. 235, datë 21.03.2017 "Për karakteristikat e cilësisë dhe kriteret e natyrshmërisë së vajit të ullirit dhe vajit të bërësive të ullirit.	Jo në përputhje me vendimin nr. 235, datë 21.03.2017 "Për karakteristikat e cilësisë dhe kriteret e natyrshmërisë së vajit të ullirit dhe vajit të bërësive të ullirit.		Tregues i pranisë së vajrave të huaj
6	Eritrodiol + Uvaol (%)	$\leq 4.5$	$> 4.5$		Tregues i pranisë së vajit të bërësive të ullirit
7	Dyll (mg/kg) C42+C44+C46	$\leq 150$	$> 150$		Tregues i pranisë së vajit të bërësive të ullirit
8	gliceril-2-monopalmitat (%)	Në përputhje me vendimin nr. 235, datë 21.03.2017 për miratimin e rregullores "Për karakteristikat e cilësisë dhe kriteret e natyrshmërisë së vajit të ullirit dhe vajit të bërësive të ullirit" $\leq 0.9\%$ nëse ac. Palmitik $\leq 14\%$ ose $\leq 1.0\%$ nëse ac. Palmitik $> 14\%$	Jo në përputhje me vendimin nr. 235, datë 21.03.2017 "Për karakteristikat e cilësisë dhe kriteret e natyrshmërisë së vajit të ullirit dhe vajit të bërësive të ullirit.		Tregues i pranisë së vajrave të esterifikuar ose atyre me përbajtje të lartë të acidit palmitik
Kategoria e vajit përkon me atë të deklaruarën					



Tabela 4 — Vaj ulliri — Kriteret e Pastërtisë

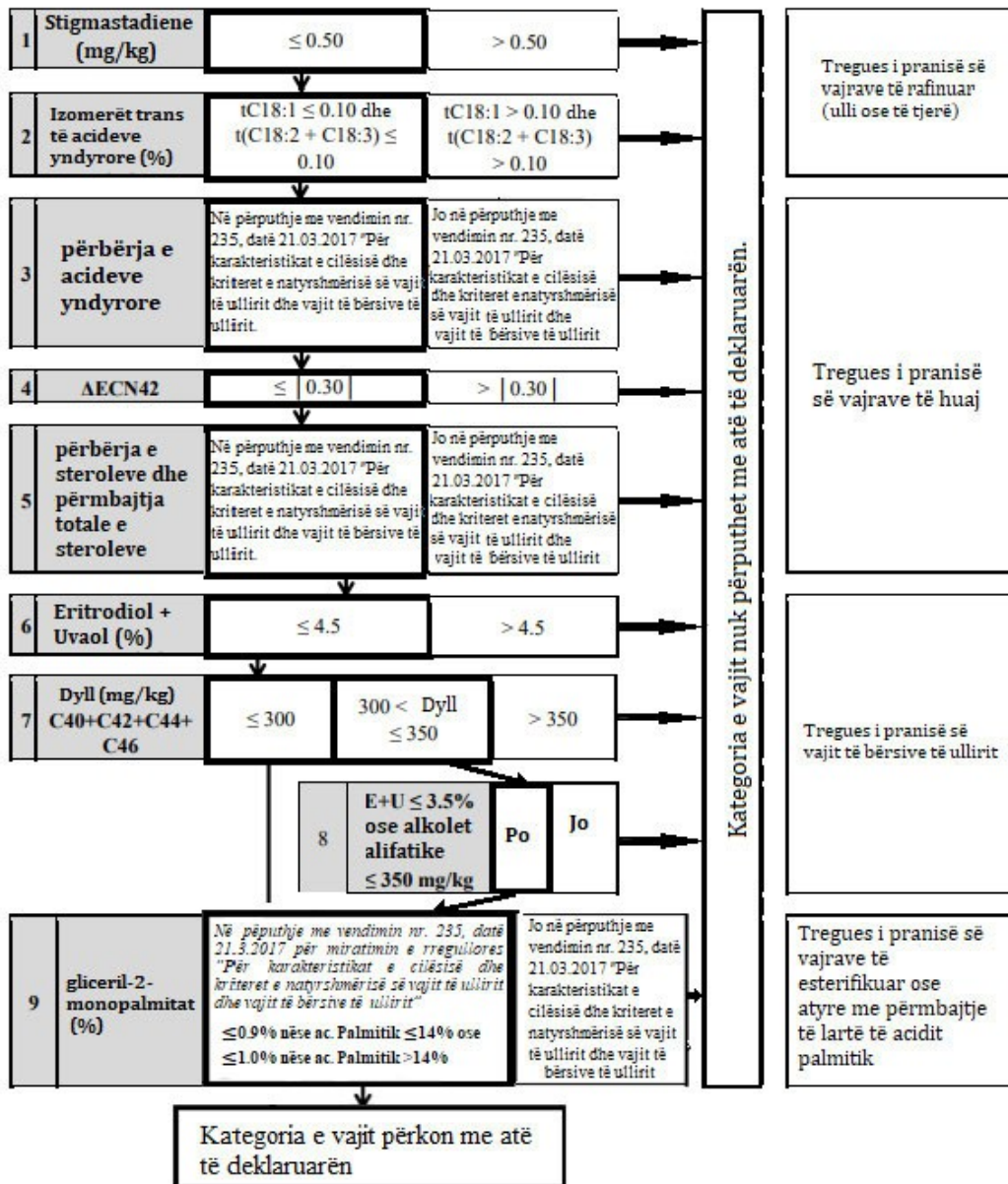


Tabela 5 — Vajrat e ullirit të Rafinuar — Kriteret e Cilësisë

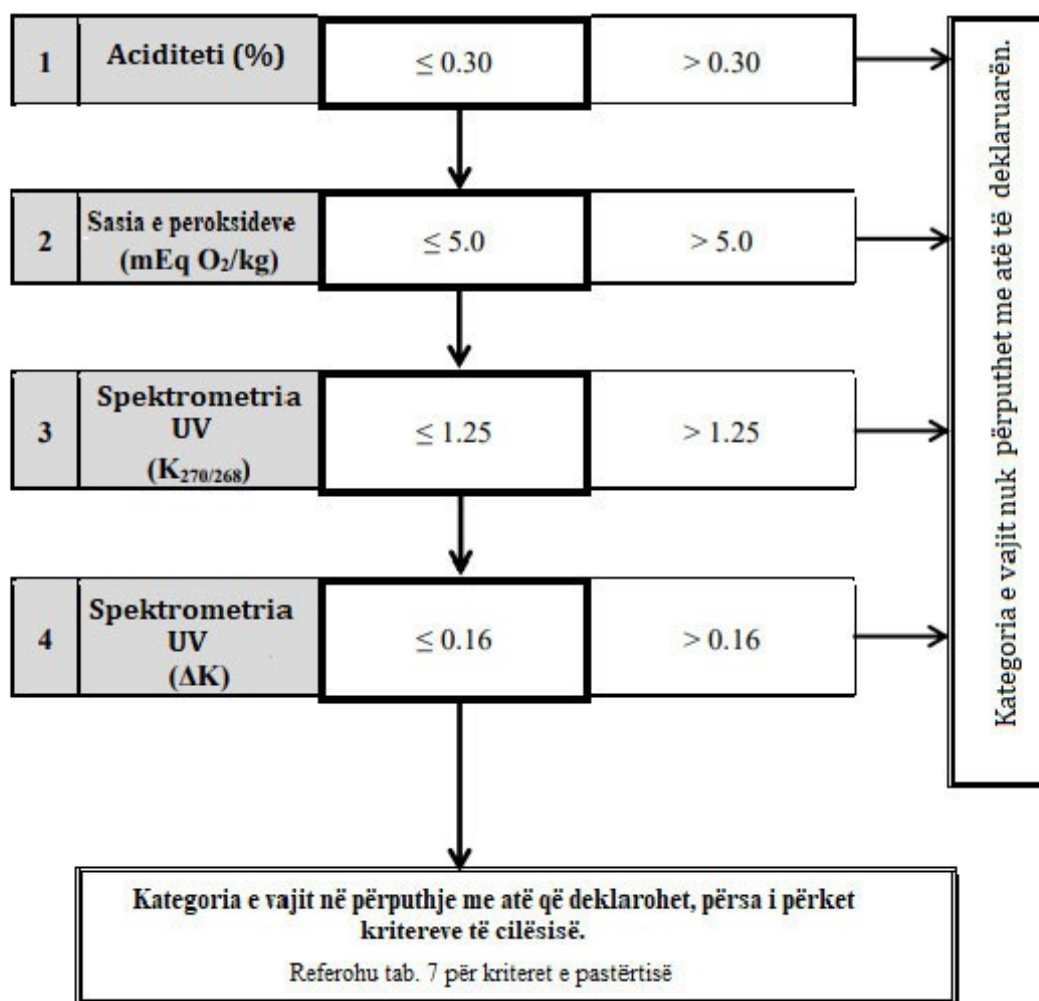


Tabela 6 — Vaj ulliri (i përbërë nga vajra ulliri të rafinuar dhe vajra ulliri të virgjër)  
Kriteret e Cilësisë

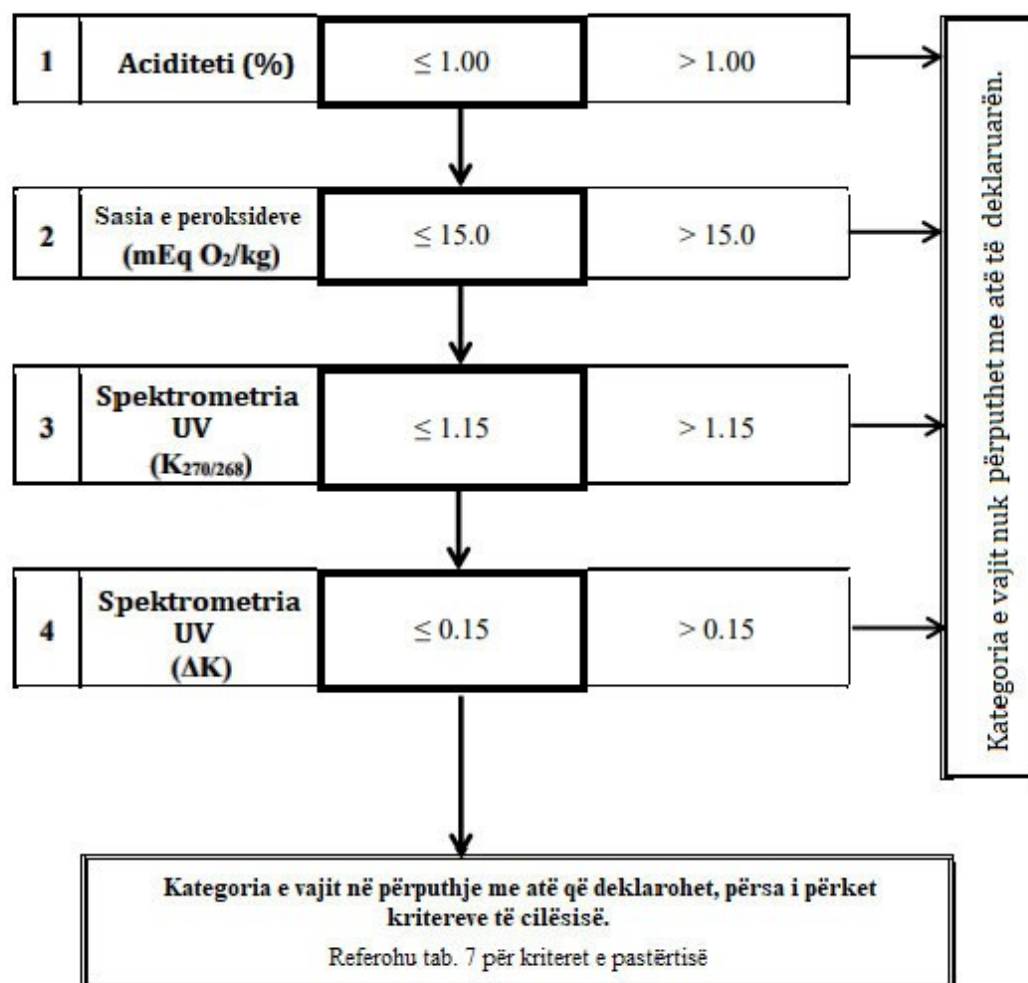




Tabela 7 — Vajra ulliri të rafinuar dhe vajra ulliri të përbërë nga vajra ulliri të rafinuar dhe vajra ulliri të virgjër — Kriteret e Pastërtisë

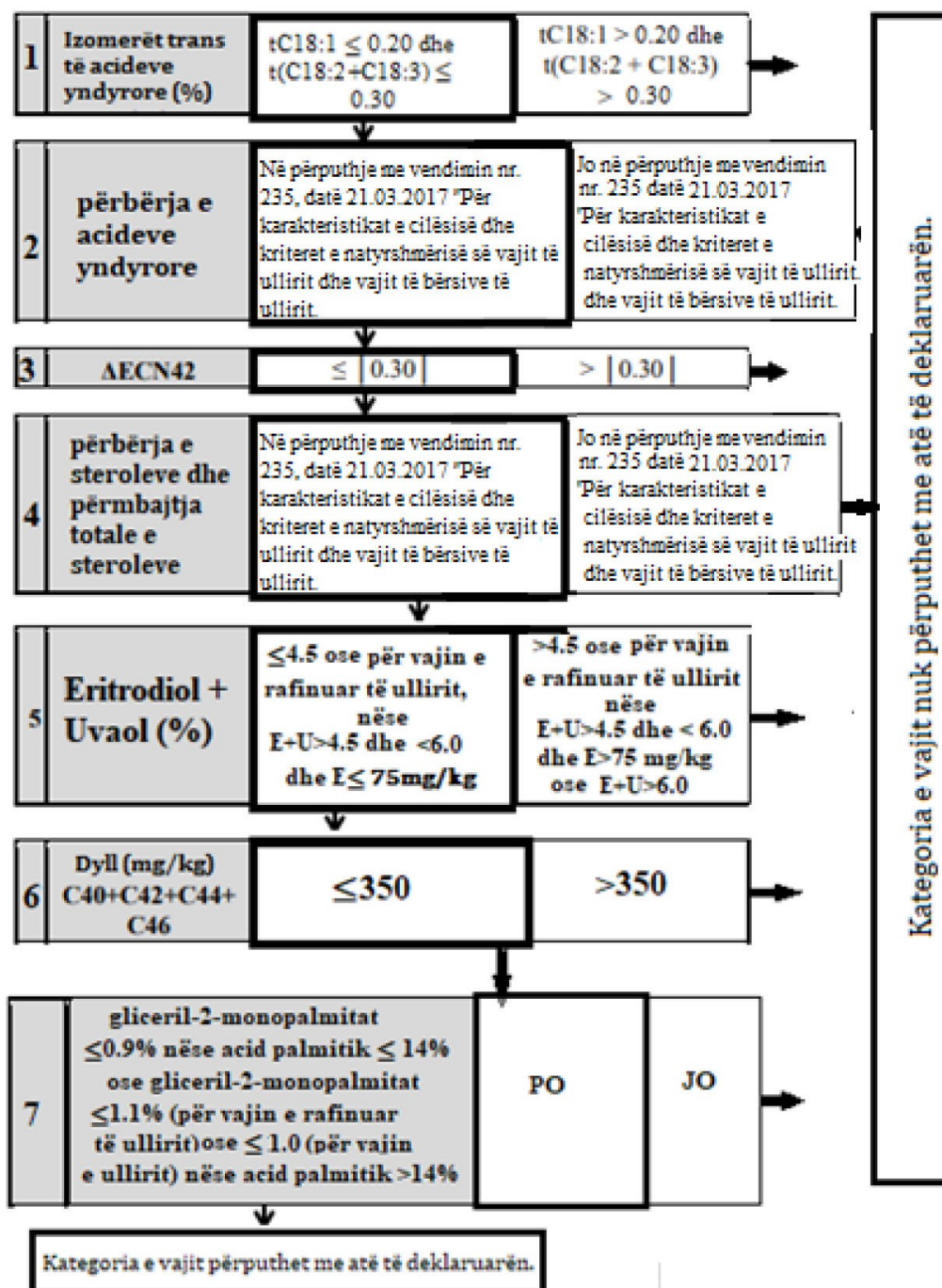
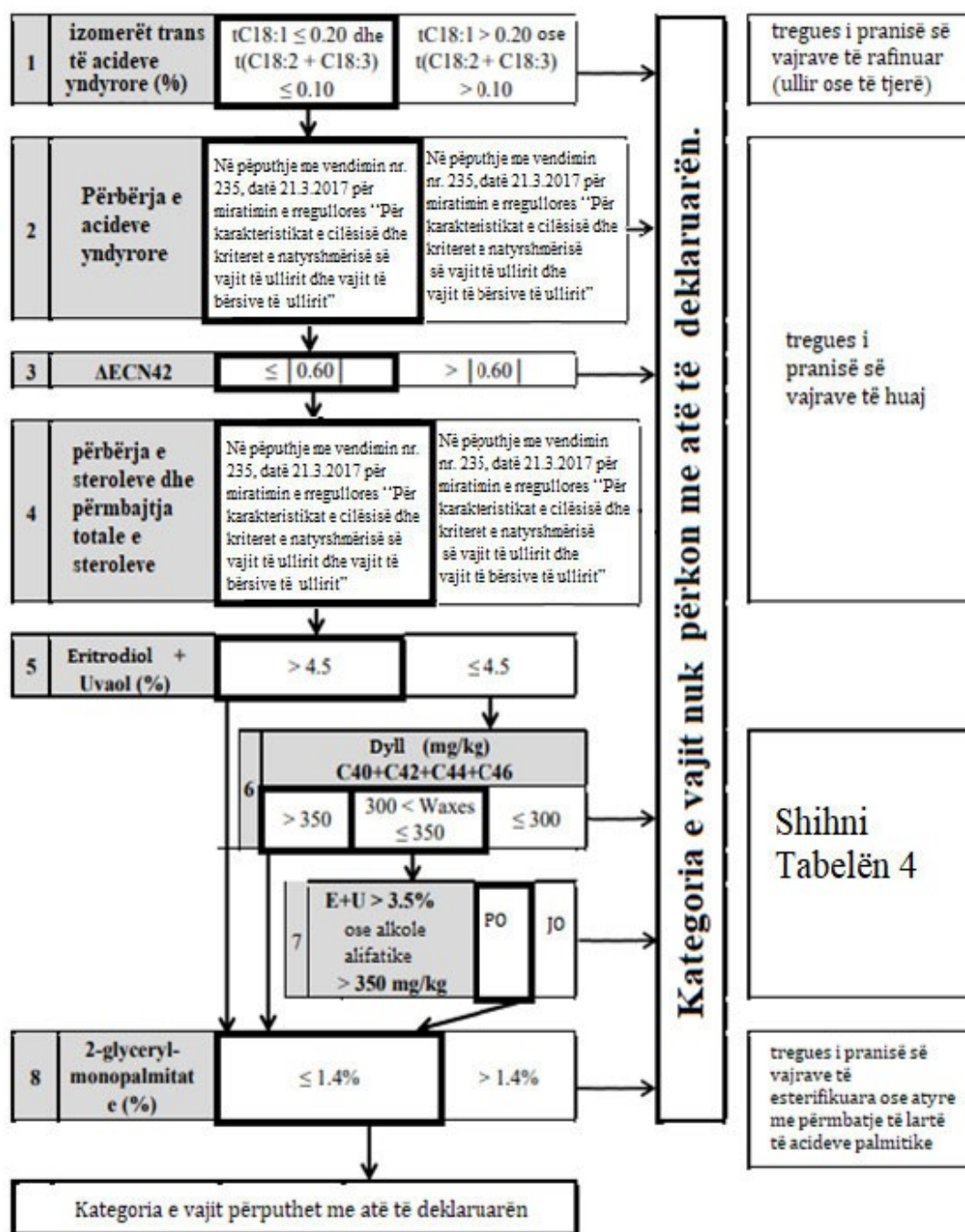


Tabela 8 — vaj i bërsive të ullirit — Kriteret e Pastërtisë



**Tabela 9 — vaj i rafinuar ibërsive të ullirit — Kriteret e Cilësisë**

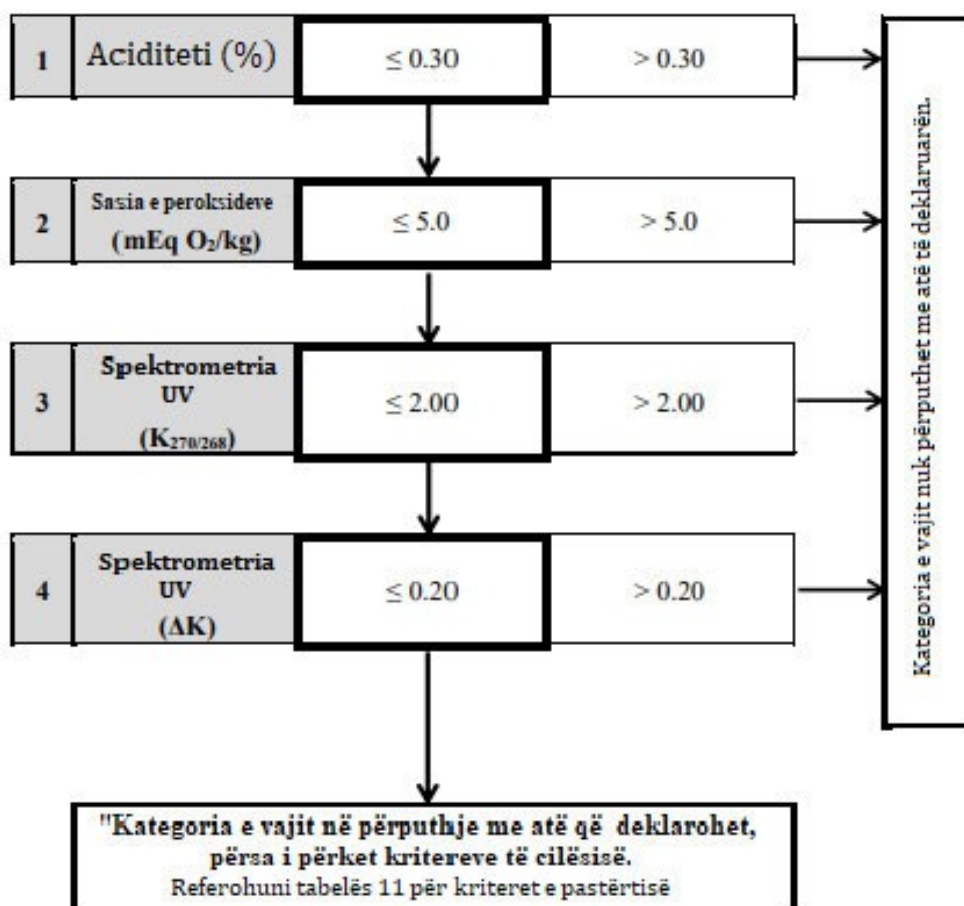


Tabela 10 — vajit i bërsive të ullirit — Kriteret e cilësisë

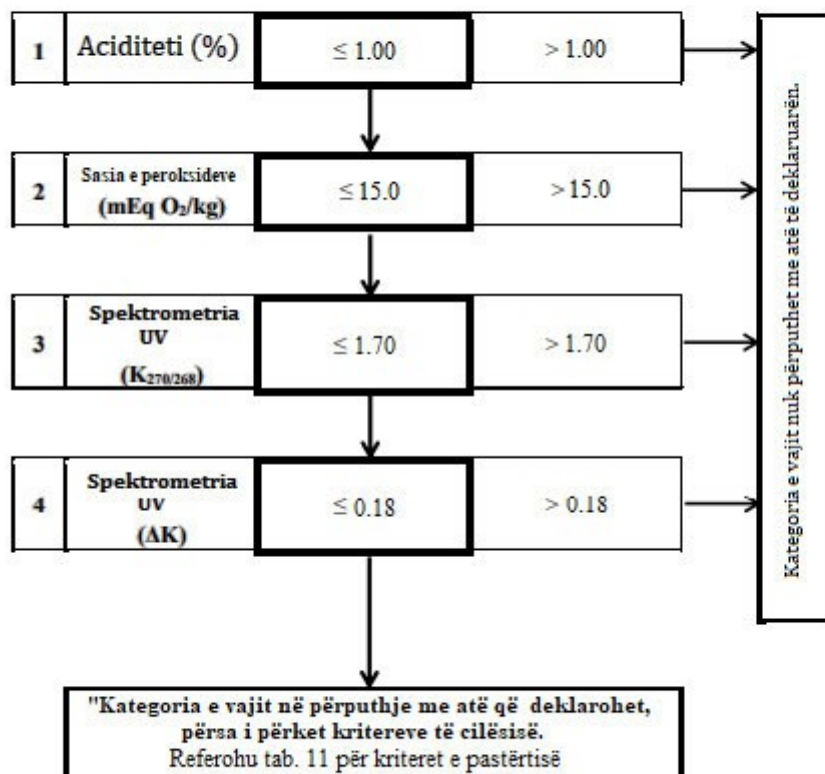
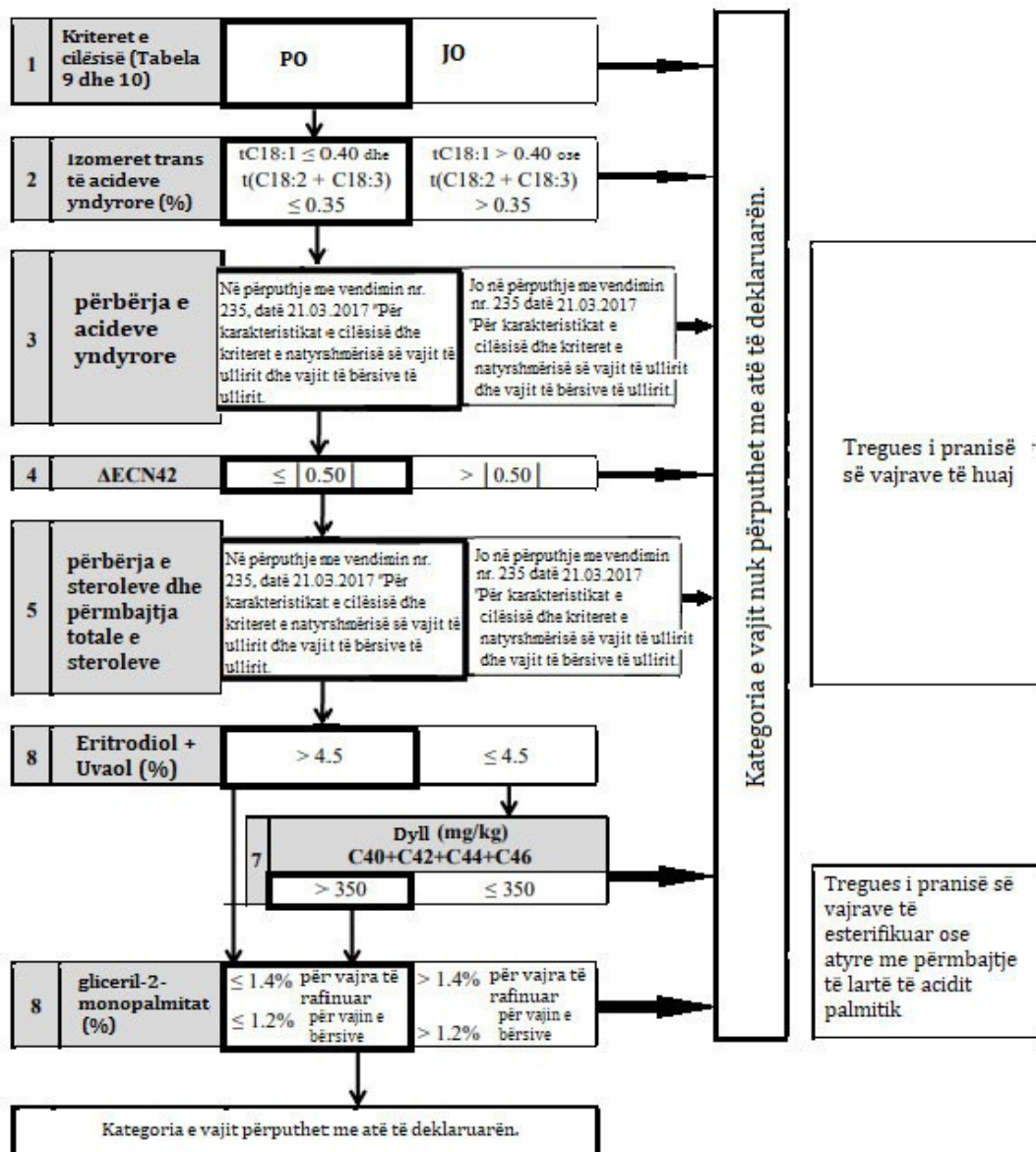


Tabela 11 — Vajrat e rafinuara të bërsive të ullirit dhe vaj i bërsive të ullirit Kriteret e Pastërtisë



## ANEKSI III

### METODAT E ANALIZIMIT

#### 1. Përcaktimi i aciditetit të lire

1.1 Kjo metodë ka për qëllim përcaktimin e acideve yndyrore të lira në vajrat e ullirit dhe vajrat e bërsisë së ullirit.

1.2. Përmbajtja e acideve yndyrore të lira shprehet si aciditet i lirë dhe llogaritet si përqindje e acidit oleik.

1.3. Për kryerjen e kësaj analize përdoren pajisjet si mëposhtë:

- Byretë, kapaciteti 10 mL e graduar në 0,02 mL, klasa A
- Byretë, kapaciteti 25 mL e graduar në 0,05 mL, klasa A
- Peshore analitike 0,001 g
- Kapë kimike
- Cilindra matës, me kapacitet 25 mL, 50 mL dhe 100 mL
- Elermajer 250 mL

1.4 Reagentët

Reagentët si mëposhtë, të jenë me gradë analitike të njohur:

- Dietil eter dhe etanol 96%, me përzjerje me vëllim të barabartë, që neutralizohen në momentin e përdorimit me solucion Hidroksid Kaliumi dhe me shtimin e 0.3mL solucion fenolftaleine, për 100 mL tretësirë.

**Kujdes - Dietil eteri është shumë i ndezshëm, përdoreni me kujdes!**

Si zëvendësues të dietil eterit mund të përdorim, eter petrolium (pike vlimi 40° C deri në 60°C) ose tolueni, ndërsa për të zëvendësuar etanolin mund të përdorim propanol-2.

- Hidroksid Natriumi ose Hidroksid Kaliumi. Solucion etanolik ose ujor **me c** (KOH) 0,1mol/L ose kur është e nevojshme c (KOH) 0,5mol/L. Mund të përdoren edhe tretësira të përgatitura të gatshme që gjenden në treg.
- Fenolftaleinë, solucion në Etanol, me përqëndrim 1g/100 mL.

1.5 Procedura e analizimit

Gjatë përgatitjes së mostrës për testim, kur mostra është e turbullt duhet të filtrohet.

Sasia e mostrës për analizim merret në varësi të aciditetit të pritshëm sipas kategorisë së vajit të ullirit, në përputhje me tabelën e mëposhtme:

Aciditeti i pritshëm (acid oleik g/100g)	Masa e marrë për analize, përafërsisht (g)	Saktësia e peshimit të mostrës (g)
0-2	10	0.02
>2 to 7.5	2.5	0.01
> 7.5	0.5	0.001



Sasia e marrë peshohet në një elermajer 250 mL.

Shtojmë 50 deri në 100 mL nga përzierja e tretësave të neutralizuar dhe e tresim përmbajtjen e mostrës duke e tundur lehtësisht.

Pas shtimit të indikatorit e titullojmë mostren me tretësirë KOH ose NaOH. Titullimi përfundon me ndryshimin e ngjyrës roze të lehtë të pa ndryshueshme për 15 sek.

#### 1.6 Llogaritja dhe shprehja e rezultateve sasiore

Aciditeti si përqindje e acidit oleik llogaritet me formulën e mëposhtne:

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

Ku:

*V* - është volumi në mililitra i NaOH ose KOH të harxhuar për titullim

*c* - është përqëndrimi, në mol për litër, i solucionit të hidroksidit të natriumit të përdorur

*M* - është masa molare, në gram për mol, i acidit oleik

*m* - është masa në gram e mostrës së marrë për analizë

#### 1.6.2 Aciditeti oleik raportohet si më poshtë:

a) Me 2 presje dhjetore për vlera midis 0 dhe 1

b) Më një presje dhjetore për vlera midis 1 dhe 100

#### 1.7 Verifikimi i cilësisë së rezultateve të analizës së aciditetit kryhet sipas tabelës së mëposhtë:

	A	B	C	D	E	F	G	H
<b>n</b>	22	22	22	22	22	20	20	20
<b>Outlier</b>	1	1	2	2	0	2	3	2
<b>Mesatarja</b>	6.3	0.11	0.07	0.13	0.15	1.4	0.50	0.69
<b>r</b>	0.144	0.019	0.018	0.011	0.021	0.015	0.018	0.022
<b>S<sub>r</sub></b>	0.052	0.007	0.006	0.004	0.007	0.005	0.006	0.008
<b>RSD<sub>r</sub> (%)</b>	0.8	6.1	9.3	3.2	4.8	0.4	1.3	1.1
<b>R</b>	0.535	0.074	0.043	0.053	0.100	0.121	0.074	0.085
<b>S<sub>R</sub></b>	0.191	0.027	0.015	0.019	0.036	0.043	0.026	0.030
<b>RSD<sub>R</sub> (%)</b>	3.0	24.2	22.7	14.7	23.3	3.1	5.3	4.4

Ku:

n	numri i laboratorëve pjesëmarrës
outlier	Vlera jashtë fushës së matjes
Mesatarja	mesatare e rezultateve të pranuarra (g/100 g)
S <sub>r</sub>	devijimi standard i përsëritshmërisë (g/100 g)
RDS <sub>r</sub> (%)	Shmangia standarde relative e ripërsëritshmërisë (S <sub>r</sub> x 100/mesatarja)
r	Vlera nën të cilën diferenca absolute midis dy rezultateve të vetme të pavarura të përfuara me të njëjtën metodë, në të njëjtin material testimi, në

	të njëjtin laborator, nga i njëjti analist, duke përdorur të njëjtat pajisje brënda intervaleve të shkurtra kohe pritet të jetë me të njëjtin probabilitet prej 95% (Sr shumëzuar me 2.8) (g/100 g).
S <sub>R</sub>	Shmangia standard e riprodhueshmërisë (g/100g)
RDS <sub>R</sub> (%)	Shmangia standard relative e riprodhueshmërisë (SR x 100/mesatarja)
R	Vlera nën të cilën diferenca absolute midis dy rezultateve të vetme të pavarura të përftuara me të njëjtën metodë, në të njëjtin material testimi, në laboratorë të ndryshëm, nga analist të ndryshëm, duke përdorur pajisje të ndryshme pritet të jetë me të njëjtin probabilitet prej 95% (Sr shumëzuar me 2.8) (g/100 g).

## 2. Përcaktimi i Peroksideve

Kjo metodë ka për qëllim përcaktimin e numrit të peroksideve në vajra dhe yndyrna vegjetale. Vlera e peroksideve është sasia e këtyre substancave në mostër, e shprehur në terma të milikuivalent të O<sub>2</sub> aktiv për Kg, të cilët oksidojnë Jodurin e Kaliumit në kushtet operative të përshkuara.

### 2.1 Për kryerjen e kësaj analize përdoren pajisjet si më poshtë:

- Peshore analitike 0,0001 g
- Pipeta me kapacitet 0,5 mL, 1mL, 10 mL, 100 mL. (Mund të përdoren edhe pipeta automatike).
- Cilindra matës, me kapacitet 50 mL dhe 100 mL
- Elermajer me grykë të smeriluar dhe tapë 250 mL
- Gotë kimike me kapacitet 250 mL
- Balon i taruar 1000 mL
- Balon i taruar 500 mL
- Balon i taruar 250 mL
- Byretë për titrim 25 mL ose 50 mL me ndarje 0.1mL

### 2.2 Reagentët

Reagentët që përdoren duhet të jenë me gradë analitike të njohur:

- Kloroformë reagent analitik i pastër, pa oskigjen
- Acidid acetik glacial analitik i pastër, pa oskigjen
- Tiosulfat Natriumi 0,01 ose 0,05 N
- Solucion ujqor Jodur Kaliumi i mbingopur
- Solucion ujqor amidon 1 %

### 2.3 Procedura e analizimit

Duhet patur kujdes qe mostra e marrë duhet të ruhet nga drita dhe të ruhet në temperaturën rreth 20°C. Mostra duhet analizuar me dritën e diellit ose dritë artificiale.

Shtohet në elermajer me saktësi 0,001 g mostër në përputhje me tabelën e mëposhtme, sipas një vlerë të pritshme peroksidi.



Vlera e pritshme e peroksideve	Pesha e kampionit që duhet peshuar
0-12	5-2 g
12-20	2,0-1,2
20-30	1,2-0,8
30-50	0,8-0,5
50-90	0,5-0,3

Pas peshimit të mostres në elermajer, shtojme me shpejtësi 10 mL kloroformë. Tresim mostës duke tundur elermajerin. Shtojmë 15 mL acid acetik. Shtojmë 1 mL solucion të mbingopur Jodur Kaliumi. Mbyllim elermajerin me tapën smerile. E tundim për rreth 1 minutë. E lëmë në erresirë ekazaktësisht 5 minuta në temperaturën 15-25 °C. Shtojmë 75 mL ujë të distiluar.

Titrojmë Jodin e çliruar me solucionin e tiosulfatit të natriumit (0.02 solución mol/L për vlera më të vogla peroksidesh se 12 dhe 0,01 mol/L për vlera më të mëdha se 12) duke përdorur solucionin e amidonit 1% si indikator. Vazhdojme titrimin deri sa tretësira të çngjyroset. Kryhen dy përcaktime për një mostër.

Në të njëjtën kohë kryhet edhe prova e bardhë.

Nëqoftëse rezultati i provës së bardhë është më i madh se 0,05 mL me solucionin e tiosulfatit të natriumit 0,01 N atëhere duhet të zëvendësojmë reagentët dhe të përdorim solucion tiosulfati natriumi 0,002 N.

#### 2.4 Llogaritja dhe shprehja e rezultateve sasiore:

Vlera e Peroksideve e shprehur në milliequivalent të oksigjenit aktiv për kilogram jepet nga formula:

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

Ku :

V = mililitrat e harxhuar të Tiosulfatit të natriumit të harxhuar

T = Molariteti ekzakt i tiosulfatit të natriumit i përdorur për analizë

M = pesha në gram e mostrës së marrë për analizë

Merret si rezultat mesatarja aritmetike e 2 provave paralele

#### 2.7 Verifikimi i cilësisë së rezultateve të numrit të peroksideve kryhet sipas tabelës së mëposhtme.

	A	B	C	D	E	F	G
<b>n</b>	16	20	15	14	14	19	15
<b>Outlier</b>	0	0	0	0	0	0	0
<b>Mesatarja</b>	11,7	24	7,8	2,8	4,9	14,3	8,2
<b>r</b>	0,26	1,31	0,41	0,27	0,19	0,52	0,33
<b>S<sub>r</sub></b>	0,09	0,47	0,15	0,1	0,07	0,18	0,12
<b>RSD<sub>r</sub> (%)</b>	0,8	1,9	1,9	3,4	1,4	1,3	1,4
<b>R</b>	1,86	4,00	1,55	1,09	1,19	3,18	2,81
<b>S<sub>R</sub></b>	0,66	1,43	0,55	0,39	0,43	1,14	1,0
<b>RSD<sub>R</sub> (%)</b>	5,7	5,9	7,1	13,8	8,6	8,0	12,3

Ku:

n	numri i laboratorëve pjesëmarrës
Outlier	Vlera jashtë fushës së matjes
Mesatarja	mesatare e rezultateve të pranuar (meqO <sub>2</sub> /kg)
S <sub>r</sub>	Shmangia standard i përsëritshmërisë (meqO <sub>2</sub> /kg)/100 g)
RDS <sub>r</sub> (%)	Shmangia standard relative e ripërsëritshmërisë (S <sub>r</sub> x 100/mesatarja)
r	Vlera nën të cilën diferenca absolute midis dy rezultateve të vetme të pavarura të marra me të njëjtën metodë, në të njëjtin material testimi, në të njëjtin laborator, nga I njëjti operator, duke përdorur të njëjtat pajisje brenda intervaleve të shkurtra kohe pritet të jetë me të njëjtin probabilitet prej 95% (S <sub>r</sub> shumëzuar me 2.8)
S <sub>R</sub>	Shmangia standard e riprodhueshmërisë (meqO <sub>2</sub> /kg)
RDS <sub>R</sub> (%)	Shmangia standard relative e riprodhueshmërisë (S <sub>R</sub> x 100/mesatarja)
R	Vlera nën të cilën diferenca absolute midis dy rezultateve të vetme të pavarura të marra me të njëjtën metodë, në të njëjtin material testimi, në laboratorë të ndryshëm, nga operatorë të ndryshëm, duke përdorur pajisje të ndryshme pritet të jetë me të njëjtin probabilitet prej 95% (S <sub>r</sub> shumëzuar me 2.8) (meqO <sub>2</sub> /kg)

### 3. Përcakimi i Koefficientit të përthithjes ultraviolet (UV)

Kjo metodë ultravioletë ka për qëllim dhënien e informacionit mbi cilësinë e një yndyre, gjëndjen e ruajtjes së saj dhe ndryshimet e përfutuara gjatë procesit të përpunimit. Absorbimi i gjatësisë së valës së specifikuar në metodë është për shkak të dieneve dhe trieneve të konjuguara që rezultojnë nga proceset e oksidimit dhe/ose praktikave të rafinimit. Këto absorbime janë të shprehura si ekstension specifik E1% (ekstensionin e 1% ë/v solucion yndyror në tretësin e specifikuar, në një kyvetë 10 mm) e indikuar konvencionalisht nga K (referuar gjithashtu edhe si "koefficient i ekstensionit"). Mostra tretet në tretësin organik të caktuar dhe absorbanca e solucionit matet në gjatësitë e valës së specifikuar si referencë tretësin organik të pastër. Ekstensionet specifike për 232 nm dhe 268 nm treten në iso oktan ndërsa 232 dhe 270 maten në cikloheksan. Këto ekstensione llogariten për një përqëndrim 1% p/v në një kyvetë 10 mm.

#### 3.1 Për kryerjen e kësaj analize përdoren pajisjet dhe aksesorsët e provës si më poshtë:

- Spektrofotometër i përshtatshëm për matjet në gjatësi vale ultraviolet (220nm deri në 360nm) me aftësinë e leximit të njësisive individuale nanometrike;
- Balona të taruar qelqi 25 mL, klasi A;
- Peshore analitike me aftësi leximi deri në 0.0001 g

#### 3.2 Reagentët

Reagentët e përdorur duhet të jenë të një cilësie analitike të njohur dhe uji i përdorur duhet të jetë ujë i distiluar ose i një pastërtie ekuivalente:

- Isooktan (2,2,4 trimethylpentane)
- Cikloheksan.

### 3.3 Procedura e analizimit është si mëposhtë:

Mostra duhet të jetë e homogjenizuar shumë mirë dhe pa pastërti në pezulli. Në të kundërt, duhet filtruar me letër filtri në temperaturë afërsisht 30 ° C.

Peshojmë me saktësi afërsisht 0,25 g nga mostra në një balon të ratuar 25 mL, e çojmë në shenjë me tretësin e caktuar dhe e homogjenizojmë. Solucioni duhet të jetë shumë i qartë. Në qoftë se kemi opaleshenca (turbullira) filtrohet me shpejtësi me letër filtri.

Pas matjes së gjatësisë të vales 268 ose 270 nm, matet absorbanca në  $\lambda$  maksimal,  
 $\lambda_{\max} + 4$  dhe  $\lambda_{\max} - 4$ .

Këto vlera të absorbimit përdoren për të përcaktuar ndryshimin në gjatësinë e vales ( $\Delta K$ ).

**Shënim:** Kur si  $\lambda_{\max}$  marrim gjatësinë e valës 268 nm përdoret isooktani si tretës dhe ciklohexan në gjatësi vale 270 nm.

### 3.4 Llogaritja dhe shprehja e rezultateve sasiore kryhet si mëposhtë:

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

Ku:  $K_m$  është gjatësia e vales për absorbimin maksimal në 270 nm ose 268nm në varësi të solventit (tretësit të përdorur).

Rezultati shprehet me 2 shifra pas presjes vjetore.

### 3.5 Verifikimi i cilësisë së rezultateve të kësaj metode duhet të kryhet sipas metodës së mëposhtme.

**Tabela A.1 Gjatësia e valës UV në 232 nm në izooktan**

	A	B	C	D	E
<b>n</b>	21	22	22	22	22
<b>outliers</b>	1	4	4	1	5
<b>Mesatarja</b>	1.76	2.10	3.81	3.85	2.82
<b>r</b>	0.072	0.035	0.043	0.101	0.054
<b>Sr</b>	0.026	0.013	0.016	0.036	0.019
<b>RSDr(%)</b>	1.5	0.6	0.4	0.9	0.7
<b>R</b>	0.216	0.194	0.488	0.582	0.194
<b>SR</b>	0.077	0.069	0.174	0.211	0.069
<b>RSDR(%)</b>	4.4	3.3	4.6	5.5	2.5

**Tabela A.2 Gjatësia e valës UV në 232 nm në cikloheksan**

	A	B	C	D	E
<b>n</b>	21	21	21	21	21
<b>outliers</b>	3	1	1	0	0
<b>Mesatarja</b>	1.76	2.12	3.83	3.86	2.79
<b>r</b>	0.070	0.060	0.119	0.113	0.093

<b>Sr</b>	0.025	0.0216	0.0423	0.0405	0.0332
<b>RSDr(%)</b>	1.4	1.0	1.1	1.1	1.2
<b>R</b>	0.138	0.204	0.424	0.386	0.279
<b>SR</b>	0.049	0.073	0.151	0.138	0.100
<b>RSDR(%)</b>	2.8	3.4	4.0	3.6	3.6

**Tabela A.3 Gjatësia e valës UV në 268 nm në izooktan**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	21	22	22	22	22
<b>outliers</b>	1	4	2	5	2
<b>Mesatarja</b>	0.12	0.43	1.14	0.45	0.60
<b>r</b>	0.014	0.014	0.043	0.018	0.018
<b>Sr</b>	0.005	0.005	0.016	0.007	0.007
<b>RSDr(%)</b>	4.0	1.2	1.4	1.5	1.1
<b>R</b>	0.028	0.045	0.083	0.038	0.094
<b>SR</b>	0.010	0.016	0.030	0.013	0.034
<b>RSDR(%)</b>	8.0	3.8	2.6	3.0	5.6

**Tabela A.4 Gjatësia e valës UV 270 nm në cikloheksan**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	21	21	21	21	21
<b>outliers</b>	1	2	1	1	4
<b>Mesatarja</b>	0.13	0.43	1.12	0.45	0.59
<b>r</b>	0.014	0.023	0.029	0.033	0.018
<b>Sr</b>	0.005	0.008	0.010	0.012	0.006
<b>RSDr(%)</b>	4.0	1.9	0.9	2.6	1.1
<b>R</b>	0.031	0.044	0.074	0.04	0.042
<b>SR</b>	0.011	0.016	0.027	0.014	0.015
<b>RSDR(%)</b>	8.5	3.7	2.4	3.2	2.5

**Tabela A.5 Variacioni i gjatësisë së valës specifike UV, ΔK në (270 4) nm në cikloheksan**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	20	21	21	21	21
<b>outliers</b>	1	1	2	1	3
<b>Mesatarja</b>	-0.00	0.00	0.09	0.04	0.05
<b>r</b>	0.002	0.002	0.003	0.003	0.004
<b>Sr</b>	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001
<b>RSDr(%)</b>	28.9	21.6	1.1	2.9	2.9
<b>R</b>	0.008	0.004	0.012	0.007	0.011
<b>SR</b>	0.003	0.001	0.004	0.003	0.004
<b>RSDR(%)</b>	147.5	52.0	5.1	7.6	8.1

**Tabela A.6 Variacioni i gjatësisë së valës specifike UV, ΔK në (268 4) nm në izooktan**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	21	21	22	22	22
<b>outliers</b>	0	3	1	2	2
<b>Mesatarja</b>	-0.00	0.00	0.08	0.03	0.04
<b>r</b>	0.003	0.001	0.005	0.004	0.002
<b>Sr</b>	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001
<b>RSDr(%)</b>	36.4	121.1	2.3	4.4	1.7
<b>R</b>	0.011	0.003	0.023	0.011	0.013
<b>SR</b>	0.004	0.001	0.008	0.004	0.005
<b>RSDR(%)</b>	148.2	234.8	10.0	12.6	10.6

Ku:

<b>n</b>	numri i laboratorëve pjesëmarrës
<b>Outlier</b>	Vlera jashtë fushës së matjes
<b>Mesatarja</b>	mesatare e rezultateve të pranuar
<b>S<sub>r</sub></b>	Shmangia standard i përsëritshmërisë
<b>RDS<sub>r</sub> (%)</b>	Shmangia standard relative e ripërsëritshmërisë ( $S_r \times 100/\text{mesatarja}$ )
<b>r</b>	Vlera nën të cilën diferenca absolute midis dy rezultateve të vetme të pavarura të marra me të njëjtën metodë, në të njëjtin material testimi, në të njëjtin laborator, nga I njëjti operator, duke përdorur të njëjtat pajisje brenda intervaleve të shkurtra kohe pritet të jetë me të njëjtin probabilitet prej 95% ( $S_r$ shumëzuar me 2.8).
<b>S<sub>R</sub></b>	Shmangia standard e riprodhueshmërisë
<b>RDS<sub>R</sub> (%)</b>	Shmangia standard relative e riprodhueshmërisë ( $S_R \times 100/\text{mesatarja}$ )
<b>R</b>	Vlera nën të cilën diferenca absolute midis dy rezultateve të vetme të pavarura të marra me të njëjtën metodë, në të njëjtin material testimi, në laboratorë të ndryshëm, nga operatorë të ndryshëm, duke përdorur pajisje të ndryshme pritet të jetë me të njëjtin probabilitet prej 95% ( $S_r$ shumëzuar me 2.8)

#### **4. Përcaktimi i përbërjes së Acideve yndyrore me Gaz Kromatografi (% m/m metil estereve)**

Kjo metodë përcakton acidet yndyrore të lira dhe të lidhura në yndyrat dhe vajrat bimore pas shndërrimit të tyre në acide yndyrore të metil estereve (FAME).

Acidet yndyrore të lidhura të triacilgliceroleve (TAGs) dhe, në varësi të metodës së esterifikimit të acideve yndyrore të lira (FFA), shndërrohen në acide yndyrore të metil estereve (FAME), të cilat përcaktohen me gaz kromatograf kapilar.

Kjo metodë lejon përcaktimin e FAME nga C12 në C24.

#### 4.1 Metoda

Për analizën sasiore të Acideve yndyrore përdoret gaz kromatografi (GC). Acidet Yndyrore (FAME) janë përgatitur sipas pjesës së parë së kësaj metode. Më pas ato injektohen dhe avullohen brenda injektorit. Ndarja e FAME kryhet në kolona analitike me polaritet dhe gjatësi specifike. Për detektimin e FAME përdoret si detektor FID që është një detektor me flakë të jonizuar.

Kushtet e analizës janë dhënë në pjesën e dytë të kësaj metode.

Si gaz bartës për fazën e lëvizshme mund të përdoret hidrogjeni ose heliumi.

Hidrogjeni shpejton dhe qartëson ndarjen dhe jep piqe më të qarta.

Ndërsa kalojnë nëpër kolonën kapilare, komponimet e avulluara që analizohen ndërveprojnë me fazën stacionare që mbulon sipërfaqen e brendshme të kolonës. Për shkak të këtyre ndërveprimeve midis komponentëve, ato eluojnë në kohë të ndryshme, që quhet edhe koha e retencionit e komponentit për një përmbledhje të caktuar të parametrave të analizës. Krahasimi i kohëve të retencionit përdoret për identifikimin e komponentëve të ndryshëm.

#### 4.2 Përgatitja e Metil Estereve të Acideve Yndyrore (FAME)

##### 4.2.1 Fusha e aplikimit

Përgatitja e metil estereve të acideve yndyrore nga vajrat e ullirit dhe vajrat e bërsisë kryhet me trans-esterifikim me tretësirë metanolike të hidroksidit të kaliumit në temperaturën e dhomës. Nevoja e pastrimit të kampionit para trans-esterifikimit varet nga përmbajtja e acideve yndyrore të lira të kampionit dhe parametri analitik që do të përcaktohet, mund të zgjidhet sipas tabelës së mëposhtme:

<i>Kategoria e vajit</i>	<i>Metoda</i>
Vaj ulliri i virgjër me aciditet $\leq 2.0$ %	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Acide yndyrore</li><li>2. <i>trans</i>-acide yndyrore</li><li>3. <math>\Delta</math>ECN 42 (pas purifikimit me silica-gel SPE)</li></ol>
Vaj ulliri i rafinuar	
Vaj ulliri i përbërë nga vaj ulliri i rafinuar dhe vaj ulliri i virgjër	
Vaj bersie i rafinuar	
Vaj bersie	
Vaj ulliri me aciditet $> 2.0$ %	
Vaj bersie I paperpunuar	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Acide yndyrore (pas purifikimit me silica-gel SPE)</li><li>2. <i>trans</i>-acide yndyrore (pas purifikimit me silica-gel SPE)</li><li>3. <math>\Delta</math>ECN42 (pas purifikimit me silica-gel SPE)</li></ol>

#### 4.2.2 Reagentët

- Metanol që përmban jo më shumë se 0,5 % (m/m) ujë.
- Hekzan, cilësi kromatografike. (Hekzani mund të zëvendësohet nga izo-oktani (2,2,4 trimetil pentan në graden e kromatografisë, sipas metodës ISO NF EN ISO 12966-2: "Yndyrnat dhe vajrat shtazore dhe vegjetale -Gaz kromatografia e acideve yndyrore te metil estereve - Pjesa 2: Përgatitja e metil estereve të acideve yndyrore".
- Heptani, cilesia kromatografike. Heptani mund të zëvendësohet nga izo-oktani (2,2,4 trimetil pentani në graden e kromatografisë.
- Dietil éter
- Aceton, cilësia kromatografike.
- Tretës elucioni për pastrimin e vajit me kolone kromatografike /SPE, përzierje hekzan/dietil eter 87/13 (v/v).
- Hidroksid kaliumi, solucion metanolik afërsisht 2M: peshojmë 11,2 g hidroksid kaliumi në 100 mL metanol.
- Filtra silica xhel, 1 g (6 mL), për ekstraktimin e fazës së ngurtë.

#### 4.2.3 Pajisjet

- Tub testues me grykë të filetuar dhe kapak të pajisur me një bashkim PTFE (me vëllim 5 mL)
- Pipeta të graduara ose automatike, 2 mL dhe 0,2 mL.

#### 4.2.4 Pastrimi/purifikimi i mostrave të vajit

Kur është e nevojshme, mostrat do të pastrohen/purifikohen duke kaluar vajin përmes një filtri ekstraktues me silica xhel. Vendoset filtri i silica xhel në një aparat në një aparat elucioni me vakum dhe lahet me 6 mL hekzan. Larja kryhet jo në vakum. Pastaj futet në kolonë një solucion/tretësirë vaji (afërsisht 0,12 g) në 0,5 mL hekzan.

Tretësira thithet poshtë dhe më pas shplahet me 10 mL heksan/dietil eter (87:13 v/v).

Pjesa e shplarë homogjenizohet dhe ndahet në dy vëllime të ngjashme. Një pjesë avullohet deri në tharje në një avullues rotativ nën presion të reduktuar në temperaturën e dhomës. Mbetja tretet në 1 mL heptan për përgatitjen e metil estereve të acideve yndyrore dhe analizohet me GC.

Pjesa e dytë avullohet dhe mbetja tretet në 1 mL aceton për analizën e triglicerideve me HPLC, nëse është e nevojshme.

#### 4.2.5 Procedura e përgatitjes së FAME

Në një tub testues me grykë të filetuar dhe kapak të pajisur me një bashkim PTFE (me vëllim 5 mL) peshojmë afërsisht 0.1g kampion vaj. Shtojmë 2 mL heptan dhe e tundim. Shtojmë 0,2 mL tretësirë të hidroksidit metanolik të kaliumit, mbyllim kapakun dhe e tundim fuqishëm për 30 sekonda. E lëmë në qetësi derisa pjesa e sipërme e tretësirës të bëhet e qartë. Dekantojmë shtresën e sipërme që përmban metil esteret. Tretësira e heptanit është gati për injektim në gaz kromatograf. Këshillohet që tretësira të ruhet në frigorifer deri në analizën gazkromatografike. Nuk rekomandohet ruajtja e tretësirës për më shumë se 12 orë.



### 4.3. Analizimi i Acideve Yndyrore të Metil Estereve (FAME) me Gaz Kromatograf

#### 4.3.1 Reagentet

- a) Gazi transportues
  - Gaz inert (helium ose hidrogjen), i tharë tërësisht dhe me një përmbajtje oksigjeni më pak se 10mg/kg.
- b) Gazet ndihmëse
  - Hidrogjen (pastërti  $\geq 99,9\%$ ), pa papastërti organike.
  - Ajri ose oksigjeni, pa papastërti organike.
  - Azot (pastërti  $> 99\%$ ).
- c) Standardi i references

Përzjerja e metil estereve të acideve yndyrore të pastra, ose metil estereve të një yndyre me përbërje të njohur, mundësisht e ngjashme me atë të lëndës yndyrore që do të analizohet. Izomerët Cis dhe trans të metil estereve oktadecenoike, oktadekadienoike dhe oktadekatrienoike janë të rëndësishëm për identifikimin e izomerëve trans të acideve yndyrore të pangopura. Duhet pasur kujdes për të parandaluar oksidimin e acideve yndyrore të pangopura.

#### 4.3.2 Aparaturat

Udhëzimet e dhëna janë për pajisjet e zakonshme të përdorura për kromatografinë e gaztë, duke përdorur kolona kapilare dhe një detektor i flakës së jonizuar (FID);

Gaz kromatografi

Kromatografia e gaztë duhet të përmbajë elementët e mëposhtëm.

- Sistemi i injektimit

Përdorni një sistem injeksioni me kolona kapilare, ku sistemi i injektimit duhet të jetë projektuar posaçërisht për përdorim me kolona të tilla. Mund të jetë i tipit *split* ose *splitless*.

- Furra

Furra duhet të jetë në gjendje të ngrohë kolonën kapilare në një temperaturë prej të paktën 260 °C dhe të mbajë temperaturën e dëshiruar brenda 0,1°C. Kërkesa e fundit është veçanërisht e rëndësishme kur përdoret një tub silicë i shkrirë. Rekomandohet në të gjitha rastet përdorimi i ngrohjes me temperaturë të programuar, veçanërisht për acidet yndyrore me më pak se 16 atome karboni.



- Kolona Kapilare

Tub, i përbërë nga një material inert ndaj substancave që do të analizohen (zakonisht qelqi ose silicë). Diametri i brendshëm duhet të jetë midis 0.20 dhe 0.32 mm. Sipërfaqja e brendshme duhet të nënshtrohet një trajtimi të përshtatshëm (p.sh. përgatitja e sipërfaqes, inaktivizimi) përpara se të marrë shtresën e fazës së palëvizshme. Një gjatësi prej 60 m është e mjaftueshme për acidet yndyrore si dhe izomerët cis dhe trans të acideve yndyrore.

- Detektor i flakës së jonizuar FID
- Shiringa Shiringa duhet të ketë një kapacitet maksimal prej 10 µl, e graduar në ndarje 0,1 µl.
- Sistemi i marrjes së të dhënave është i lidhur në internet me detektorët dhe i përdorur me një program softëer i përshtatshëm për integrimin e pikeve.

### 4.3.3 Procedura

#### 4.3.3.1 Kushtet e testimit

Përzgjedhja e kushteve optimale të funksionimit për kolonat kapilare.

Për shkak të efikasitetit dhe përshkueshmërisë së kolonave kapilare, ndarja e përbërësit dhe kohëzgjatja e analizës varen kryesisht nga shpejtësia e rrjedhës së gazit transportues në kolonë. Prandaj, do të jetë e nevojshme të optimizohen kushtet e funksionimit duke e rregulluar këtë parametër (ose thjesht humbjen e kokës së kolonës) në varësi të faktit nëse synohet të përmirësoni

ndarjen ose përsheptoni analizën.

Kushtet e mëposhtme kanë rezultuar të jenë të përshtatshme për ndarjen e FAME-ve (C4 në C26). Shembuj të kromatogrameve janë paraqitur në Shtojcën B:

Temperatura e injektorit:	250 °C
Temperatura e dedektorit:	250 °C
Temperatura e furrës:	165 °C (8 min) to 210 °C at 2 °C/min
Transporti i gazit hidrogjen:	presioni I kokes se kolones, 179 kPa
Rrjedhja:	154.0 mL/min;
Raporti i ndarjes:	1:100
Volumi i njektimit :	1 µl

#### 4.3.3.2 Përcaktimi i rezolucionit (shih Shtojcën A)

Llogarit rezolucionin, R, të dy pikeve I and II, duke përdorur formulën:

$$R = 2 \frac{d_{r(II)} - d_{r(I)}}{w_{(I)} + w_{(II)}} \quad \text{or} \quad R = 2 \frac{t_{r(II)} - t_{r(I)}}{w_{(I)} + w_{(II)}} \quad (\text{USP}) \quad (\text{United States Pharmacopeia}),$$

$$\text{or} \quad R = 1.18 \frac{t_{r(II)} - t_{r(I)}}{w_{0.5(I)} + w_{0.5(II)}} \quad (\text{EP, BP, JP, DAB}), \quad (\text{JP (Japanese Pharmacopeia), EP (Pharmacopée Européenne), (BP (British Pharmacopeia))})$$

Ku:

$R$  (I) është distanca e retencionit së pikut I;

$d_r$  (II) është distanca e retencionit së pikut II;

$t_r$  (I) është koha e retencionit së pikut I;

$t_r$  (II) është koha e retencionit së pikut II;

$\omega$  (I) është gjerësia e bazës së pikut I;

$\omega$  (II) është gjerësia e bazës së pikut II;

$\omega$  0.5 është gjerësia e pikut të përbërjes së specifikuar, në mes të lartësisë së pikut

If  $\omega(I) \approx \omega(II)$ , llogarit  $R$  duke përdorur formulat:

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

ku:

$\sigma$  është shmangia standard (shih Shtojcën A, Figura 1).

Nëse distanca  $d_r$  ndërmjet dy pikeve  $d_r$  (II) -  $d_r$ (I) është e barabartë me  $4\sigma$ , faktori i rezolucionit  $R = 1$ .

Nëse dy piquet nuk ndahen plotësisht, tangentet me pikat e lakimit të të dyjave pikeve kryqëzohen në pikën C. Për të ndarë plotësisht dy piquet, distanca ndërmjet dy pikeve duhet të jenë të barabarta me:

$d_r$  (II) -  $d_r$ (I) =  $6\sigma$  nga ku  $R = 1.5$  (shih Shtojcën A, Figura 3).

#### 4.4 Llogaritja dhe shprehja e rezultateve

##### 4.4.1 Analiza cilësore

Identifikoni piquet e metil estereve të mostrës duke u nisur nga kromatograma e shtojca A.

##### 4.4.2 Analiza sasimore

Përcaktimi i përbërjes

Llogaritni pjesën masë (ëi) të metil estereve të acideve yndyrore individuale, të shprehura si përqindja në masë e metil estereve si më poshtë:

##### 4.4.3. Mënyra e llogaritjes

- Rasti i përgjithshëm

Llogaritni përmbajtjen e një komponenti të caktuar (i), të shprehur në përqindje në masë të metil esterit, duke përcaktuar përqindjen e përfaqësuar nga sipërfaqja e pikut përkatës në lidhje me shumën e sipërfaqeve të të gjitha pikave maksimale duke përdorur formulën e mëposhtme:

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

ku:

(A<sub>i</sub>) është zona nën pikun e acideve yndyrore të metil estereve (i);

ΣA është shuma e sipërfaqeve nën të gjitha pikat maksimale të të gjitha acideve yndyrore të metil estereve.

Rezultatet shprehen me dy shifra dhjetore.

Shënim 6: Për yndyrnat dhe vajrat, pjesa masive e acideve yndyrore të metil estereve është e barabartë me fraksionin e masës së triacilgliceroleve në gram për 100 g. Për rastet në të cilat ky supozim nuk vlen, shih 4.4.4

#### 4.4.4 Përdorimi i faktorëve korigjues

Në raste të caktuara, për shembull në prani të acideve yndyrore me më pak se tetë atome karboni ose të acideve me grupe dytësore, zonat do të korigjohen me faktorë korigjues specifik (F<sub>i</sub>). Këta faktorë do të përcaktohen për çdo instrument të vetëm. Për këtë qëllim duhen përdorur materialet të referencës me përbërje të certifikuar (të njohur) të acideve yndyrore në rangun përkatës.

Shënim 7: Këta faktorë korigjimi nuk janë identikë me faktorët teorikë të korigjimit FID, të cilat janë dhënë në shtojca A, pasi përfshijnë edhe performancën e sistemit të injektimit etj.

Megjithatë, në rastin e ndryshimeve më të mëdha, duhet të kontrollohet performanca e gjithë sistemit.

Duke ju referuar kesaj tretësire refernce përqindja në masë e FAME jepet me formulën:

$$w_i = \frac{m_i}{\sum m} \leftarrow 100$$

ku (m<sub>i</sub>) është masa e FAME i në tretësirën e referencës;

(Σm) është totali i masave të komponentëve të ndryshëm si FAME në tretësirën e referencës. Nga kromatogrami i tretësirës së referencës, llogaritni përqindjen sipas sipërfaqes për

FAME i si më poshtë:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A} \leftarrow 100$$

ku: (A<sub>i</sub>) është area/zona e FAME në tretësirën e referencës

(ΣA) është shuma e të gjitha sipërfaqeve të të gjitha FAME-ve të tretësirës së referencës.

Faktori i korigjimit (F<sub>i</sub>) është atëherë kur:

$$F_i = \frac{m_i \leftrightarrow \sum A}{A_i \leftrightarrow \sum m}$$

Për kampionin, përqindja në masë e çdo FAME është:

$$w_i = \frac{F_i \leftrightarrow A_i}{\sum (F_i \leftrightarrow A_i)}$$

Rezultatet shprehen me dy shifra dhjetore.

Shënim 7: Vlera e llogaritur korrespondon me përqindjen e masës së acidit yndyror individual i llogaritur si triacilglicerin për 100 g yndyrë.

#### 4.4.5. Përdorimi i një standardi të brendshëm

Në analiza të caktuara (për shembull ku jo të gjitha acidet yndyrore janë të përcaktuara në sasi, si p.sh. kur acidet me katër dhe gjashtë karbone janë të pranishme krahas acideve me 16 dhe 18 karbone, ose kur ai është i nevojshëm për të përcaktuar sasinë absolute të një acidi yndyror në një mostër) është e nevojshme të përdoret një Standard i Brendshëm.

Acidet yndyrore me 5, 15 ose 17 karbone janë më të përdorshmet.

Faktori korrigjues duhet të përcaktohet (nëse ka) për Standardin e Brendshëm.

Përqindja në mase e komponentit (i), e shprehur si metil ester, jepet më pas nga formula:

$$w_i = \frac{m_{IS} \leftrightarrow F_i \leftrightarrow A_i}{m \leftrightarrow F_{IS} \leftrightarrow A_{IS}}$$

(Ai) është zona/area FAME;

(AIS) është zona/area e standardit të brendshëm;

(Fi) është faktori korrigjues i acidit yndyror i, i shprehur si FAME;

(FIS) është faktori korrigjues i standardit të brendshëm;

(m) është masa e pjesës së provës, në miligramë

(mIS) është masa e standardit të brendshëm, në miligramë.

Rezultatet shprehen me dy shifra dhjetore.

#### 4.5 Raport Prova

Raporti i provës duhet të specifikojë metodat e përdorura për përgatitjen e metil estereve dhe për analizën gaz kromatografike. Gjithashtu duhet të përmendë të gjitha detajet e funksionimit që nuk janë specifikuar në Metodën Standarde, ose konsiderohet si opsionale, së bashku me detajet e çdo incidenti që mund të ketë ndikuar në rezultate.

Raporti prova duhet të përfshijë të gjithë informacionin e nevojshëm për identifikimin e plotë të një mostre.

#### 4.6. Verifikimi i Cilësisë së rezultateve:

##### 4.6.1 Përsëritshmëria

Dallimi absolut midis dy rezultateve të pavarura të testit të vetëm, të marra duke përdorur të njëjtat metoda në materialin identik testues në të njëjtin laborator nga i njëjti operator duke përdorur të njëjten pajisje brenda një intervali të shkurtër kohor, në jo më shumë se 5% të rasteve do të jenë më të mëdha se (r) e dhënë në tabelat 1 deri në 15.

##### 4.6.2 Riprodhueshmëria

Dallimi absolut midis dy rezultateve të vetme të testit, të marra duke përdorur të njëjtën metodë në material testues identik në laboratorë të ndryshëm me operatorë të ndryshëm që përdorin pajisje të ndryshme, në jo më shumë se 5 % të rasteve do të jetë më e madhe se (R) e dhënë në tabelat 1 deri në 15.

##### 4.6.3 Rezultatet e testit ndërlaboratorik

Detajet e një testi ndërlaboratorik mbi saktësinë e metodës janë përmbledhur në tabelat e mëposhtëme.

Vlerat e nxjerra nga ky test ndërlaboratorik mund të mos jenë të zbatueshme për matricat e tjera nga ato të dhëna.

Tabela 1: Acidi miristik C14:0 nga Ring Test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	0	0	1	1	3
Mesatarja	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02
r	0,005	0,007	0,012	0,011	0,006
Sr	0,002	0,003	0,004	0,004	0,002
RSDr(%)	20	20	36	38	11
R	0,011	0,017	0,017	0,013	0,016
SR	0,004	0,006	0,006	0,005	0,006
RSDR(%)	45	47	52	42	32

Tabela 2: Acidi palmitik C16:0 nga Ring Test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	2	3	1	0	0
Mesatarja	7,96	10,32	10,35	10,51	9,67
r	0,12	0,18	0,42	0,29	0,38
Sr	0,04	0,06	0,15	0,1	0,14
RSDr(%)	0,5	0,6	1,5	1,000	1,4
R	0,68	0,44	0,93	1,3	1,3
SR	0,24	0,16	0,33	0,46	0,45
RSDR(%)	3,0	1,5	3,2	4,4	4,7

Tabela 3: Acidi palmitoleik C16:1 nga Ring Test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	0	2	0	1	1
Mesatarja	0,50	0,68	0,74	0,91	0,64
r	0,041	0,027	0,074	0,034	0,040
Sr	0,014	0,01	0,026	0,012	0,014
RSDr(%)	2,9	1,4	3,6	1,3	2,3
R	0,966	0,077	0,132	0,123	0,128
SR	0,034	0,027	0,047	0,44	0,046
RSDR(%)	6,8	4,1	6,4	4,9	7,2

Tabela 4: Acidi heptadekanoik C17:0 - nga 2000-2006 të dhënat e njohura

	A	B	C	D	E
n	25	25	25	25	25
outliers	1	1	1	2	2
Mesatarja	0,18	0,06	0,11	0,14	0,12
r	0,013	0,011	0,010	0,009	0,009
Sr	0,005	0,004	0,004	0,003	0,003
RSDr(%)	2,7	6,9	3,1	2,3	2,7
R	0,020	0,021	0,024	0,021	0,027
SR	0,007	0,007	0,009	0,008	0,010
RSDR(%)	4,1	12,6	7,7	5,2	7,8

Tabela 5: Acidi heptadecenoik C17:1 - nga 2000-2006 të dhënat e njohura

	A	B	C	D	E
n	29	29	29	29	29
outliers	3	2	2	3	2
Mesatarja	0,26	0,09	0,24	0,22	0,19
r	0,010	0,010	0,014	0,013	0,012
Sr	0,004	0,004	0,005	0,005	0,004
RSDr(%)	1,4	3,8	2	2,2	2,2
R	0,031	0,027	0,041	0,030	0,031
SR	0,011	0,010	0,015	0,011	0,011
RSDR(%)	29	29	29	29	29

Tabela 6: Acidi stearik C18:0 – nga Ring Test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	2	0	0	0	1
Mesatarja	2,88	2,49	2,62	3,49	3,12
r	0,089	0,034	0,084	0,094	0,107

Sr	0,032	0,012	0,030	0,034	0,038
RSDr(%)	1,1	0,5	1,1	1,0	1,2
R	0,171	0,259	0,246	0,367	0,328
SR	0,061	0,092	0,088	0,131	0,117
RSDR(%)	2,1	3,7	3,4	3,8	3,8

Tabela 7: Acidi oleik C18:1 - nga Ring Testi COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	0	0	1	1	0
Mesatarja	79,42	74,55	75,55	76,14	75,8
r	0,42	0,30	0,39	0,23	0,46
Sr	0,15	0,11	0,14	0,08	0,16
RSDr(%)	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2
R	1,37	1,26	1,26	1,33	1,80
SR	0,49	0,45	0,45	0,47	0,64
RSDR(%)	0,6	0,6	0,6	0,6	0,9

Tabela 8: Acidi linoleik C18:2 - nga Ring test COI 2015

	A	B	C	D	E
N	15	15	15	15	15
Outliers	2	1	0	1	0
Mesatarja	7,33	9,66	8,52	7,18	8,75
r	0,07	0,08	0,17	0,12	0,13
Sr	0,02	0,03	0,06	0,04	0,05
RSDr(%)	0,3	0,3	0,7	0,6	0,6
R	0,34	0,52	0,50	0,45	0,59
SR	0,12	0,19	0,18	0,16	0,21
RSDR(%)	1,7	1,9	2,1	2,2	2,4

Tabela 9: Acidi linolenik C18:3 - nga Ring test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	2	0	0	0	4
Mesatarja	0,73	0,90	0,86	0,74	0,75
r	0,036	0,049	0,029	0,039	0,055
Sr	0,013	0,017	0,010	0,014	0,020
RSDr(%)	1,8	1,9	1,2	1,9	2,6
R	0,08	0,1	0,101	0,079	0,115
SR	0,029	0,041	0,036	0,028	0,041
RSDR(%)	3,9	4,6	4,2	3,8	5,4

Tabela 10: Acidi arakidik C20:0 – nga Ring Test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	1	0	0	1	0
Mesatarja	0,39	0,44	0,44	0,42	0,43
r	0,041	0,050	0,037	0,037	0,053
Sr	0,015	0,018	0,013	0,013	0,019
RSDr(%)	3,8	4	3	3,1	4,4
R	0,080	0,089	0,086	0,117	0,102
SR	0,029	0,032	0,031	0,042	0,036
RSDR(%)	7,3	7,2	7	9,8	8,6

Tabela 11: Acidi eikosenoik C20:1 - nga Ring Test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	1	1	1	0	1
Mesatarja	0,37	0,39	0,37	0,28	0,30
r	0,026	0,032	0,036	0,047	0,073
Sr	0,009	0,011	0,013	0,017	0,026
RSDr(%)	7,8	3,0	3,5	6,0	8,9
R	0,082	0,095	0,064	0,079	0,077
SR	0,029	0,034	0,023	0,028	0,027
RSDR(%)	7,9	8,7	6,2	10,0	9,3

Tabela 12: Acidi behenik C22:0 – nga Ring Test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	0	1	1	1	3
Mesatarja	0,11	0,14	0,14	0,12	0,19
r	0,022	0,036	0,039	0,045	0,036
Sr	0,008	0,013	0,014	0,016	0,013
RSDr(%)	7,0	9,6	10,0	14,0	6,9
R	0,038	0,044	0,050	0,056	0,043
SR	0,014	0,016	0,018	0,020	0,015
RSDR(%)	12,0	12,0	13,0	17,0	8,3



Tabela 13: Acidi lignocerik C24:0 - nga Ring Test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	1	0	0	0	3
Mesatarja	0,04	0,06	0,06	0,05	0,08
r	0,017	0,015	0,033	0,033	0,040
Sr	0,006	0,005	0,012	0,012	0,014
RSDr(%)	15,0	8,9	20,0	24,0	19,0
R	0,055	0,073	0,072	0,054	0,04
SR	0,020	0,026	0,026	0,019	0,014
RSDR(%)	49,0	42,0	45,0	39,0	19,0

Tabela 14: C18:1 trans – nga Ring Test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	1	1	1	1	2
mesatarja	0,01	0,01	0,01	0,01	0,12
r	0,011	0,013	0,008	0,013	0,044
Sr	0,004	0,005	0,003	0,005	0,016
RSDr(%)	38,0	46,0	27,0	45,0	13,2
R	0,027	0,028	0,030	0,032	0,157
SR	0,010	0,010	0,011	0,011	0,056
RSDR(%)	96,0	86,0	100,0	89,0	48,0

Tabela 15: C18:2 trans + C18:3 trans - nga Ring Test COI 2015

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
outliers	3	3	4	2	3
Mesatarja	0,01	0,01	0,01	0,01	0,03
r	0,013	0,014	0,006	0,029	0,017
Sr	0,005	0,005	0,002	0,010	0,006
RSDr(%)	84,0	50,0	28,0	115,0	24,0
R	0,019	0,022	0,018	0,032	0,059
SR	0,007	0,008	0,006	0,012	0,021
RSDR(%)	123,0	79,0	81,0	130,0	83,0

Shtojca A

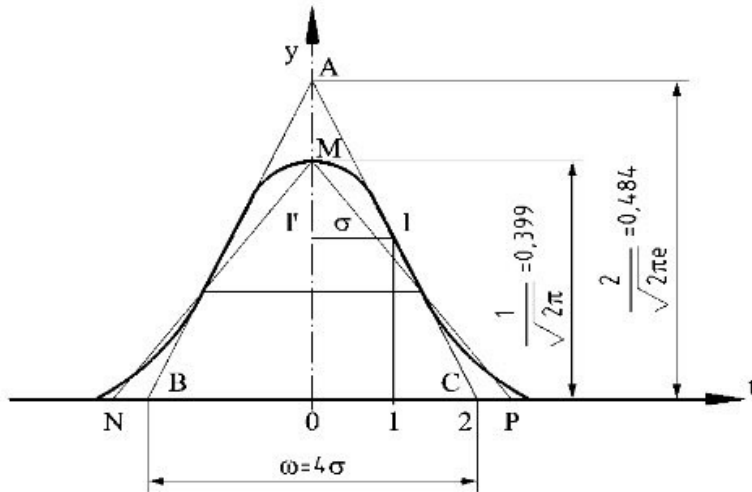


Figura 1: me gjerësi  $\omega=0,5$  në gjysmën e lartësisë së trekëndëshit (ABC) dhe b gjerësi në gjysmën e lartësisë së trekëndëshit (NPM).

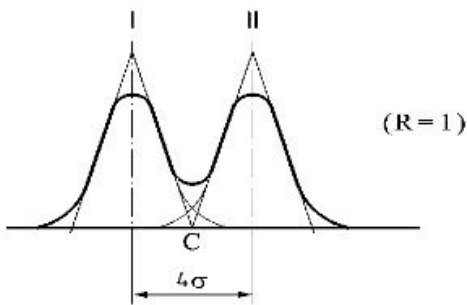


Figura 2

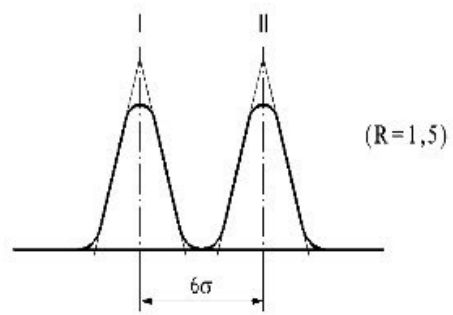


Figura 3

## Shtojca B

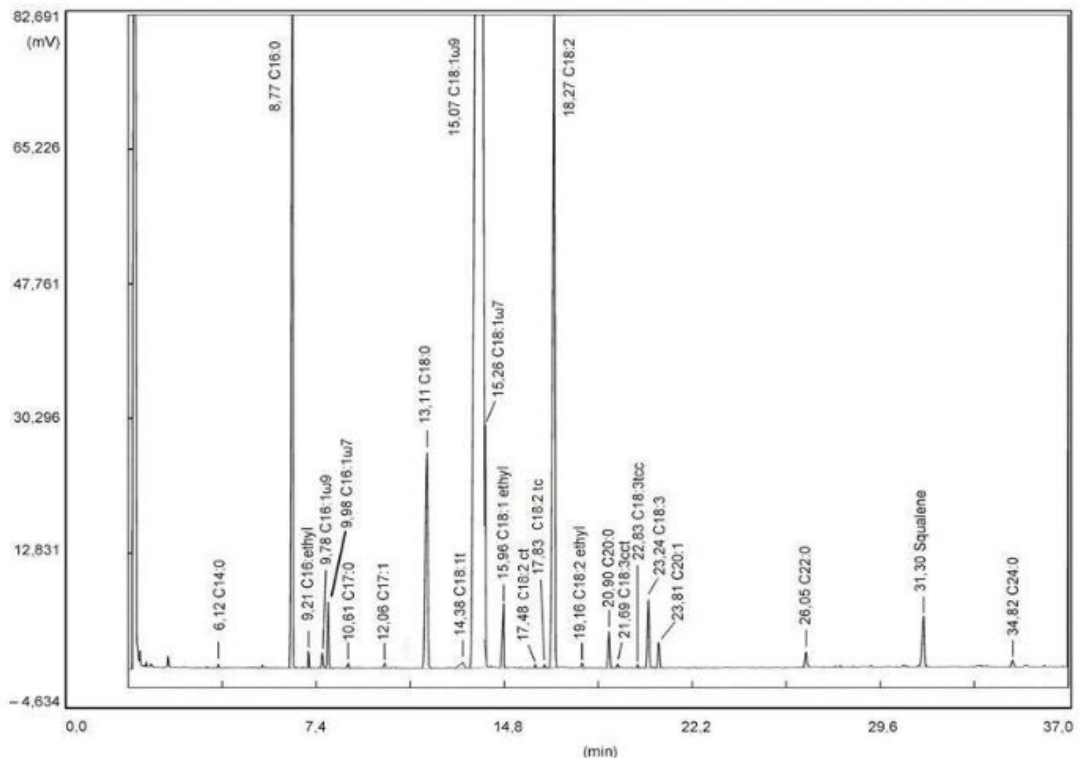


Figura 1: Profili gazkromatografik i marrë me metodën e metilimit të flohtë nga vaji i bersise . Pikat kromatografike korrespondojnë me metil esteret dhe etilin, përveç rasteve kur tregohet ndryshe

### 5. PËRCAKTIMI I NDRYSHIMIT MES PËRMBAJTJES AKTUALE DHE TEORIKE TË TRIACILGLICEROLEVE ME ECN 42

Standardi është i zbatueshëm për vajrat e ullirit. Metoda është e zbatueshme për zbulimin e pranisë së sasive të vogla të vajrave të fërës (të pasura me acid linoleik) në çdo kategori të vajrave të ullirit. Përcaktimi i ndryshimit absolut midis vlerave eksperimentale të triacilgliceroleve (TAGs) me numër karboni ekuivalent 42 (ECN42 HPLC) i marrë nga përcaktimi në vaj me kromatografi të lëngshme me performancë të lartë dhe vlerës teorike të TAG-ve me një numër karboni ekuivalent 42 (ECN 42 teorik) llogaritur nga përbërja e acideve yndyrore.

Përmbajtja e triacilgliceroleve me ECN 42 e përcaktuar nga analiza me HPLC dhe përmbajtja teorike e triacilgliceroleve me ECN 42 (e llogaritur në bazë të përcaktimit të përbërjes së acidit yndyror të GLC) korrespondojnë brenda një kufiri të caktuar për vajrat origjinale të ullirit. Një ndryshim më i madh se vlerat e miratuara për çdo kategori vaji tregon se vaji përmban vaj farash.

### 5.1 Metoda

Metoda për llogaritjen e përmbajtjes teorike të triacilgliceroleve me ECN 42 dhe e diferencës në lidhje me të dhënat HPLC është në thelb bashkërendimi i të dhënave analitike të marra me anë të metodave të tjera. Mund të dallohen tre faza: përcaktimi i përbërjes së acidit yndyror me gaz Kromatografi kapilare, llogaritja e përbërjes teorike të triacilgliceroleve me ECN 42, përcaktimi me HPLC i triacilgliceroleve ECN 42.

### 5.2 Aparatet

- Balona me fund të rrumbullakët, 250 dhe 500 mL.
- Gota 100 mL.
- Kolona kromatografike xhami, me diametër të brendshëm 21 mm, gjatësi 450 mm, me xhel dhe kon të normalizuar (fëmër) në krye;
- Hinkë ndarëse, 250 mL, me kon të normalizuar (mashkull) në fund, të përshtatshme për lidhje me pjesën e sipërme të kolonës.
- Shufra qelqi me gjatësi 600 mm.
- Hinkë qelqi me diametër 80 mm.
- Balonat volumetrike, 50 mL.
- Fleta volumetrike, 20 mL
- Avullues rrotullues.
- Kromatograf i lëngshëm me performancë të lartë, që lejon kontrollin termostatik të temperaturës së kolonës.
- Njësi injeksioni për shpërndarjen 10 µL.
- Detektor: refraktometër diferencial. Ndjeshmëria në shkallë të plotë duhet të jetë së paku 10-4 njësi të indeksit të thyerjes.
- Kolona: tub çeliku inox 250 mm gjatësi x 4,5 mm diametër i brendshëm i mbushur me grimca silice me diametër 5 µm me 22 deri në 23% karbon në formën e oktadecilsilanit\*.
- Programe kompjuterike për përpunimin e të dhënave.
- Ampula, me vëllime rreth 2 mL, me tape me shtresë Teflon dhe kapak qe vidhohet.

\*Shembuj: Lichrosorb (Merck) RP 18 Art 50333

Lichrosphere (Merck) 100 CH18 Art 50377 ose ekuivalent

### 5.3 Reagentët

Reagentët duhet të jenë të pastërtisë analitike.

- Eter petrolium 40-60 °C grade kromatografike ose heksan. Hekzani mund të zëvendësohet nga izooktani (2,2,4-trimetil pentan në klasën e kromatografisë), me kusht që të arrihen vlera të krahasueshme saktësie (shih Vlerat precize të metodës me përdorimin e izooktanit në faqen 23). Tretësit me pike vlimi më të lartë se e n-hekzanit marrin me shumë kohë për të avulluar. Megjithatë, ato preferohen për shkak të toksicitetit të hekzanit.
- Etil eter, pa peroksidi, i porsadistiluar.
- Tretës ekstraktues për purifikimin e vajit me kromatografi me kolonë, perzjerje eter petroli/etil eter ne raportin 87/13 (V/V).
- Xhel silicë, rrjetë 70-230, tip Merck 7734, me përmbajtje uji të standardizuar 5% (m/V).

- Lesh xhami.
- Aceton për HPLC
- Acetonitril ose propionitril për HPLC
- Tretës ekstraktues HPLC: acetonitril + aceton (proporcionet që duhen rregulluar për të marrë ndarjen e dëshiruar; filloni me përzierjen 50:50) ose propionitril
- Tretësi per tretje: aceton
- Trigliceridet e referencës: Mund të përdoren trigliceridet tregtare (tripalmitin, triolein, etj.) dhe kohët e qendrimit më pas të grafikohen në përputhje me numrin ekuivalent të karbonit, ose alternativisht kromatogramet referencë të marra nga vaji i sojës, përzierja 30:70 vaj soje - vaj ulliri dhe vaj ulliri i paster (shih shënimet 1 dhe 2 dhe figurat 1, 2, 3, 4).
- Kolona e ekstraktimit të fazës së ngurtë, me fazë silici 1 g, 6 mL.
- Heptani, cilësia kromatografike. Heptani mund të zëvendësohet nga izo-oktani (2,2,4-trimetil pentan në klasën e kromatografisë.

#### **5.4 Përgatitja e mostrës**

Meqenëse një numër i substancave ndërhyrëse mund të shkaktojnë rezultate fals - pozitive, mostra duhet të pastrohet gjithmonë sipas procedurave 5.4.1. & 5.4.2. (pastrimi në kolonë silike-gel) ose procedura 5.4.3. (purifikim xhel silicë SPE).

#### **5.4.1 Purifikimi në kolonë silicagel - Përgatitja e kolonës kromatografike**

Mbushni kolonën (5.4.3.) me rreth 30 mL tretës ekstraktues (5.4.3.), më pas futni brenda kolonës pak lesh xhami duke e shtyrë në fund të kolonës me anë të shufrës së xhamit

Në një enë 100 mL, pezulloni 25 g xhel silicë (5.4.2) në 80 mL përzierje ekstraktimi (5.4.3.), më pas transferojeni në kolonë me anë të një hinke qelqi

Për të siguruar transferimin e plotë të xhelit të silicës në kolonë, lani gotën me përzierjen e ekstraktimit dhe transferoni në kolonë edhe pjesët e larjes.

Hapeni duqin dhe lëreni tretësin të dalë nga kolona derisa niveli i tij të jetë rreth 1 cm mbi xhel silicë.

#### **5.4.2 Pastrimi në kolonë silike-gel- Kromatografia me kolonë**

#### **5.4.2 Pastrimi në kolonë silike-gel- Kromatografia me kolonë**

Peshoni me saktësinë prej 0,001 g,  $2,5 \pm 0,1$  g vaj, të filtruar më parë, të homogjenizuar dhe të anhidruar, nëse është e nevojshme, në një balonë vëllimore 50 mL. Tretëni atë në rreth 20 mL tretës ekstraktues. Ngrohni pak për të bërë tretjen e lehtë, nëse është e nevojshme. Ftoheni në temperaturën e dhomës dhe rregulloni volumin me tretës ekstraktues.

Me anë të një pipete volumetrike, futni 20 mL tretësirë brenda kolonës së përgatitur sipas, hapni duqin dhe lëreni tretësin të dalë në nivelin e shtresës së xhelit të silicës.

Më pas ekstraktoni me 150 mL tretës ekstraktimi, duke rregulluar shpejtësinë e tretësit në rreth 2 mL/min (për të kaluar nëpër kolonë 150 mL do të duhen rreth 60-70 min). Ekstrakti merret në një balonë me fund të rrumbullakët 250 mL e thare paraprakisht në furrë dhe e peshuar saktësisht. Eliminoni tretësin me presion të reduktuar në një avullues rrotullues dhe peshoni mbetjen që do të përdoret për të përgatitur tretësirën për analizën HPLC dhe për përgatitjen e metil esterit.

Marrja e mostrës nga kolona duhet të jetë të paktën 90% për kategoritë e vajit ekstra të virgjër, të virgjër, të zakonshëm, të rafinuar dhe të ullirit, dhe një minimum prej 80% për vajrat lampante dhe ulliri.

### 5.4.3 Pastrimi i SPE

Kolona silicë SPE (4.2.11.) aktivizohet duke kaluar 6 mL heksan (4.2.1.) nën vakum, duke shmangur tharjen.

Peshoni me një saktësi prej 0,001 g, 0,12 g në një shishkë 2 mL (4.1.15.) dhe tretjen me 0,5 mL heksan (4.2.1.).

Ngarkoni kolonën SPE me tretësirën dhe ekstrakti me 10 mL eter heksan-dietil (87:13; V/V) (4.2.3.) në vakum. Ekstraktet e kombinuara homogjenizohen dhe ndahen në dy vëllime të ngjashme. Fraksionet e mbledhura avullohen deri në tharje në një avullues rrotullues (4.1.9.) nën presion të reduktuar në temperaturën e dhomës. Pjesa e parë tretet në 1 mL heptan dhe tretësira është gati për përgatitjen dhe analizën e metil esterit të acidit yndyror me GC.

Pjesa e dytë avullohet dhe mbetja tretet në 1 mL acetone (4.2.6.) për analizën e triglicerideve me HPLC (4.4.).

### 5.5. Analizimi me HPLC

- **Përgatitja e mostrave për analizë kromatografike**

Tretësira 5% e mostres që do të analizohet përgatitet duke peshuar  $0,5 \pm 0,001$  g moster në një balonë të graduar 10 ml, duke e mbushur atë me tretës deri në shenje, pra 10 mL (4.2.9.).

- **Procedura**

Vendosni sistemin kromatografik. Pomponi tretësin ekstraktues (4.2.8) me shpejtësi 1.5 ml/min për të pastruar të gjithë sistemin. Prisni derisa të merret një linjë bazë e qëndrueshme. Injektioni 10 µL të kampionit të përgatitur si në 4.3.

- **Llogaritja dhe shprehja e rezultateve**

Përdorni metodën e normalizimit të sipërfaqes, d.m.th. supozoni se shuma e sipërfaqeve të pikeve që korrespondojnë me TAG-të nga ECN 42 deri në ECN 52 është e barabartë me 100%. Llogaritni përqindjen relative të secilit triglicerid duke përdorur formulën:

$\% \text{ triglicerid} = \text{sipërfaqja e pikut} \times 100 / \text{shuma e sipërfaqeve të pikut}$ .

Rezultatet duhet të jepen me të paktën dy shifra dhjetore. Shih shënimet 1, 2, 3 dhe 4.

### 5.6 Llogaritja e përbërjes së triacilgliceroleve (mole %) nga të dhënat e përbërjes së acideve yndyrore (sipërfaqja ne%)

#### 5.6.1 Përcaktimi i përbërjes së acideve yndyrore

Sipas metodës së përcaktuar në pikën 4, të këtij aneksi.

#### 5.6.2 Acidet yndyrore përllogariten

Gliceridet grupohen sipas numrit të tyre ekuivalent të karbonit (ECN), duke marrë parasysh ekuivalencat e mëposhtme midis ECN dhe acideve yndyrore. Merren në konsideratë vetëm acidet yndyrore me 16 dhe 18 atome karboni, sepse vetëm këto janë të rëndësishme për vajin e ullirit. Acidet yndyrore duhet të normalizohen në 100%.

Acidet yndyore (AY)	Shkurtimi	Pesha Molekulare (PM)	ECN
Acid Palmitik	P	256.4	16
Acid Palmitoleik	Po	254.4	14
Acid Stearik	S	284.5	18
Acid oleik	O	282.5	16
Acid Linoleik	L	280.4	14
Acid Linolenik	Ln	278.4	12

### 5.6.3 Shnderrimi i sipërfaqes% në mole për të gjitha acidet yndyore

$$\left. \begin{aligned} \text{mole } P &= \frac{\% \text{ sip } P}{PM_P} & \text{mole } S &= \frac{\% \text{ sip } S}{PM_S} & \text{mole } Po &= \frac{\% \text{ sip } Po}{PM_{Po}} \\ \text{mole } O &= \frac{\% \text{ sip } O}{PM_O} & \text{mole } L &= \frac{\% \text{ sip } L}{PM_L} & \text{mole } Ln &= \frac{\% \text{ sip } Ln}{PM_{Ln}} \end{aligned} \right\} (1)$$

### 5.6.4 Normalizimi i acideve yndyore ne 100%

$$\left. \begin{aligned} \text{mole } \% P (1,2,3) &= \frac{\text{mole } P * 100}{\text{mole } (P + S + Po + O + L + Ln)} \\ \text{mole } \% S (1,2,3) &= \frac{\text{mole } S * 100}{\text{mole } (P + S + Po + O + L + Ln)} \\ \text{mole } \% Po (1,2,3) &= \frac{\text{mole } Po * 100}{\text{mole } (P + S + Po + O + L + Ln)} \\ \text{mole } \% O (1,2,3) &= \frac{\text{mole } O * 100}{\text{mole } (P + S + Po + O + L + Ln)} \\ \text{mole } \% L (1,2,3) &= \frac{\text{mole } L * 100}{\text{mole } (P + S + Po + O + L + Ln)} \\ \text{mole } \% Ln (1,2,3) &= \frac{\text{mole } Ln * 100}{\text{mole } (P + S + Po + O + L + Ln)} \end{aligned} \right\} (2)$$

Rezultati jep përqindjen e çdo acidi yndyror në mole % në pozicionin e përgjithshëm (1, 2, 3) të TAG-ve.

Pastaj llogaritet shumja e acideve yndyore të ngopura P dhe S (AYN) dhe acideve yndyore të pangopura Po, O, L dhe Ln (AYP):

$$\left. \begin{aligned} \text{mole } \% \text{ Ac. Ynd. te ngopura} &= \text{mole } \% P + \text{mole } \% S \\ \text{mole } \% \text{ AYP} &= 100 - \text{mole } \% \text{ AYN} \end{aligned} \right\} (3)$$



### 5.6.5 Llogarritja e përberjes së acideve yndyrore ne pozicionin 2 dhe 1,3 te TAGs

Acidet yndyrore shperndahen ne tre bashkesi si me poshte: dy identike per pozicionet 1 dhe 3 dhe nje per pozicionin 2, me koeficientë te ndryshem per acidet e ngopura (P dhe S) dhe ato te pangupur (Po, O, L and Ln).

#### 5.6.5.1 Acidet yndyrore të ngopura në pozicionin 2 [P(2) dhe S(2)]

$$\left. \begin{aligned} mole \% P(2) &= mole \% P(1,2,3) * 0.06 \\ mole \% S(2) &= mole \% S(1,2,3) * 0.06 \end{aligned} \right\} (4)$$

#### 5.6.5.2 Acidet yndyrore ne pozicionin 2 [Po(2), O(2), L(2) and Ln(2)]:

$$\left. \begin{aligned} mole \% Po(2) &= \frac{mole \% Po(1,2,3)}{mole \% UFA} * (100 - mole \% P(2) - mole \% S(2)) \\ mole \% O(2) &= \frac{mole \% O(1,2,3)}{mole \% UFA} * (100 - mole \% P(2) - mole \% S(2)) \\ mole \% L(2) &= \frac{mole \% L(1,2,3)}{mole \% UFA} * (100 - mole \% P(2) - mole \% S(2)) \\ mole \% Ln(2) &= \frac{mole \% Ln(1,2,3)}{mole \% UFA} * (100 - mole \% P(2) - mole \% S(2)) \end{aligned} \right\} (5)$$

#### 5.6.5.3 Acidet yndyrore ne pozicionet 1,3 [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) and Ln(1,3)]:

$$\left. \begin{aligned} mole \% P(1,3) &= \frac{mole \% P(1,2,3) - mole \% P(2)}{2} + mole \% P(1,2,3) \\ mole \% S(1,3) &= \frac{mole \% S(1,2,3) - mole \% S(2)}{2} + mole \% S(1,2,3) \\ mole \% Po(1,3) &= \frac{mole \% Po(1,2,3) - mole \% Po(2)}{2} + mole \% Po(1,2,3) \\ mole \% O(1,3) &= \frac{mole \% O(1,2,3) - mole \% O(2)}{2} + mole \% O(1,2,3) \\ mole \% L(1,3) &= \frac{mole \% L(1,2,3) - mole \% L(2)}{2} + mole \% L(1,2,3) \\ mole \% Ln(1,3) &= \frac{mole \% Ln(1,2,3) - mole \% Ln(2)}{2} + mole \% Ln(1,2,3) \end{aligned} \right\} (6)$$



### 5.6.6 Llogaritja e e triacilgliceroleve

- TAG s me nje acid yndyror (AAA, këtu LLL, PoPoPo):

$$\left. \begin{aligned} \text{mole\%AAA} &= \frac{\text{mole \%A(1,3)} * \text{mole\%A(2)} * \text{mole \%A(1,3)}}{10,000} \end{aligned} \right\} (7)$$

TAG me dy acide yndyrore (AAB, POPOL, POLL)

$$\left. \begin{aligned} \text{mole \% AAB} &= \frac{\text{mole \% A(1,3)} * \text{mole\%A(2)} * \text{mole\% B(1,3)} * 2}{10,000} \\ \text{mole \% ABA} &= \frac{\text{mole \% A(1,3)} * \text{mole\%B(2)} * \text{mole\% A(1,3)}}{10,000} \end{aligned} \right\} (8)$$

TAG me 3 acide yndyrorë të ndryshëm (ABC, OLLn, PLLn, PoOLn, PPOLn)

$$\left. \begin{aligned} \text{mole\%ABC} &= \frac{\text{mole \% A(1,3)} * \text{mole \%B(2)} * \text{mole\%C(1,3)} * 2}{10,000} \\ \text{mole\%BCA} &= \frac{\text{mole \% B(1,3)} * \text{mole \%C(2)} * \text{mole\%A(1,3)} * 2}{10,000} \\ \text{mole\%CAB} &= \frac{\text{mole \% C(1,3)} * \text{mole \%A(2)} * \text{mole\%B(1,3)} * 2}{10,000} \end{aligned} \right\} (9)$$

### Triacilglicerola me ECN42

Triacilglicerole me ECN42 llogariten sipas ekuacioneve 7, 8 dhe 9 dhe më pas jepen sipas rendit të elucionit të pritur në HPLC (normalisht vetëm tre maja).

LLL

PoLL dhe izomeri pozicional LPoL

OLLn dhe izomerët pozicional OLnL dhe LnOL

PoPoL dhe izomeri pozicional PoLPo

PoOLn dhe izomerët pozicional OPoLn dhe OLnPo

PLLn dhe izomerët pozicional LLnP dhe LnPL

PoPoPo

SLnLn dhe izomeri pozicional LnSLn

PPOLn dhe izomerët pozicional PLnPo dhe PoPLn

Triacilglicerole me ECN42 jepen nga shumë e nëntë triacilgliceroleve duke përfshirë izomerët e tyre pozicional. Rezultatet duhet të jepen me të paktën dy shifra dhjetore.

## 6. VLERËSIMI I REZULTATEVE

Krahasohen përmbajtja e llogaritur teorike dhe përmbajtja e përcaktuar nga analiza HPLC. Nëse diferenca në vlerën absolute të të dhënave HPLC minus të dhënat teorike është më e madhe se vlerat e deklaruara për kategorinë e duhur të vajit në standard, kampioni përmban vaj farë.

Rezultatet jepen me dy shifra dhjetore.

## 6.1. SHEMBULL (të dhënat janë marrë nga tabela 5.6.2)

6.1.1 Llogaritja e moleve % acide yndyrore nga të dhënat e GLC (zona e normalizuar %)  
Të dhënat e mëposhtme janë marrë për përbërjen e acideve yndyrore nga GLC:

AY	P	S	Po	O	L	Ln
PM	256.4	284.5	254.4	282.5	280.4	278.4
Masa %	10.00	3.00	1.00	75.00	10.00	1.00

## 6.2. Shndërrimi i masës % në mol për të gjitha acidet yndyrore

$$\left. \begin{aligned}
 mole\ P &= \frac{10}{256.4} = 0.03900\ mole\ P \\
 mole\ S &= \frac{3}{284.5} = 0.01054\ mole\ S \\
 mole\ Po &= \frac{1}{254.4} = 0.00393\ mole\ Po \\
 mole\ O &= \frac{75}{282.5} = 0.26549\ mole\ O \\
 mole\ L &= \frac{10}{280.4} = 0.03566\ mole\ L \\
 mole\ Ln &= \frac{1}{278.4} = 0.00359\ mole\ Ln \\
 Totali &= 0.35821\ mole\ TAG
 \end{aligned} \right\} \text{referohuni formules (1)}$$

## 6.3 Normalizimi i moleve të acideve yndyrore në 100%

$$\left. \begin{aligned}
 mole\ \%P(1,2,3) &= \frac{0.03900\ mole\ P * 100}{0.35821\ mole} = 10.887\% \\
 mole\ \%S(1,2,3) &= \frac{0.01054\ mole\ S * 100}{0.35821\ mole} = 2.942\% \\
 mole\ \%Po(1,2,3) &= \frac{0.00393\ mole\ Po * 100}{0.35821\ mole} = 1.097\% \\
 mole\ \%O(1,2,3) &= \frac{0.26549\ mole\ O * 100}{0.35821\ mole} = 74.116\% \\
 mole\ \%L(1,2,3) &= \frac{0.03566\ mole\ L * 100}{0.35821\ mole} = 9.955\% \\
 mole\ \%Ln(1,2,3) &= \frac{0.00359\ mole\ Ln * 100}{0.35821\ mole} = 1.002\%
 \end{aligned} \right\} \text{referohuni formules (2)}$$

Shuma e acideve yndyrore të ngopura dhe të pangopura në pozicionin 1,2,3 të TAG-ve

$$\left. \begin{aligned} \text{mole\%SFA} &= 10.887\% + 2.942\% = 13.829\% \\ \text{mole \%UFA} &= 100.000\% - 13.829\% = 86.171\% \end{aligned} \right\} \text{referohuni formules (3)}$$

6.4 Llogaritja e përbërjes së acideve yndyrore në pozicionet 2 dhe 1,3 të TAG-ve

6.4.1 Acidet yndyrore të ngopura në pozicionin 2 [P(2) dhe S(2)]

$$\left. \begin{aligned} \text{mole\%P(2)} &= 10.887\% * 0.06 = 0.653 \text{ mole\%} \\ \text{mole \% S(2)} &= 2.942\% * 0.06 = 0.177 \text{ mole\%} \end{aligned} \right\} \text{referohuni formules (4)}$$

6.4.2 Acidet yndyrore të pangopura në 2 pozicione [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) dhe Ln(1,3)]

$$\left. \begin{aligned} \text{mole \% Po(2)} &= \frac{1.097\%}{86.171\%} * (100 - 0.653 - 0.177) = 1.262 \text{ mole\%} \\ \text{mole \% O(2)} &= \frac{74.116\%}{86.171\%} * (100 - 0.653 - 0.177) = 85.296 \text{ mole\%} \\ \text{mole \% L(2)} &= \frac{9.955\%}{86.171\%} * (100 - 0.653 - 0.177) = 11.457 \text{ mole\%} \\ \text{mole \% Ln(2)} &= \frac{1.002\%}{86.171\%} * (100 - 0.653 - 0.177) = 1.153 \text{ mole\%} \end{aligned} \right\} \text{referohuni formules (5)}$$

6.4.3 Acidet yndyrore në pozicionet 1,3 [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) dhe Ln(1,3)]

$$\left. \begin{aligned} \text{mole \% P (1,3)} &= \frac{10.887 - 0.653}{2} + 10.887 = 16.004 \text{ mole \%} \\ \text{mole \% S (1,3)} &= \frac{2.942 - 0.177}{2} + 2.942 = 4.352 \text{ mole \%} \\ \text{mole \% Po (1,3)} &= \frac{1.097 - 1.262}{2} + 1.097 = 1.015 \text{ mole \%} \\ \text{mole \% O (1,3)} &= \frac{74.116 - 85.296}{2} + 74.116 = 68.526 \text{ mole \%} \\ \text{mole \% L (1,3)} &= \frac{9.955 - 11.457}{2} + 9.955 = 9.204 \text{ mole \%} \\ \text{mole \% Ln (1,3)} &= \frac{1.002 - 1.153}{2} + 1.002 = 0.927 \text{ mole \%} \end{aligned} \right\} \text{referohuni formules (6)}$$

6.5 Llogaritja e triglicerideve

Nga përbërja e llogaritur e acideve yndyrore në pozicionet në sn-2 and sn-1,3 (Numërimi stereospecific):

AY	1,3-pos	2-pos
P	16.004%	0.653%
S	4.325%	0.177%
Po	1.015%	1.262%
O	68.526%	85.296%
L	9.204%	11.457%
Ln	0.927%	1.153%
Sum	100.0%	100.0%

Trigliceridet llogariten si mëposhtë:

LLL

PoPoPo

PoLL me 1 izomer pozicional

SLLn me 1 izomer pozicional

PoPoL me 1 izomer pozicional

PPoLn me 2 izomer pozicional

OLLn me 2 izomer pozicional

PLLn me 2 izomer pozicional

PoOLn me 2 izomer pozicional

Shih formulën (7)

6.5.1 TAGs me një acid yndyror (LLL, PoPoPo)

$$\text{mol\%LLL} = \frac{9.204\% * 11.457\% * 9.204\%}{10,000} = \underline{\underline{0.09706}} \text{ mol LLL}$$

$$\text{mol\%PoPoPo} = \frac{1.015\% * 1.262\% * 1.015\%}{10,000} = \underline{\underline{0.00013}} \text{ mol PoPoPo}$$

Shih formulën (8)

6.5.2. TAGs me dy acide yndyrore (PoLL, SLnLn, PoPoL)

$$\text{mol\%PoLL+LLPo} = \frac{1.015\% * 11.457\% * 9.204\% * 2}{10,000} = 0.02141$$

$$\text{mol\%LPoL} = \frac{9.204\% * 1.262\% * 9.204\%}{10,000} = 0.01069$$

**0.03210 mol PoLL**

$$\text{mol\%SLnLn+LnLnS} = \frac{4.325\% * 1.153\% * 0.927\% * 2}{10,000} = 0.00092$$

$$\text{mol\%LnSLn} = \frac{0.927\% * 0.177\% * 0.927\%}{10,000} = 0.00002$$

**0.00094 mol SLnLn**

$$\text{mol\%PoPoL+LPoPo} = \frac{1.015\% * 1.262\% * 9.204\% * 2}{10,000} = 0.00236$$

$$\text{mol\%PoLPo} = \frac{1.015\% * 11.457\% * 1.015\%}{10,000} = 0.00118$$

$$= \underline{\underline{0.00354}} \text{ mol PoPoL}$$

### 6.5.3. Prerje me tre acide yndyore të ndryshëm (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn)

Shiko formulën (9)

$$\begin{aligned}
 \text{mol\%PPoLn} &= \frac{16.004\% * 1.262\% * 0.927\% * 2}{10,000} && 0.00374 \\
 \\
 \text{mol\%LnPPo} &= \frac{0.927\% * 0.653\% * 1.015\% * 2}{10,000} && 0.00012 \\
 \\
 \text{mol\%PoLnP} &= \frac{1.015\% * 1.153\% * 16.004\% * 2}{10,000} && 0.00375 \\
 \\
 &= && \mathbf{0.00761 \text{ mol PPoLn}} \\
 \\
 \\
 \text{mol\%OLLn} &= \frac{68.526\% * 11.457\% * 0.927\% * 2}{10,000} && 0.14556 \\
 \\
 \text{mol\%LnOL} &= \frac{0.927\% * 85.296\% * 9.204\% * 2}{10,000} && 0.14555 \\
 \\
 \text{mol\%LLnO} &= \frac{9.204\% * 1.153\% * 68.526\% * 2}{10,000} && 0.14544 \\
 \\
 &= && \mathbf{0.43655 \text{ mol OLLn}} \\
 \\
 \\
 \text{mol\%PLLn} &= \frac{16.004\% * 11.457\% * 0.927\% * 2}{10,000} && 0.03399 \\
 \\
 &= && \\
 \text{mol\%LnPL} &= \frac{0.927\% * 0.653\% * 9.204\% * 2}{10,000} && 0.00111 \\
 \\
 &= && \\
 \text{mol\%LLnP} &= \frac{9.204\% * 1.153\% * 16.004\% * 2}{10,000} && 0.03397
 \end{aligned}$$

0.06907 mol PLLn

$$\text{mol\%PoOLn} = \frac{1.015\% * 85.296\% * 0.927\% * 2}{10,000} = 0.01605$$

$$\text{mol\%LnPoO} = \frac{0.927\% * 1.262\% * 68.526\% * 2}{10,000} = 0.01603$$

$$\text{mol\%OlnPo} = \frac{68.526\% * 1.153\% * 1.015\% * 2}{10,000} = 0.01604$$

*Shënim 1:* Renditja e elucionit mund të përcaktohet duke llogaritur numrat e ekuivalentit të karbonit, shpesh të përcaktuar nga marrëdhënia e  $ECN = CN - 2n$ , ku CN është numri i karbonit dhe n është numri i lidhjeve të dyfishte; mund të llogaritet më saktë duke marrë në konsideratë origjinën e lidhjes së dyfishtë. Nëse jo, nl dhe nln janë numrat e lidhjeve të dyfishta që i atribuohen acideve oleic, linoleik dhe linoleinik, respektivisht, numri i ekuivalentit të karbonit mund të llogaritet me anë të formulës :

$$EN = CN - \text{dono} - \text{dlnl} - \text{dlnln}$$

Ku koeficientet do, dl and dln mund të llogariten me anë të triglicerideve referuese. Në kushtet e përcaktuara në këtë metodë, marrëdhënia e fituar do të jetë afër:

$$ECN = CN - (2.60 \text{ no}) - (2.35 \text{ nl}) - (2.17 \text{ nln})$$

*Shënim 2:* Me disa trigliceride referuese, është gjithashtu e mundur të llogaritet zgjidhja në lidhje me trioleinin:

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

Përmes përdorimit të kohës së zgjatjes së zvogëluar  $RT^1 = RT - RT \text{ solvent}$

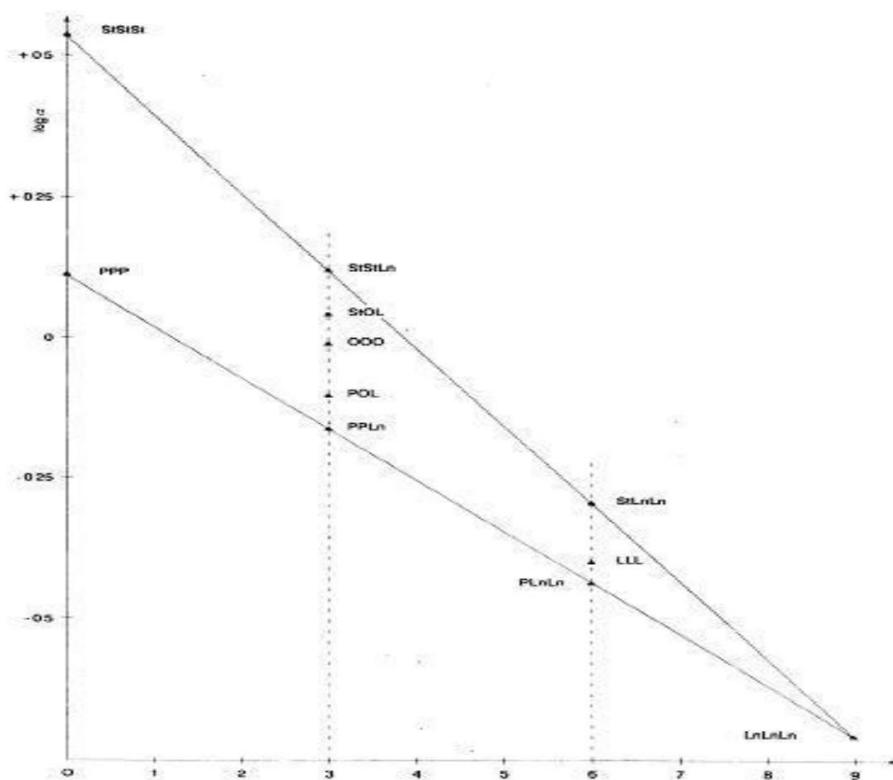
Grafiku i  $\log \alpha$  ndaj f (numër i lidhjeve të dyfishta) mundëson përcaktimin e vlerave të mbajtjes për të gjitha trigliceridet e acidit yndyror që janë përfshirë në trigliceridet referuese - shih Figurën 1.

*Shënim 3:* Efikasiteti i kolonës duhet të lejojë ndarjen e qartë të pikës së trilinoleinit nga pikat e triglicerideve me një RT të afërt. Eluacioni kryhet deri në pikën ECN 52.

*Shënim 4:* Një matje e saktë e sipërfaqeve të të gjitha pikave (majave) të interesit për përcaktimin e tanishëm është e sigurtë nëse pika e dytë që i përshtatet ECN 50 është 50% e shkallës së plotë të regjistruarit.



**Figura 1:** Grafiku i log  $\alpha$  ndaj f (numri i lidhjeve të dyfishta)

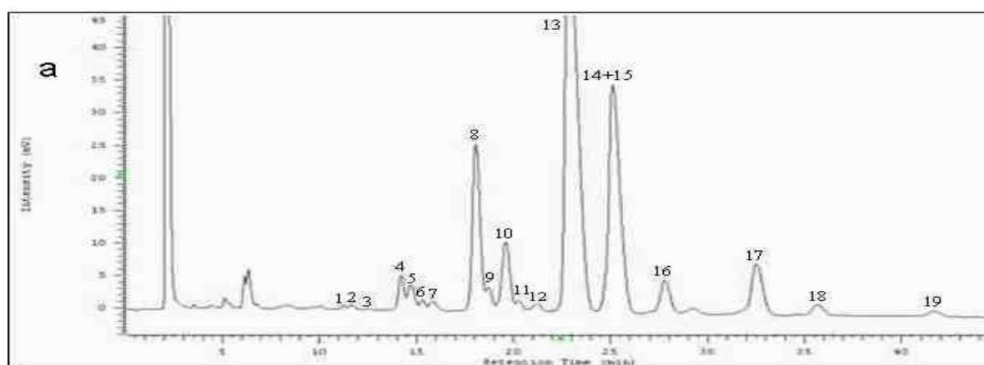


Numri i lidhjeve të dyfishe

La: acid laurik; My: acid mistirik; P: acid palmitik; St: acid stearik; O: acid oleik;

L: acid linoleik; Ln: acid linolenic

**Figura 2:** Vaj ulliri linoleik i ulët

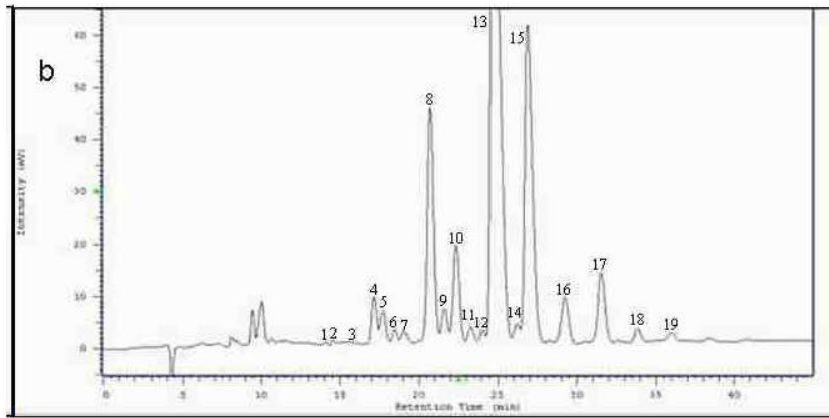


Me tretës: Aceton/Acetonitril.

PROFILI a: Përbërësit kryesorë të majave kromatografike: **ECN42:** (1) LLL+PoLL; (2) OLLn+PoOLn; (3) PLLn; **ECN44:** (4) OLL+PoOL; (5) OOLn+PLL; (6) POLn+PPoPo; (7) OOL+PoOO; **ECN46:** (8) OOL+LnPP; (9) PoOO; (10) SLL+PLO; (11)



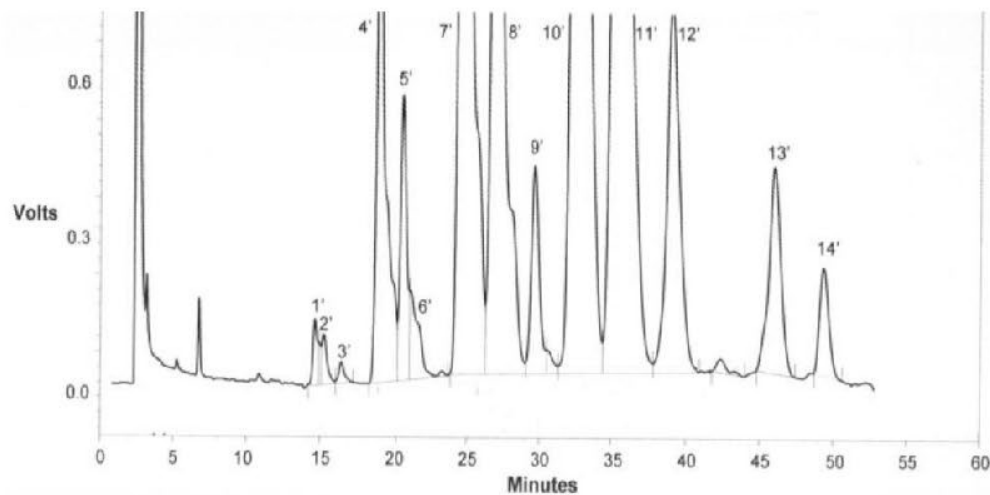
PoOP+SPoL+SOLn+SPoPo; (12) PLP; **ECN48**: (13) OOO+PoPP; (14+15) SOL+POO; (16) POP; **ECN50**: (17) SOO; (18) POS+SLS.



Me tretës: Propionitril

PROFILI b Përbërësit kryesorë të majave kromatografike: **ECN42**: (1) LLL; (2) OLLn+PoLL; (3) PLLn; **ECN44**: (4) OLL; (5) OOLn+PoOL; (6) PLL+PoPoO; (7) POLn+PPoPo+PPoL; **ECN46**: (8) OOL+LnPP; (9) PoOO; (10) SLL+PLO; (11) PoOP+SPoL+SOLn+SPoPo; (12) PLP; **ECN48**: (13) OOO+PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **ECN50**: (17) SOO; (18) POS+SLS

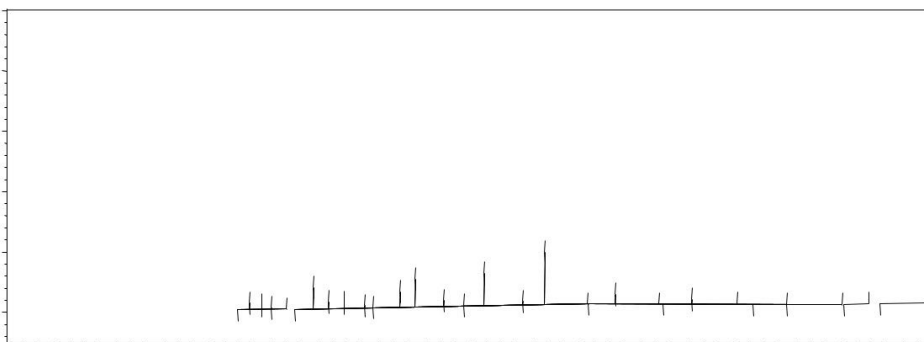
**Figura 3:** Vaj ulliri linoleik i ulët



Me tretës: Aceton/Acetonitril (50:50).

Profili a: Përbërësit kryesorë të majave kromatografike: **ECN42**: (1') LLL+PoLL; (2') OLLn+PoOLn; (3') PLLn; **ECN44**: (4') OLL+PoOL; (5') OOLn +PLL; (6') POLn+PPoPo;

**ECN46**: (7') OOL+PoOO; (8') PLO+SLL+ PoOP; (9') PLP+PoPP; **ECN48**: (10') OOO; (11') POO+SLL+PPoO; (12') POP+PLS; **ECN50**: (13') SOO; (14') POS+SLS



Me tretës: Propionitril.

Profile b: Përbërësit kryesorë të majave kromatografike: **ECN42:** (1) LLL; (2+2') OLLn+PoLL; (3) PLLn; **ECN44:** (4) OLL; (5) OOLn+PoOL; (6) PLL+PoPoO; (7) POLn+PPoPo+PPoL; **ECN46:** (8) OOL+LnPP; (9) PoOO; (10) SLL+PLO; (11) PoOP+SPoL+SOLn+SPoPo; **ECN48:** (12) PLP; (13) OOO+PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16)

POP; **ECN50:** (17) SOO; (18) POS+SLS; **ECN52:** (19) AOO.

### VLERAT E SAKTËSISË SË METODËS

1. Analiza e rezultateve të testit bashkëpunues të përcaktuar me acetone dhe cetonitril
2. Vlerat e saktësisë së metodës janë të dhëna në tabelat e paraqitura më lart.

Në testin bashkëpunues të organizuar nga COOI (këshilli ndërkombëtar i vajit të ullirit) në vitin 1999 morën pjesë 19 laboratorë të njohur nga IOOC. Laboratorët ishin nga 8 vende.

Testi u kry në 5 mostra:

- A: *Vaj ulliri extra i virgjër*  
 B: *Vaj ulliri i virgjër + vaj lulledielli i rafinuar*  
 C: *Vaj ulliri i virgjër + vaj i bersise së ullirit i rafinuar*  
 D: *Vaj ulliri i virgjër + vaj bërsi soje i rafinuar + vaj lulledielli i rafinuar*  
 E: *Vaj ulliri i rafinuar + vaj i bersisë së ullirit i rafinuar + vaj bërsi soje i rafinuar + vaj ulliri i virgjër i qartë*

Rezultatet e testit bashkëpunues të organizuar nga IOOC janë përpunuar statistikiisht në përputhje me rregullat e përcaktuara në standartet ndërkombëtare ISO 5725 **Saktësia (vërtetësia dhe precizioni) i metodave dhe rezultateve të matjes**. Vlerat e jashtëzakonshme u vlerësuan duke aplikuar testimin e Cochran dhe Grubbs për rezultatet e laboratorit për secilin përcaktim (ripërsëritje a dhe b) dhe secilën mostër.

Tabela liston:

**n** numri i laboratorëve pjesëmarrëse  
**të jashtëm** numri i laboratorëve me vlera të jashtme  
**mesatare** mesatarja e rezultateve të pranuar  
**r** vlera r në të cilën bëhet diferenca  
**s** absolute ndërmjet dy rezultateve të pavarura të testit të marra me të njejtën metodë në material në të njejtin laborator nga I njejt operator duke përdorur të njejtat pajisje Brenda intervaleve të shkurtra kohore, ku pritet të ketë një probabilitet prej 95%  
**S<sub>r</sub>** Devijimi standart i përsëritshmërisë  
**RDS<sub>r</sub> (%)** Koeficienti i përsëritshmërisë së variacionit ( $S_r \times 100/\text{mesatare}$ )

**R** vlera R në të cilën diferenca absolute midis dy rezultateve të vetmë të testit të marra me të njejtën metodë në material testues identik në laboratorë të ndryshëm me operatorë të ndryshëm që përdorin pajisje të ndryshme mund të pritet të qëndrojë me një probabilitet prej 95%

**S<sub>R</sub>** Devijimi standart i prodhueshmërisë

**RDS<sub>R</sub> (%)** Koeficienti i variacionit të riprodhueshmërisë ( $S_R \times 100/\text{mesatare}$ )

**Tabela 1: Diferenca midis përmbajtjes reale dhe teorike te triglicerideve me ECN42 të caktuar më aceton and acetonitrile**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	19	19	19	19	19
<b>të jashtëm</b>	1	0	0	0	3
<b>mesatarja</b>	0.04	1.66	0.04	0.18	0.82
<b>r</b>	0.08	0.12	0.09	0.11	0.11
<b>S<sub>r</sub></b>	0.02	0.04	0.03	0.04	0.04
<b>RSD<sub>r</sub>(%)</b>	82.2(jo sig.)	2.8	76.1(jo sig.)	22.5	5.1
<b>R</b>	0.12	0.25	0.16	0.22	0.24
<b>S<sub>R</sub></b>	0.05	0.09	0.05	0.08	0.08
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	127.6(jo sig.)	5.4	132.2(jo sig.)	46.2	10.9

## 2. Analiza e rezultateve propionitrile

Testi u krye në katër mostra:

*A: 70% vaj ulliri i virgjër+ 10% vaj ulliri i rafinuar nga bersia + 20% vaj luledielli i rafinuar me yndyrë të lartë*

*B: 80% vaj ulliri i virgjër me kampesterol të lartë + 20% vaj palme*

*C: 100% vaj ulliri i virgjër*

*D: 70% vaj ulliri i virgjër + 15% vaj ulliri i rafinuar nga bersia + 15% vaj luledielli i rafinuar me yndyrë të lartë*

Tabela 2: Të dhëna të ΔECN42 të llogaritura nga ECN42 të përcaktuara me propionitril.

	A	B	C	D
<b>n</b>	<b>16</b>	<b>16</b>	<b>11</b>	<b>11</b>
<b>të jashmte</b>	<b>0</b>	<b>2</b>	<b>0</b>	<b>0</b>
<b>mesatare</b>	<b>1.07</b>	<b>0.10</b>	<b>0.06</b>	<b>0.84</b>
<b>r</b>	<b>0.05</b>	<b>0.02</b>	<b>0.06</b>	<b>0.06</b>
<b>Sr</b>	<b>0.02</b>	<b>0.01</b>	<b>0.02</b>	<b>0.02</b>
<b>RSDr(%)</b>	<b>1.6</b>	<b>7.9</b>	<b>36.6</b>	<b>2.7</b>
<b>R</b>	<b>0.33</b>	<b>0.11</b>	<b>0.12</b>	<b>0.35</b>
<b>SR</b>	<b>0.12</b>	<b>0.04</b>	<b>0.04</b>	<b>0.12</b>
<b>RSDR(%)</b>	<b>11.2</b>	<b>36.8</b>	<b>78.6(not sig.)</b>	<b>14.8</b>

**Analiza e rezultateve të testit bashkëpunues IOOC në 2017 për testin e aftësisë**

Është testuar vetëm një mostër e vajit të ullirit të virgjër, e përzier me 10% vaj ulliri të rafinuar dhe 2% yndyrë shtazore

<b>ΔECN42</b>	<b>n</b>	<b>Mesatarja</b>	<b>S<sub>r</sub></b>	<b>S<sub>R</sub></b>
<b>Metoda rregullatore</b>	21	0.03	0.004	0,013
<b>Metoda e tretësit alternativ</b>	23	0.03	0.006	0,019

<b>Vlerësimi</b>	<b>E llogaritur</b>	<b>Limit</b>	<b>Konkluzione/Komente</b>
<b>Diferenca (Metoda rregullatore tretës alternative)</b>	0.00		
<b>Test F përsëritshmëria</b>	2.05	2.14	F llog < F limit
<b>Test F riprodhueshmëria</b>	2.12	2.14	F llog < F limit
<b>Riprodhueshmëria aktuale regullatore</b>	0.02	0.03	S <sub>R</sub> e përfutur është më e vogël se S <sub>R</sub> aktuale
<b>T Student</b>	0.44	2	t llog < t limit

Ku metoda rregullatore është me përdorimin e heksanit si tretës;

Ku metoda e tretësave alternativë është me përdorimin e izooktanit si tretës.

Krahasimi i rezultateve është fokusuar në vlerësimin krahasues të variacioneve, në kushte të riprodhueshmërisë, si dhe në ekzistencën e një prirje të rëndësishme ose jo midis vlerave të caktuara pas zbatimit të metodës rregulltore dhe atyre të fituara pas përdorimit të tretësave alternativë.

Për këtë është llogaritur F Fisher i dy variacioneve të fituara, në të dyja kushtet, si dhe statistikat e Studenteve të dy popullatave të studiuara, që krahason dy mesataret e fituara dhe variancat e tyre të përshtatshme, në kushte të riprodhueshmërisë.

Gjithashtu është krahasuar vlera e saktësisë publikuar aktualisht për nivelin e studiuar, dhe ajo e fituar me përdorimin e tretësave alternativë.

### **PROGRAMI KOMPJUTERIK**

Për llogaritjen teorike të përbërjes së triglicerideve përdoret programi kompjuterik, ku pasi mbushen të gjitha fushat e shenuara me të verdhë llogaritet nga vet programi edhe diferenca teorike e ECN 42.

Ky program gjendet tek metoda: COI/T.20/Doc. N° 20 – determination of the difference between actual and theoretical content of triacylglycerols with EC.