I

(Säädökset, jotka on julkaistava)

KOMISSION ASETUS (EY) N:o 656/95,

annettu 28 päivänä maaliskuuta 1995,

oliiviöljyn ja uutetun oliiviöljyn ominaisuuksista sekä niiden määritysmenetelmistä annetun asetuksen (ETY) N:o 2568/91 ja tariffi- ja tilastonimikkeistöstä ja yhteisestä tullitariffista annetun neuvoston asetuksen (ETY) N:o 2658/87 muuttamisesta

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon rasva-alan yhteisestä markkinajärjestelystä 22 päivänä syyskuuta 1966 annetun neuvoston asetuksen N:o 136/66/ETY [1], sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 3179/93 [2], ja erityisesti sen 35 a artiklan,

ottaa huomioon tariffi- ja tilastonimikkeistöstä ja yhteisestä tullitariffista 23 päivänä heinäkuuta 1987 annetun neuvoston asetuksen (ETY) N:o 2658/87 [3], sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna komission asetuksella (EY) N:o 3330/94 [4], ja erityisesti sen 9 artiklan,

sekä katsoo, että

komission asetuksessa (ETY) N:o 2568/91 [5], sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 2632/94 [6], määritellään oliiviöljyjen ja uutettujen oliiviöljyjen ominaisuudet sekä niiden määritysmenetelmät; asetuksessa (ETY) N:o 2568/91 muutetaan lisäksi asetuksen (ETY) N:o 2658/87 liitteessä I olevan yhdistetyn nimikkeistön 15 luvun täydentävät huomautukset 2, 3 ja 4,

tutkimuksen kehityksen takia asetuksessa (ETY) N:o 2568/91 määritellyt oliiviöljyn ominaisuudet olisi muutettava siten, että voidaan paremmin varmistaa kaupan pidettävien tuotteiden puhtaus, sekä säädettävä tähän liittyvästä määritysmenetelmästä,

saadun kokemuksen perusteella on tarpeen tehdä tiettyjä mukautuksia trilinoleiinin määritysmenetelmään; yhdenmukaisuuden saavuttamiseksi kansainvälisen oliiviöljyneuvoston kansainvälisten vaatimusten kanssa on lisäksi tarkoituksenmukaista tarkistaa tiettyjä oliiviöljyjen ja uutettujen oliiviöljyjen ominaisuuksia koskevia raja-arvoja,

tarkoitettujen oliiviöljyjen ominaisuuksia koskevat muutokset edellyttävät edellä mainitun yhdistetyn nimikkeistön 15 luvun täydentävien huomautusten 2, 3 ja 4 muuttamista,

uusiin vaatimuksiin mukauttamiseen ja niiden soveltamiseen tarvittavien keinojen käyttöön ottamiseen tarvittavan ajan mahdollistamiseksi ja jotta ei aiheutettaisi häiriötä kaupankäynnissä, olisi lykättävä tämän asetuksen voimaantuloa noin kahdella kuukaudella sekä säädettävä rajoitetusta ajanjaksosta ennen sen voimaantuloa pakatun öljyn myynnille,

sen vuoksi olisi mukautettava asetus (ETY) N:o 2658/87 sekä asetus (ETY) N:o 2568/91, jonka liite XIV on muutettu mainituilla täydentävillä huomautuksilla, ja

tässä asetuksessa säädetyt toimenpiteet ovat rasvojen hallintokomitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN ASETUKSEN:

1 artikla

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

1. Lisätään 2 artiklaan seuraava luetelmakohta:

"— stigmastadieenien määritykseen liitteessä XVII kuvattu menetelmä."

2. Korvataan liitteet tämän asetuksen liitteen I mukaisesti.

(1) EYVL N:o 172, 30.9.1966, s. 3025/66
(2) EYVL N:o L 285, 20.11.1993, s. 9
(3) EYVL N:o L 256, 7.9.1987, s. 1
(4) EYVL N:o L 350, 31.12.1994, s. 51
(5) EYVL N:o L 248, 5.9.1991, s. 1
(6) EYVL N:o L 280, 29.10.1994, s. 43

2 artikla

Korvataan asetuksen (ETY) N:o 2658/87 liitteessä I esitetyt yhdistetyn nimikkeistön 15 luvun täydentävät huomautukset 2, 3 ja 4 tämän asetuksen liitteen II mukaisesti.

3 artikla

Tämä asetus tulee voimaan kuudentenakymmenentenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä.* Asetusta ei sovelleta oliiviöljyihin ja uutettuihin oliiviöljyihin, jotka on pakattu ennen sen voimaantulopäivää ja joita pidetään kaupan tämän asetuksen voimaantulosta seuraavan kymmenennen kuukauden loppuun asti.

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

Tehty Brysselissä 28 päivänä maaliskuuta 1995.

Komission puolesta

Franz FISCHLER

Komission jäsen

LIITE I

1. Lisätään asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteiden sisällysluetteloon seuraava otsikko:

"Liite XVII: Menetelmä stigmastadieenien määrittämiseksi kasviöljyistä ..... 84".

2. Korvataan liite I seuraavilla taulukoilla ja seuraavalla tekstillä:

"LIITE I

OLIIVIÖLJYN OMINAISUUDET

Luokka	Happamuus mekv %	Peroksidiluku mekv O_2/kg	Halogeeniliuottimet mg/kg (1)	Vahat mg/kg	Triglyseridin 2-asemassa olevat tyydyttyneet rasvahapot %	Stigmastadieeni (2) mg/kg	Erytrodioli + Uvauli %	Trilinoleiini %	Kolesteroli %	Brassikasteroli %	Kampesteroli %	Stigmasteroli %	Beetasitosteroli (3) %	Delta-7-stigmasteroli %	Kokonaissterolit mg/kg
1. Ekstra-neitsytoliiviöljy	M 1,0	M 20	M 0,20	M 250	M 1,3	M 0,15	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,1	M 4,0	< Kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
2. Neitsytoliiviöljy	M 2,0	M 20	M 0,20	M 250	M 1,3	M 0,15	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,1	M 4,0	< Kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
3. Yleisen kauppalaadun neitsytoliiviöljy	M 3,3	M 20	M 0,20	M 250	M 1,3	M 0,15	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,1	M 4,0	< Kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
4. Oliivilamppuöljy	m 3,3	m 20	m 0,20	M 350	M 1,3	M 0,50	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,1	M 4,0	—	m 93,0	M 0,5	m 1000
5. Puhdistettu oliiviöljy	M 0,5	M 5	M 0,20	M 350	M 1,5		M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,1	M 4,0	< Kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
6. Oliiviöljy	M 1,5	M 15	M 0,20	M 350	M 1,5		M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,1	M 4,0	< Kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
7. Raaka uutettu oliiviöljy	m 2,0	—	—	—	M 1,8		m 12	M 0,7	M 0,5	M 0,1	M 4,0	—	m 93,0	M 0,5	m 2500
8. Puhdistettu uutettu oliiviöljy	M 0,5	M 5	M 0,20	—	M 2,0		m12	M 0,6	M 0,5	M 0,1	M 4,0	< Kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1800
9. Uutettu oliiviöljy	M 1,5	M 15	M 0,20	> 350	M 2,0		> 4,5	M 0,6	M 0,5	M 0,1	M 4,0	< Kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1600

M = suurin määrä, m = pienin määrä

(1) Elektroninkaappausdetektorin havaitsemien yhdisteiden yleinen yläraja.
Kunkin yksittäin havaitun yhdisteen yläraja on 0,10 mg/kg.

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

(3) Delta-5,23-stigmastadienoli + sitosteroli + klerosteroli + sitostanoli + delta-5-avenasteroli + delta-5,24-stigmastadienoli.

Huom:

Öljy on hylättävä, jos yksikin ominaisuuksista poikkeaa vahvistetuista arvoista.

Luokka	Happopitoisuudet						Transoleiini-isomeerien yhteismäärä	Translinoli ja translionteeni-isomeerien yhteismäärä	K_{232}	K_{270}	K_{270} alumiinioksidikäsittelyn jälkeen	Delta K	Raadin arvostelu
	Myristiini %	Linoleeni %	Asakidoni %	Eikosieeni %	Behen %	Liestoseriini %							
1. Ekstra-neitsytoliiviöljy	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2	M 0,05	M 0,05	M 2,50	M 0,20	M 0,10	M 0,01	m 6,5
2. Neitsytoliiviöljy	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2	M 0,05	M 0,05	M 2,60	M 0,25	M 0,10	M 0,01	m 5,5
3. Yleisen kauppalaadun neitsytoliiviöljy	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2	M 0,05	M 0,05	M 2,60	M 0,25	M 0,10	M 0,01	m 3,5
4. Oliivilamppuöljy	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2	M 0,10	M 0,10	M 3,70	M 0,25	M 0,11	—	< 3,5
5. Puhdistettu oliiviöljy	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2	M 0,20	M 0,30	M 3,40	M 1,20	—	M 0,16	—
6. Oliiviöljy	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2	M 0,20	M 0,30	M 3,30	M 1,00	—	M 0,13	—
7. Raaka uutettu oliiviöljy	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2	M 0,20	M 0,10	—	—	—	—	—
8. Puhdistettu uutettu oliiviöljy	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2	M 0,40	M 0,35	M 5,50	M 2,50	—	M 0,25	—
9. Uutettu oliiviöljy	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2	M 0,40	M 0,35	M 5,30	M 2,00	—	M 0,20	—

M = suurin määrä, m = pienin määrä.

Huom:

Öljy on hylättävä, jos yksikin ominaisuuksista poikkeaa vahvistetuista arvoista.

Jos K_{270} ylittää kyseisen luokan raja-arvon, K_{270} on määritettävä uudelleen alumiinioksidikäsittelyn jälkeen, jotta voitaisiin varmistua öljyn puhtaudesta."

3. Korvataan liitteen VIII huomautus 5 seuraavasti:

"*Huomautus 5*:

Jotta trilinoleiinipiikki saadaan erottumaan selvästi läheisistä piikeistä tai mahdollisesti häiriöitä aiheuttavista aineista, oliivilamppuöljyt ja jalostamattomat uutetut oliiviöljyt on puhdistettava ennalta seuraavan menetelmän mukaisesti:

Absorboidaan 200 µl öljyä laimentamatta pieneen neste/kiinteä -uuttoa varten tarkoitettuun piidioksidikolonniin (tyyppi SEP PAK silica cartridge-waters part. n. 51 900).

Triglyseridit eluoidaan 20 ml:lla HPLC-laatuista vedetöntä heksaania, enintään 20 sekuntia.

Eluoitu tuote kuivataan typpivirassa ja liuotetaan isopropanoliin tai asetoniin (5 ml). Injektoidaan suuren erotuskyvyn nestekromatografiin (HPLC) 10—20 µl. On tarkkailtava, että öljyn rasvahappokoostumus on sama ennen puhdistusta ja sen jälkeen, käytetyn määritysmenetelmän virherajoissa."

4. Lisätään liite XVII seuraavasti:

"*LIITE XVII*

MENETELMÄ STIGMASTADIEENIEN MÄÄRITTÄMISEKSI KASVIÖLJYISTÄ

1. TARKOITUS

Stigmastadieenien määritys kasviöljyistä, joissa näiden hiilivetyjen pitoisuudet ovat pieniä, kuten neitsytoliiviöljystä ja oliivin puristusjätteestä saadusta raakaöljystä.

2. SOVELTAMISALA

Tätä standardia voidaan soveltaa kaikkiin kasviöljyihin; mittaustulokset ovat kuitenkin luotettavia ainoastaan, jos näiden hiilivetyjen pitoisuus on 0,01—4,0 mg/kg. Menetelmä soveltuu erityisesti puhdistettujen kasviöljyjen (oliivi, oliivin puristusjäte, auringonkukka, palmu tms.) toteamiseen neitsytoliiviöljystä, sillä puhdistetut öljyt sisältävät stigmastadieeneja, mutta neitsytöljyt eivät sisällä niitä.

3. PERIAATE

Saippuoitumattoman aineksen erottaminen. Steroidihiilivetyfraktion erottaminen pylväskromatografian avulla käyttäen silikageeliä ja kapillaarikaasukromatografista määritystä.

4. LAITTEISTO

4.1 250 ml:n pulloja, joita voi käyttää palautusjäähdyttimen kanssa.

4.2 Erotussuppiloita, joiden vetoisuus on 500 ml.

4.3 Pyöreäpohjaisia 100 ml:n pulloja.

4.4 Pyöröhaihdutin ("rotavapori").

4.5 Lasinen kromatografiakolonni (sisähalkaisija 1,5—2,0 cm, pituus 50 cm), jossa on teflonhana ja jonka pohjalla on lasivillatulppa tai lasisintterievy. Silikageelikolonni valmistellaan kaatamalla kromatografiakolonniin n. 5 cm kerros heksaania ja täyttämällä sen jälkeen kolonni silikageelin heksaanilietteellä (15 g en 40 ml:ssa) käyttäen apuna heksaaniannoksia. Annetaan seistä ja viimeistellään asettuminen kevyellä tärytyksellä. Lisätään vedetöntä natriumsulfaattia noin 0,5 cm:n kerros ja eluoidaan lopuksi liika heksaani.

4.6 Kaasukromatografi, jossa on liekki-ionisaatiodetektori, jakajatyyppinen tai kylmä kolonniin liittyvä (on-column) injektori sekä uuni, joka on ohjelmoitavissa ± 1 celsiusasteen tarkkuudella.

4.7 Kaasukromatografinen kvartsilasikapillaarikolonni (sisähalkaisija 0,25 tai 0,32 mm, pituus 25 m), joka on pinnoitettu 5-prosenttisella fenyylimetyylisilikonifaasilla, jonka kerrospaksuus on 0,25 µm.

Huomautus 1:

Voidaan käyttää myös muita kolonneja, joiden polaarisuus on sama tai pienempi.

4.8 Tallentava integraattori, jolla voidaan integroida pohjasta pohjaan.

4.9 Liimatulla neulalla varustettu 5—10 µl:n mikroruisku kaasukromatografiaa varten.

4.10 Sähköinen kuumennusvaippa tai lämpölevy.

5. REAGENSSIT

Kaikkien reagenssien tulee olla analyysilaatua, ellei toisin määrätä. Käytettävän veden tulee olla tislattua vettä tai puhtaudeltaan vähintään vastaavaa.

5.1 Heksaania tai alkaaniseos, jonka aineosien kiehumispisteet ovat 65—70° C ja joka on tislattu rektifioimiskolonnilla.

Huomautus 2:

Liuotin on tislattava epäpuhtauksien poistamiseksi.

5.2 96-prosenttista (v/v) etanolia.

5.3 Vedetöntä natriumsulfaattia.

5.4 Kaliumhydroksidin 10-prosenttista alkoholiliuosta. Lisätään 10 ml vettä 50 g:aan kaliumhydroksidia, sekoitetaan ja liuotetaan seos 500 ml:aan etanolia.

Huomautus 3:

Kalilipeän alkoholiliuos muuttuu seistessään ruskeaksi. Liuos on valmistettava uudelleen joka päivä ja pidettävä hyvin suljetuissa ruskeissa lasipulloissa.

5.5 Silikageeliä 60 kaasukromatografiaa varten, 70—230 mesh (Merck ref. 7734 tai samanlainen).

Huomautus 4:

Silikageeli voidaan yleensä ottaa käyttöön suoraan pakkauksesta ilman mitään käsittelyä. Joissakin valmistuserissä esiintyy kuitenkin alhaista aktiivisuutta, joka johtaa huonoon kromatografiseen erottumiseen. Tällöin silikageeli on käsiteltävä seuraavasti: Silikageeli aktivoidaan kuumentamalla sitä vähintään neljä tuntia 550° C:n lämpötilassa. Kuumentamisen jälkeen silikageelin annetaan jäähtyä eksikkaattorissa ja pannaan sitten tulpalla suljettuun pulloon. Lisätään 2 % vettä ja ravistetaan, kunnes paakkuja ei näy ja jauhe virtaa vapaasti.

Jos silikageelin valmistuserä on sellainen, että se aiheuttaa kromatogrammiin toisiaan häiritseviä huipuja, silikageeli on käsiteltävä edellä esitetyllä tavalla. Vaihtoehtoinen tapa on käyttää erikoispuhdasta silikageeliä 60 (Merck, ref. 7754).

5.6 Kolesta-3,5-dieenin (Sigma, 99-prosenttinen puhtaus) varastoliuos (200 ppm) heksaanissa (10 mg 50 ml:ssa).

5.7 Kolesta-3,5-dieenin standardiliuos heksaanissa, pitoisuus 20 ppm, saadaan laimentamalla edellä mainitusta liuoksesta.

Huomautus 5:

5.6 ja 5.7 kohdassa tarkoitetut liuokset säilyvät huononematta vähintään neljä kuukautta, jos niitä säilytetään alle 4° C:n lämpötilassa.

5.8 n-nonakosaanin heksaaniliuos, pitoisuus n. 100 ppm.

5.9 Kantajakaasu kromatografiaa varten: helium tai vety, puhtaus 99,9990 %.

5.10 Apukaasut liekki-ionisaatiodetektoria varten: vety, jonka puhtaus on 99,9990 %, ja puhdistettu ilma.

6. MENETTELY

6.1 **Saippuoitumattoman aineksen valmistelu:**

6.1.1 Punnitaan 20 ± 0,1 g öljyä 250 ml:n pulloon (4.1), lisätään 1 ml kolesta-3,5-dieenin (20 µg) standardiliuosta ja 75 ml kalilipeän 10-prosenttista alkoholiliuosta, kiinnitetään palautusjäähdytin ja keitetään hiljalleen 30 minuuttia. Otetaan näytteen sisältävä pullo pois lämpölähteestä ja annetaan liuoksen jäähtyä hieman (liuos ei saa jäähtyä kokonaan, sillä tällöin näyte erottuu). Lisätään 100 ml vettä ja siirretään lios erotussuppiloon (4.2) 100 ml:lla heksaania. Seosta ravistetaan voimakkaasti 30 sekuntia, minkä jälkeen sen annetaan erottua kerroksiksi.

huomautus 6:

Jos muodostuu emulsio, joka ei häviä nopeasti, lisätään hieman etanolia.

6.1.2 Pohjalle jäävä vesifaasi siirretään toiseen erotussuppiloon ja uutetaan uudelleen 100 ml:lla heksaania. Pohjalle jäävä osa juoksutetaan taas pois ja heksaaniuute (yhdistettynä toisen erotussuppilon aineksen) pestään kolme kertaa 100 ml:lla etanoli-vesiseoksella (1:1), kunnes pH on neutraali.

6.1.3 Heksaaniliuos johdetaan vedettömän natriumsulfaatin (50 g) läpi, pestään 20 ml:lla heksaania ja haihdutetaan kuivaksi pyöröhaihduttimessa 30° C:n lämpötilassa matalassa paineessa.

6.2 **Steroidihiilivetyjakeen erottaminen:**

6.2.1 Jäännös siirretään fraktiointikolonniin käyttäen kahta yhden millilitran heksaaniannosta, näyte johdetaan kolonniin antaen liuoksen pinnan vajota natriumsulfaattikerroksen pinnan tasalle ja aloitetaan kromatografinen eluointi heksaanilla käyttäen virtausnopeutta, joka on n. 1 ml/min. Eluaatin ensimmäiset 20—30 ml heitetään pois ja seuraava 40 ml:n jae otetaan talteen. Talteen otettu jae siirretään 100 ml:n pyöreäpohjaiseen pulloon (4.3).

Huomautus 7:

Ensimmäinen jae sisältää tyydyttyneitä hiilivetyjä (kuva 1a) ja toinen jae steroidihiilivetyjä. Lisäeluointi tuottaa skvaleenia ja vastaavia yhdisteitä. Jotta saavutetaan tyydyttyneiden ja steroidihiilivetyjen tarkka erottuminen, jakeiden tilavuudet on määritettävä ihanteellisiksi. Tätä varten ensimmäisen jakeen tilavuus on valittava siten, että toista jaetta määritettäessä tyydyttyneiden hiilivetyjen huippu on matala (ks. kuva 1c); jos niitä ei ilmene ja standardihuippu on heikko, tilavuutta on pienennettävä. Joka tapauksessa on tarpeetonta erottaa täysin ensimmäisen ja toisen jakeen osia, sillä kaasukromatografisessa määrityksessä ei esiinny päällekkäisiä huippuja, jos kaasukromatografiaolosuhteet säädetään 6.3.1 kohdan mukaisesti. Toisen jakeen ihannetilavuutta ei yleensä tarvitse etsiä, sillä myöhemmät osat erottuvat hyvin. Jos kutenkin esiintyy suuri huippu, jonka retentioaika on n. 1,5 minuuttia lyhyempi kuin standardin, tämä johtuu skvaleenista ja osoittaa huonoa erotuskykyä.

6.2.2 Toinen jae haihdutetaan kuivaksi haihduttimessa 30° C lämpötilassa matalassa paineessa, ja jäännös liuotetaan välittömästi 0,2 ml:aan heksaania. Liuos säilytetään jääkaapissa määritykseen asti.

Huomautus 8:

6.1.3 ja 6.2.2 kohdassa tarkoitettuja jakeita ei pidä säilyttää kuivana eikä huoneenlämpötilassa. Liuotin on lisättävä heti kun jäännös on saatu, ja liuoksia on tämän jälkeen säilytettävä jääkaapissa.

6.3 **Kaasukromatografia**

6.3.1 Työskentelyolosuhteet jakajakatyyppistä injektoria varten:

— Injektorin lämpötila: 300° C.

— Detektorin lämpötila: 320° C.

— Tallentava intergraattori: integrointiparametrit on valittava siten, että pinta-alat arvioidaan oikein. Integrointi pohjasta pohjaan on suositeltavaa.

— Herkkyys: noin 16 kertaa vähimmäisvaimennus.

— Injektoitava liuosmäärä: 1µl.

— Uunin lämpötilaohjelma: alussa 235° C 6 minuutin ajan, sen jälkeen lämpötilaa kohotetaan 2° C/min, kunnes lämpötila on 285° C.

— Injektori, jossa on virtauksenjakaja 1:15.

— Kantajakaasu: helium tai vety, paine n. 120 kPa.

Näitä olosuhteita voidaan muuttaa kromatografin ja kolonnin ominaisuuksien mukaan, jotta saavutetaan seuraavien vaatimusten mukainen kromatogrammi: sisäisen standardin huippu n. 5 minuutin tarkkuudella 6.3.2 kohdassa tarkoitetussa ajassa; sisäisen standardin huipun on oltava vähintään 80 prosenttia täydestä asteikosta.

Kaasukromatografijärjestelmä on tarkistettava ruiskuttamalla kolestadieenin (5.6) varastoliuoksen ja n-nonakosaaniliuoksen (5.8) seosta. Kolesta-3,5-dieenin huippu tulee esiintyä ennen n-notakosaanin huipua (kuva1c); jos näin ei käy, voidaan menetellä kahdella tavalla: alentaa uunin lämpötilaa ja/tai käyttää polaarisuudeltaan pienempää kolonnia.

6.3.2 Huipun tunnistaminen

Sisäisen standardin huippu esiintyy n. 19 minuutin kuluttua ja stigmasta-3,5-dieenin huippu suhteellisella retentioajalla, joka on n. 1,29 (ks. kuva 1b). Stigmasta-3,5-dieenin mukana kulkee pieni määrä isomeeria, ja yleensä molemmat sisältyvät samaan huippuun. Jos kolonni on kuitenkin liian polaarinen tai sen erotuskyky on suuri, isomeerin huippu saattaa näkyä erillisenä pinenä stigmasta-3,5-dieenihuippua välittömästi edeltävänä huippuna (kuva 2). Jotta voidaan varmistaa, että eluoituvat stigmastadieenit muodostavat vain yhden huipun, on suotavaa vaihtaa kolonnin tilalle vähemmän polaarinen tai sisähalkaisijaltaan suurempi kolonni.

Huomautus 9:

Stigmastadieeneja voidaan saada kromatografista vertailua varten määrittämällä puhdistettua kasviöljyä ja käyttämällä pinempää näytettä (1—2 g). Stigmastadieenit tuottavat voimakkaan ja helposti tunnistettava huipun.

6.3.3 Kvantitatiivinen määritys

Stigmastadieenipitoisuus määritetään seuraavan kaavan avulla:

$$\text{stigmastadieenipitoisuus mg/kg} = \frac{A_s \times M_c}{A_c \times M_o}$$

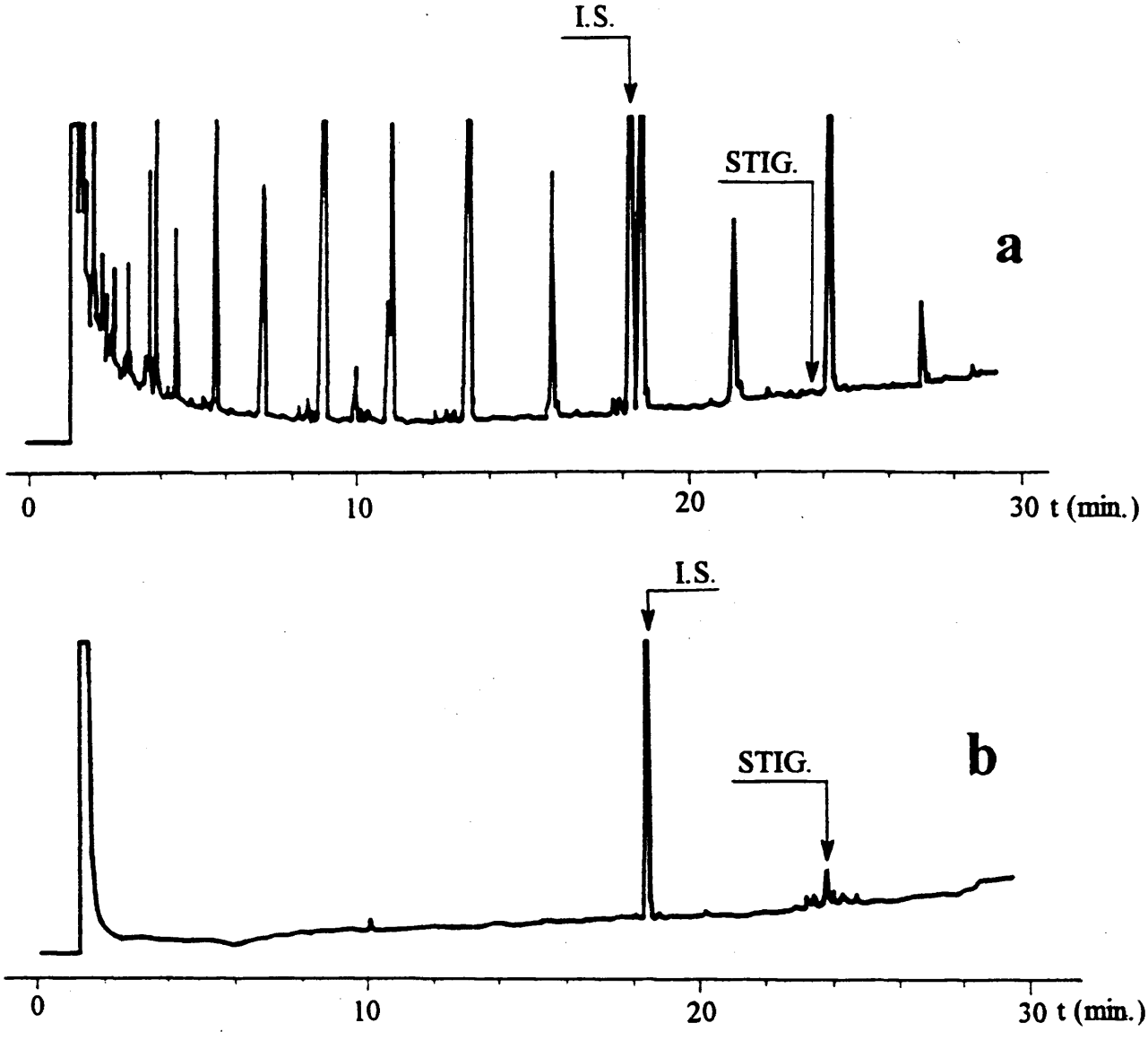
jossa A_s = stigmastadieenien huipun pinta-ala (jos huippu jakaantuu kahden isomeerin huipuksi, näiden kahden huipun pinta-alojen summa)

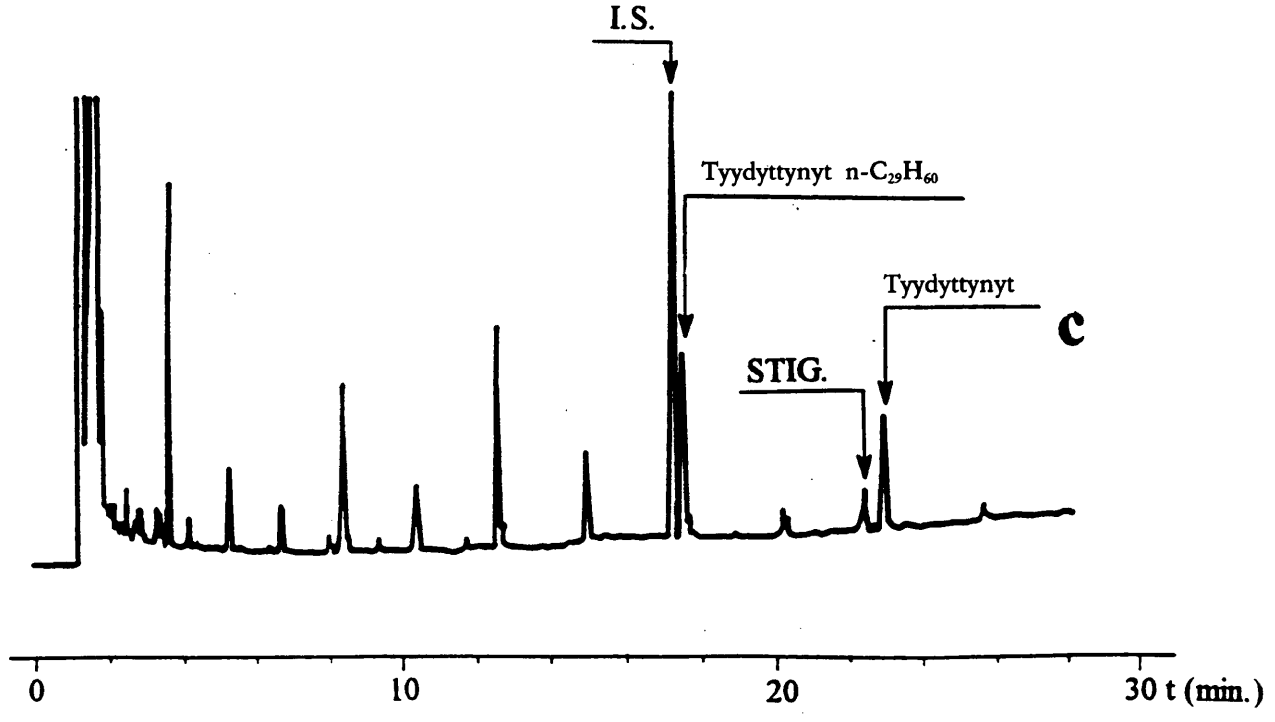
A_c = sisäisen standardin (kolestadieeni) huipun pinta-ala

M_c = lisätyn standardin massa mikrogrammoina

M_o = öljyn massa grammoina

Toteamisraja: noin 0,01 mg/kg."





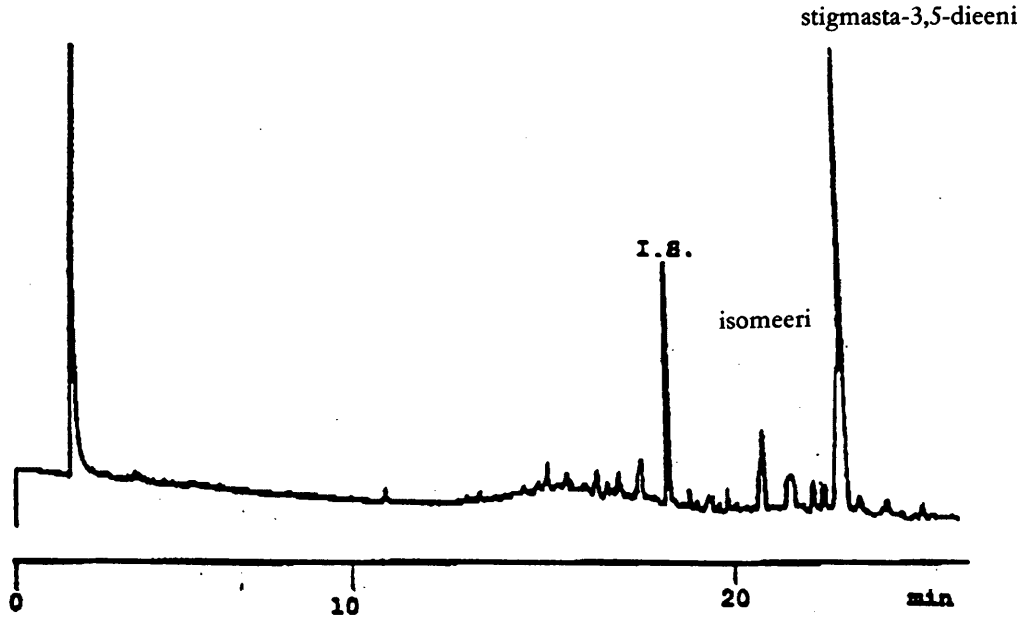
Kuva 1

Kaasukromatogrammi, joka on saatu oliiviöljynäytteistä, jotka on määritetty kvartsilasikapillaarikolonnissa (sisähalkaisija 0,25, pituus 25 m); kolonni on pinnoitettu 5-prosenttisella fenyylimetyylisilikonillaa, kerrospaksuus 0,25 µm.

a) Neitsytöljyn ensimmäinen jae (30 ml), jossa näkyy standardin huippu.

b) Oliiviöljyn toinen jae (40 ml); öljy sisältää 0,10 mg/kg stigmastadieeneja.

c) Toinen jae (40 ml), joka sisältää pienen osuuden ensimmäistä jaetta.



Kuva 2

Kaasukromatogrammi, joka on saatu DB-5-kolonnilla määritetystä puhdistetun oliiviöljyn näytteestä; kromatogrammissa näkyy stigmasta-3,5-dieenin isomeeri.

LIITE II

"2. A. Nimikkeisiin 1509 ja 1510 kuuluvat ainoastaan öljyt, jotka on saatu yksinomaan oliiveja käsittelemällä ja joiden rasvahappo- ja sterolipitoisuudet ovat seuraavat:

Taulukko I

Rasvahappojen pitoisuudet prosentteina rasvahappojen kokonaismäärästä

Rasvahappo	Pitoisuus prosentteina
Myristiinihappo	M 0,05
Linoleenihappo	M 0,9
Arakidonihappo	M 0,6
Eikosaeenihappo	M 0,4
Behenhappo (1)	M 0,3
Lignoseriinihappo	M 0,2

M = suurin määrä

(1) M 0,2 öljyille, jotka kuuluvat nimikkeeseen 1509

Taulukko II

Sterolien pitoisuudet prosentteina sterolien kokonaismäärästä

Steroli	Pitoisuus prosentteina
Kolesteroli	M 0,5
Brassikasteroli (1)	M 0,1
Kampesteroli	M 4,0
Stigmasteroli (2)	< kampesteroli
Beetasitosteroli (3)	m 93,0
Delta-7-stigmasteroli	M 0,5

m = pienin määrä

M = suurin määrä

(1) 31.10.1995 asti: M 0,2

(2) Ehto ei koske oliivilamppuöljyjä (alanimike 1509 10 10) eikä raakaa uutettua oliiviöljyä (alanimike 1510 00 10).

(3) Delta-5,23-stigmastadienoli + klerosteroli + beetasitosteroli + sitostanoli + delta-5-avenasteroli + delta-5,24-stigmastadienoli.

Nimikkeisiin 1509 ja 1510 eivät kuulu kemiallisesti muutetut oliiviöljyt (erityisesti uudelleenesteröidyt öljyt) eivätkä oliiviöljyjen seokset muiden öljyjen kanssa. Uudelleenesteröity öljy tai muu kuin oliiviöljy todetaan asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteessä V, VII, X A ja X B esitellyillä menetelmillä.

B. Alanimikkeeseen 1509 10 kuuluvat ainoastaan I ja II kohdassa määritellyt oliiviöljyt, jotka on valmistettu ainoastaan mekaanisia tai muita fysikaalisia valmistusmenetelmiä käyttäen sellaisissa olosuhteissa, varsinkin lämpöolosuhteissa, jotka eivät johda öljylaadun heikkenemiseen, ja joita ei ole käsitelty muuten kuin pesemällä, dekantoimalla, linkoamalla tai suodattamalla. Oliiveista liuottimien avulla saadut öljyt kuuluvat nimikkeeseen 1510.

I. Alanimikkeessä 1509 10 10 "oliivilamppuöljyllä (virgin lampante olive oil)" tarkoitetaan sen happamuusasteesta riippumatta öljyä, jonka:

a) vahapitoisuus on enintään 350 mg/kg;

b) erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on enintään 4,5 prosenttia;

c) triglyseridien 2-asemassa olevien tyydyttyneiden rasvahappojen pitoisuus on enintään 1,3 prosenttia;

d) transoleiini-isomeerien yhteispitoisuus on enintään 0,10 prosenttia sekä translinoli- ja translinoleeni-isomeerien yhteispitoisuus enintään 0,10 prosenttia;

ja

e) jolla on vähintään yksi seuraavista ominaisuuksista:

1) peroksidiluku on vähintään 20 mekv aktiivista happea kilogrammaa kohti;

2) haihtuvien halogenoitujen liuottimien pitoisuus on vähintään 0,2 mg/kg kaikkien osalta tai vähintään 0,1 mg/kg vähintään yhden liuottimen osalta;

3) K_{270}-ekstinktiokerroin on vähintään 0,25, mutta enintään 0,11 sen jälkeen, kun öljy on käsitelty aktivoidulla alumiinioksidilla; enemmän kuin 3,3 g/100 g vapaita rasvahappoja (oleiinihappona ilmaistuna) sisältävien öljyjen K_{270}-ekstinktiokerroin voi olla suurempi kuin 0,10 senkin jälkeen, kun öljy on käsitelty aktivoidulla alumiinioksidilla asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteessä IX esitetyn menetelmän mukaisesti; tällöin öljyillä on oltava seuraavat ominaisuudet edellä mainitun asetuksen liitteessä XIII esitetyn menetelmän mukaisesti laboratoriossa tehdyn neutraloinnin ja värinpoiston jälkeen:

— K_{270}-ekstinktiokerroin on enintään 1,20;

— ekstinktiokertoimen poikkeama (ΔK) on 270 nanometrin alueella suurempi kuin 0,01, mutta enintään 0,16

ΔK	$= K_m - 0{,}5\ (K_{m-4} + K_{m+4})$
K_m	on ekstinktiokerroin absorptiokäyrän maksimin aallonpituudella 270 nanometrin alueella,
K_{m-4} et K_{m+4}	ovat ekstinktiokertoimia aallonpituuksilla, jotka ovat 4 nm lyhyempiä tai pidempiä kuin K_m;

4) aistein todettavat ominaisuudet paljastavat hyväksyttävyysrajan ylittäviä virheitä ja asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteen XII mukaisen aistinvaraisen arvioinnin tulos on pienempi kuin 3,5.

5) Stigmastadieenien pitoisuus on enintään 0,50 mg/kg.

II. Alanimikkeessä 1509 10 90 "neitsytöljyllä" tarkoitetaan oliiviöljyä, jolla on seuraavat ominaisuudet:

a) happopitoisuus oleiinihappona ilmaistuna on enintään 3,3 g/100 g;

b) peroksidiluku on enintään 20 mekv aktiivista happea kilogrammaa kohti;

c) vahapitoisuus on enintään 250 mg/kg;

d) haihtuvien halogeeniliuottimien pitoisuus on enintään 0,20 mg/kg kaikkien osalta ja enintään 0,10 mg/kg yhden liuottimen osalta;

e) K_{270}-ekstinktiokerroin on enintään 0,25, mutta enintään 0,10 sen jälkeen, kun öljy on käsitelty aktivoidulla alumiinioksidilla;

f) ekstinktiokertoimen poikkeama (ΔK) on 270 nanometrin alueella enintään 0,01;

g) aistein todettavat ominaisuudet paljastavat ainoastaan hyväksymisrajan alittavia virheitä, ja asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteen XII mukaisen aistinvaraisen arvioinnin tulos on vähintään 3,5.

h) erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on enintään 4,5 prosenttia;

ij) triglyseridien 2-asemassa olevien tyydyttyneiden rasvahappojen pitoisuus on enintään 1,3 prosenttia;

k) transoleiini-isomeerien yhteispitoisuus on enintään 0,05 prosenttia sekä translinoli- ja translinoleeni-isomeerien yhteispitoisuus enintään 0,05 prosenttia;

l) stigmastadieenien pitoisuus on enintään 0,15 mg/kg.

C. Alanimikkeeseen 1509 90 kuuluu oliiviöljy, joka on valmistettu käsittelemällä alanimikkeeseen 1509 10 10 ja/tai 1509 10 90 kuuluvia oliiviöljyjä, myös jos siihen on sekoitettu neitsytoliiviöljyä, ja jolla on seuraavat ominaisuudet:

a) happopitoisuus oleiinihappona ilmaistuna on enintään 1,5 g/100 g;

b) vahapitoisuus on enintään 350 mg/kg;

c) K_{270}-ekstinktiokerroin on enintään 1,0;

d) ekstinktiokertoimen poikkeama (ΔK) on 270 nanometrin alueella enintään 0,13;

e) erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on enintään 4,5 prosenttia;

f) triglyseridien 2-asemassa olevien tyydyttyneiden rasvahappojen pitoisuus on enintään 1,5 prosenttia;

g) transoleiini-isomeerien yhteispitoisuus on enintään 0,20 prosenttia sekä translinoli- ja translinoleeni-isomeerien yhteispitoisuus enintään 0,30 prosenttia.

D. Alanimikkeessä 1510 00 10 "raaoilla öljyillä" tarkoitetaan öljyjä, erityisesti uutettuja oliiviöljyjä, joilla on seuraavat ominaisuudet:

a) happopitoisuus oleiinihappona ilmaistuna on vähintään 2 g/100 g;

b) erytrodioli- ja uvaolipitoisuus on vähintään 12 prosenttia;

c) triglyseridien 2-asemassa olevien tyydyttyneiden rasvahappojen pitoisuus on enintään 1,8 prosenttia;

d) transoleiini-isomeerien yhteispitoisuus on enintään 0,20 prosenttia sekä translinoli- ja translinoleeni-isomeerien yhteispitoisuus enintään 0,10 prosenttia.

E. Alanimikkeeseen 1510 00 90 kuuluvat öljyt, jotka on valmistettu käsittelemällä alanimikkeeseen 1510 00 10 kuuluvia öljyjä, myös jos niihin on sekoitettu neitsytoliiviöljyä, sekä öljyt, joilla ei ole 2 B, 2 C ja 2 D lisähuomautuksessa mainittuja ominaisuuksia. Tähän alanimikkeeseen kuuluvien öljyjen triglyseridien 2-asemassa olevien tyydyttyneiden rasvahappojen pitoisuus saa olla enintään 2,0 prosenttia, transoleiini-isomeerien yhteispitoisuuden tulee olla pienempi kuin 0,40 prosenttia sekä translinoli- ja translinoleeni-isomeerien yhteispitoisuuden pienempi kuin 0,35 prosenttia.

3. Alanimikkeisiin 1522 00 31 ja 1522 00 39 eivät kuulu:

a) rasvapitoisten aineiden käsittelyssä syntyvät jätteet, joissa olevan öljyn jodiluku asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteessä XVI määrätyn menetelmän mukaisesti määritettynä on pienempi kuin 70 tai suurempi kuin 100;

b) rasvapitoisten aineiden käsittelyssä syntyvät jätteet, joissa olevan öljyn jodiluku on 70—100, mutta jossa asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteen V mukaisesti määritetyn sellaisen huipun pinta-ala, jonka retentioaika on sama kuin beetasitosterolilla (1), on pienempi kuin 93,0 prosenttia sterolihuippujen kokonaispinta-alasta.

4. Edellä mainittujen tuotteiden ominaisuuksien määrittämiseen käytettävät analyyttiset menetelmät määrätään asetuksen (ETY) N:o 2568/91 liitteissä.

---

(1) Delta-5,23-stigmastadienoli + klerosteroli + beetasitosteroli + sitostanoli + delta-5-avenasteroli + delta-5,24-stigmastadienoli."