I

(Actes dont la publication est une condition de leur applicabilité)

RÈGLEMENT (CE) N° 656/95 DE LA COMMISSION

du 28 mars 1995

modifiant le règlement (CEE) n° 2568/91 relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes et le règlement (CEE) n° 2658/87 du Conseil relatif à la nomenclature tarifaire et statistique et au tarif douanier comum

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu le règlement n° 136/66/CEE du Conseil, du 22 septembre 1966, portant établissement d'une organisation commune des marchés dans le secteur des matières grasses (1), modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 3179/93 (2), et notamment son article 35 *bis*,

vu le règlement (CEE) n° 2658/87 du Conseil, du 23 juillet 1987, relatif à la nomenclature tarifaire et statistique et au tarif douanier commun (3), modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 3330/94 de la Commission (4), et notamment son article 9 ;

considérant que le règlement (CEE) n° 2568/91 de la Commission (5), modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 2632/94 (6) a défini les caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi que les méthodes d'analyse y afférentes ; que le règlement (CEE) n° 2568/91 a, en outre, modifié les notes complémentaires 2, 3 et 4 du chapitre 15 de la nomenclature combinée figurant à l'annexe I du règlement (CEE) n° 2658/87 ;

considérant que, en raison des développements de la recherche, il convient d'adapter les caractéristiques des huiles d'olive telles que définies par le règlement (CEE) n° 2568/91 de manière à mieux assurer la pureté des produits comercialisés et de prévoir la méthode d'analyse y afférente ;

considérant que, compte tenu de l'expérience acquise, certaines adaptations de la méthode de détermination de la trilinoléine s'avèrent nécessaires ; que, d'autres part, dans le but de poursuivre l'harmonisation avec les normes internationales du Conseil oléicole international, il parait opportun d'ajuster certaines valeurs limites relatives aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ;

considérant que, les modifications des caractéristiques des huiles d'olives visées rendent nécessaire la modification des notes complémentaires 2, 3 et 4 du chapitre 15 de la nomenclature combinée précitée ;

considérant que, pour permettre une période d'adaptation aux nouvelles normes et la mise en place des moyens nécessaires à leur application et pour ne pas causer des perturbations dans les transactions commerciales, il convient de reporter d'environ deux mois l'entrée en vigueur du présent règlement ainsi que de prévoir une période limitée pour l'écoulement de l'huile conditionnée avant son entrée en vigueur ;

considérant qu'il convient de modifier en conséquence les règlements (CEE) n° 2658/87 et (CEE) n° 2568/91, dont l'annexe XIV a modifié lesdites notes complémentaires ;

considérant que les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du comité de gestion des matières grasses,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

Article premier

Le règlement (CEE) n° 2568/91 est modifié comme suit.

1) À l'article 2, le tiret suivant est ajouté :

« — pour la détermination des stigmastadiènes, la méthode reprise à l'annexe XVII. »

2) Les annexes sont modifiées conformément à l'annexe I du présent règlement.

(1) JO n° 172 du 30. 9. 1966, p. 3025/66.
(2) JO n° L 285 du 20. 11. 1993, p. 9.
(3) JO n° L 256 du 7. 9. 1987, p. 1.
(4) JO n° L 350 du 31. 12. 1994, p. 51.
(5) JO n° L 248 du 5. 9. 1991, p. 1.
(6) JO n° L 280 du 29. 10. 1994, p. 43.

Article 2

Les notes complémentaires 2, 3 et 4 du chapitre 15 de la nomenclature combinée figurant à l'annexe I du règlement (CEE) n° 2658/87 sont remplacées par le texte figurant à l'annexe II du présent règlement.

Article 3

Le présent règlement entre en vigueur le soixantième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes.*

Il ne s'applique pas aux huiles d'olive et de grignons d'olive conditionnées avant la date de son entrée en vigueur et commercialisées jusqu'à la fin du dixième mois suivant ladite entrée en vigueur.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 28 mars 1995.

Par la Commission

Franz FISCHLER

Membre de la Commission

ANNEXE I

1. Au sommaire des annexes du règlement (CEE) n° 2568/91, le titre suivant est ajouté :

« Annexe XVII : Méthode de détermination des stigmastadiènes dans les huiles végétales ..... 84 ».

2. L'annexe I est remplacée par les tableaux et le texte suivants :

« *ANNEXE I*

CARACTÉRISTIQUES DES HUILES D'OLIVE

Catégorie	Acidité (%)	Indice de peroxyde mEq O_2/kg	Solvants halogénés mg/kg (1)	Cires mg/kg	Acides saturés en position 2 du triglycéride (%)	Stigmastadiène (2) mg/kg	Érythrodiol et uvaol (%)	Trilinoléine (%)	Cholestérol (%)	Brassicastérol (%)	Campestérol (%)	Stigmastérol (%)	Bêta-sitostérol (3) (%)	Delta-7-Stigmastérol (%)	Stérols totaux (mg/kg)
1. Huile d'olive vierge extra	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	< Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
2. Huile d'olive vierge	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	< Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
3. Huile d'olive vierge courante	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	< Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
4. Huile d'olive vierge lampante	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. Huile d'olive raffinée	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	< Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
6. Huile d'olive	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	< Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1000
7. Huile de grignons d'olive brute	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. Huile de grignons d'olive raffinée	M 0,5	M 5	M 0,20	—	M 2,0		m 12	M 0,6	M 0,5	M 0,1	M 4,0	< Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1800
9. Huile de grignons d'olive	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	< Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1600

M = maximum ; m = minimum.

(1) Limite maximale totale pour les composés détectés par détecteur à capture d'électrons.
Pour les composants détectés individuellement, la limite maximale est de 0,10 mg/kg.

(2) Somme des isomères qui ont (ou pas) être séparés par colonne capillaire.

(3) (Delta-5,23-Stigmastadiénol + Chlérostérol + Sitostérol + Sitostanol + Delta-5-Avénastérol + Delta-5-Avénastérol + Delta-5,24-Stigmastadiénol).

Note :

il suffit qu'une seule caractéristique ne soit pas conforme aux valeurs indiquées pour que l'huile soit refusée.

Catégorie	Teneur en acides						Sommes des Isomères transoléiques	Sommes des Isomères Translinoléiques + translinoléniques %	K_{232}	K_{270}	K_{270} après alumine	Delta-K	Panel test
	Myristique %	Linolénique %	Arachidique %	Eicosénique %	Béhénique %	Lignocérique %							
1. Huile d'olive vierge extra	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. Huile d'olive vierge	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. Huile d'olive vierge courante	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. Huile d'olive vierge lampante	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. Huile d'olive raffinée	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. Huile d'olive	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. Huile de grignons d'olive brute	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. Huile de grignons d'olive raffinée	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. Huile de grignons d'olive	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 = maximum ; m = minimum.

Note :

Aux fins de l'établissement de la pureté, lorsque le K_{270} dépasse la limite de la catégorie concernée, il faut procéder à la détermination du K_{270} après passage sur alumine. »

3. La note 5 de l'annexe VIII est remplacée par le texte suivant :

« *Note 5* :

Pour les huiles vierges lampantes et pour les huiles de grignons d'olive brutes, en vue d'obtenir une bonne séparation du pic de la trilinoléine de ceux adjacents ou d'éventuelles substances interférentes, il faut purifier les huiles au préalable conformément à la méthode suivante :

Faire absorber 200 µl d'huile, sans les diluer, sur une petite colonne de silice pour extraction de liquide-solide (type SEP PAK silica cartridge-waters part. n° 51 900).

Les triglycérides sont élués avec 20 ml d'hexane anhydre pour HPLC, en un temps maximum de 20 secondes.

Le produit élué est séché dans un courant d'azote et repris en isopropanol ou acétone (5 ml). On injecte 10-20 µl en HPLC. Il faut contrôler que la composition en acides gras de l'huile est la même avant et après la purification, dans les limites d'erreur de la méthode analytique adoptée. »

4. L'annexe XVII suivante est ajoutée :

« *ANNEXE XVII*

MÉTHODE DE DÉTERMINATION DES STIGMASTADIÈNES DANS LES HUILES VÉGÉTALES

1. OBJET

Détermination des stigmastadiènes dans les huiles végétales contenant de faibles concentrations de ces hydrocarbures, en particulier dans les huiles d'olive vierge et les huiles de grignons d'olive.

2. CHAMP D'APPLICATION

La méthode est utilisable pour toutes les huiles végétales, mais les mesures ne sont fiables que lorsque la teneur en hydrocarbures est comprise entre 0,01 et 4 mg/kg. Cette méthode est particulièrement adaptée pour détecter la présence d'huiles végétales raffinées (olive, grignons d'olive, tournesol, palme, etc) dans l'huile d'olive vierge, étant donné que les huiles raffinées contiennent des stigmastadiènes, alors que les huiles vierges n'en contiennent pas.

3. PRINCIPE

Isolement de l'insaponifiable. Séparation de la fraction d'hydrocarbures stéroïdes par chromatographie sur colonne sur gel de silice et analyse par chromatographie capillaire en phase gazeuse.

4. APPAREILLAGE

4.1. Flacons appropriés de 250 millilitres avec condenseur à reflux.

4.2. Ampoules à décanter de 500 millilitres.

4.3. Flacons à fond rond de 100 millilitres.

4.4. Évaporateur rotatif.

4.5. Colonne de chromatographie en verre (de 1,5 à 2,0 centimètres de diamètre interne sur 50 centimètres de longueur) avec bouchon en Teflon et tampon de laine de verre ou disque de verre fritté dans le fond. Pour préparer la colonne de gel de silice, verser de l'hexane dans la colonne de chromatographie sur une hauteur d'environ 5 centimètres, puis compléter avec une suspension de gel de silice dans de l'hexane (15 grammes dans 40 millilitres) en utilisant des fractions d'hexane. Laisser reposer, puis soumettre à de légères vibrations. Ajouter du sulfate de sodium anhydre sur environ 0,5 centimètre de hauteur, puis éluer l'hexane en excès.

4.6. Appareil de chromatographie en phase gazeuse avec détecteur d'ionisation à flamme, injecteur-diviseur ou sur colonne refroidie (« on -column ») et four programmable à ± 1 °C près.

4.7. Colonne capillaire en silice fondue pour chromatographie en phase gazeuse (0,25 ou 0,5 millimètre de diamètre interne sur 25 mètres de longueur) recouvertes d'une phase de phénylméthylsilicone à 5 % formant un film de 0,25 micron d'épaisseur.

Remarque 1.

Il est possible d'utiliser d'autres colonnes de polarité similaire ou inférieure.

4.8. Intégrateur-enregistreur permettant une intégration de vallée à vallée.

4.9. Microseringue de 5 à 10 µl (microlitres) pour chromatographie en phase gazeuse avec aiguille cémentée.

4.10. Chauffe-ballon électrique ou plaque chauffante.

5. RÉACTIFS

Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être purs. Il convient d'utiliser de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins équivalente.

5.1. Hexane ou mélange d'alcanes de point d'ébullition compris entre 65 et 70 °C, distillés à l'aide d'une colonne de fractionnement.

Remarque 2.

Le solvant doit être distillé pour éliminer les impuretés.

5.2. Éthanol à 96 v/v.

5.3. Sulfate de sodium anhydre.

5.4. Solution d'hydroxyde de potassium alcoolique à 10 %. Ajouter 10 millilitres d'eau à 50 grammes d'hydroxyde de potassium, mélanger, puis dissoudre le mélange dans de l'éthanol jusqu'à obtention de 500 millilitres de solution.

Remarque 3.

La potasse alcoolique brunit au repos. Elle doit être préparée fraîchement chaque jour et conservée dans des flacons en verre brun bin fermés.

5.5. Gel de silice 60 pour colonne de chromatographie, maille 70 à 230 (Merck réf. 7734 ou similaire).

Remarque 4.

En général, le gel de silice peut être utilisé directement tel qu'il se présente dans le conteneur, sans traitement préalable. Toutefois, certains lots de silice peuvent présenter une faible activité, ce qui se traduit par une mauvaise séparation chromatographique. Dans ce cas, il convient de traiter le gel de silice de la façon suivante : désactiver le gel de silice en le chauffant à 550 °C pendant 4 heures au minimum. Après chauffage, placer le gel de silice dans un déssicateur jusqu'à refroidissement, puis le transvaser dans un flacon fermé. Ajouter 2 % d'eau et secouer jusqu'à disparition des grumeaux et obtention d'une poudre flottant librement. Si certains lots de gel de silice donnent des chromatogrammes présentant des pics parasites, le gel de silice doit être traité comme indiqué ci-dessus. Une autre solution consiste à utiliser un autre gel de silice pur (Merck, réf. 7754).

5.6. Solution mère (200 ppm) de cholesta-3,5-diène (Sigma, pureté de 99 %) dans de l'hexane. (10 milligrammes dans 50 millilitres).

5.7. Solution standard de cholesta-3,5-diène dans de l'hexane à une concentration de 20 ppm, obtenue par dilution de la solution précédente.

Remarque 5.

Conservées à une température inférieure à 4 °C, les solutions désignées aux points 5.6 et 5.7 se conserveront pendant au moins 4 mois.

5.8. Solution de n-nonacosane dans de l'hexane à une concentration d'environ 100 ppm.

5.9. Gaz vecteur pour la chromatographie : hélium ou hydrogène d'une pureté de 99,9990 %.

5.10. Gaz auxiliaires pour le détecteur d'ionisation à flamme : hydrogène d'une pureté de 99,9990 % et air purifié.

6. MÉTHODE

6.1. **Préparation de l'insaponifiable :**

6.1.1. Peser 20 ± 0,1 grammes d'huile dans un flacon de 250 millilitres (point 4.1), ajouter 1 millilitre de la solution standard de cholesta-3,5-diène (20 microgrammes) et 75 millilitres de potasse alcoolique à 10 %, mettre en place le condenseur à reflux et chauffer en maintenant en légère ébullition pendant 30 minutes. Éloigner le flacon contenant l'échantillon de la source de chaleur et laisser refroidir légèrement (ne pas laisser refroidir complètement, sinon l'échantillon figerait). Ajouter 100 millilitres d'eau et transvaser la solution dans une ampoule à décanter (point 4.2) avec 100 millilitres d'hexane. Secouer le mélange énergiquement pendant 30 secondes et laisser les différentes couches se former.

Remarque 6.

S'il se forme une émulsion qui ne disparaît pas rapidement, ajouter de petites quantités d'éthanol.

6.1.2. Transférer la phase aqueuse du dessous dans une seconde ampoule à décanter et extraire à nouveau avec 100 millilitres d'hexane. Récupérer à nouveau la phase inférieure et laver les extraits d'hexane (regroupés dans une autre ampoule à décanter) trois fois avec chaque fois 100 millilitres d'un mélange éthanol-eau (1 : 1) jusqu'à obtention d'un pH neutre.

6.1.3. Faire passer la solution d'hexane sur du sulfate de sodium anhydre (50 grammes), laver avec 20 millilitres d'hexane et faire sécher dans un évaporateur rotatif à 30 °C et à une faible pression.

6.2. **Séparation de la fraction d'hydrocarbures stéroïdes :**

6.2.1. Placer le résidu dans la colonne de fractionnement avec deux fractions d'1 millilitre d'hexane, faire s'écouler l'échantillon le long de la colonne en amenant le niveau de la solution au-dessus du sulfate de sodium et commencer l'élution chromatographique avec l'hexane à un débit de 1 millilitre par minute environ. Éliminer le premier éluat de 25 à 30 millilitres, puis recueillir la fraction de 40 millilitres suivante. Ensuite, transférer cette fraction dans un flacon à fond rond de 100 millilitres (point 4.3).

Remarque 7.

La première fraction contient les hydrocarbures saturés (figure 1a) et la seconde, les hydrocarbures stéroïdes. En poursuivant l'élution, on obtient du squalène et des composés apparentés. Pour obtenir une bonne séparation entre les hydrocarbures saturés et les hydrocarbures stéroïdes, le volume des fractions doit être optimal. À cet effet, il convient d'ajuster le volume de la première fraction de manière que, lors de l'analyse de la seconde fraction, les pics représentant les hydrocarbures saturés soient faibles (figure 1c) ; si ces pics ne se forment pas, mais que l'intensité du pic standard est faible, il faut réduire le volume. En tout état de cause, il est inutile de séparer complètement les composants de la première et de la seconde fractions, étant donné qu'il n'y a pas de chevauchement des pics lors de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse si les conditions de la CG sont ajustées conformément au point 6.3.1. En général, il est inutile d'optimaliser le volume de la seconde fraction car on obtient une bonne séparation avec les composants suivants. Quoi qu'il en soit. la formation d'un grand pic à un temps de rétention inférieur d'environ 1,5 minute à celui du pic standard est due au squalène et témoigne d'une mauvaise séparation.

6.2.2. Faire évaporer la seconde fraction dans un évaporateur à 30 °C et à une faible pression jusqu'à séchage, puis dissoudre immédiatement le résidu dans 0,2 millilitre d'hexane. Conserver la solution au réfrigérateur jusqu'à analyse.

Remarque 8.

Les résidus désignés aux points 6.1.3 et 6.2.2 ne doivent pas être conservés secs et à température ambiante. Dès leur obtention, il convient d'ajouter le solvant et de conserver les solutions au réfrigérateur.

6.3. **Chromatographie en phase gazeuse**

6.3.1. Conditions opératoires applicables à l'injection :

— température de l'injecteur : 300 °C,

— température du détecteur : 320 °C,

— intégrateur-enregistreur : les paramètres d'intégration doivent être fixés de manière à permettre une évaluation correcte des aires. Le mode d'intégration de vallée à vallée est recommandé,

— sensibilité : environ 16 fois l'atténuation minimale,

— quantité de solution injectée : 1 microlitre,

— températures de programmation du four : température initiale de 235 °C pendant 6 minutes, puis élévation de 2 °C par minute jusqu'à 285 °C,

— injecteur avec diviseur de débit 1 : 15,

— vecteur : hélium ou hydrogène à une pression d'environ 120 kPa.

Ces conditions peuvent être modifiées en fonction des caractéristiques du chromatographe et de la colonne, de manière que les chromatogrammes répondent aux exigences suivantes : formation du pic standard interne à plus ou moins 5 minutes du temps indiqué au point 6.3.2 ; le pic standard interne doit s'étirer sur au moins 80 % de l'échelle totale.

Il y a lieu de vérifier le système de chromatographie en phase gazeuse en injectant un mélange de solution mère de cholestadiène (point 5.6) et de solution de n-nonacosane (point 5.8). Le pic du cholesta-3,5-diène doit se former avant celui du n-nonacosane (figure 1c) ; si cela ne se produit pas, deux mesures peuvent être prises : réduire la température du four et/ou utiliser une colonne moins polaire.

6.3.2. Identification des pics

Le pic standard interne se forme à environ 19 minutes et le stigmasta-3,5-diène à un temps de rétention relatif d'environ 1,29 (voir figure 1b). Le stigmastadiène s'accompagne de faibles quantités d'isomère et, généralement, ils produisent un pic chromatographique unique. Néanmoins, si la colonne est trop polaire ou si elle présente un grand pouvoir de résolution, l'isomère peut former un petit pic avant celui du stigmasta-3,5-diène et très près de lui (figure 2). Pour garantir que les stigmastadiènes produisent un pic unique, il est conseillé de remplacer la colonne par une autre moins polaire ou à diamètre interne plus large.

Remarque 9.

La méthode de détermination des hydrocarbures stéroïdes appliquée à l'analyse d'une huile végétale raffinée permet d'obtenir un pic témoin pour les stigmastadiènes. La substance fait apparaître un pic de hauteur appréciable, facilement identifiable.

6.3.3. Analyse quantitative

La teneur en stigmastadiène est déterminée par la formule suivante :

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

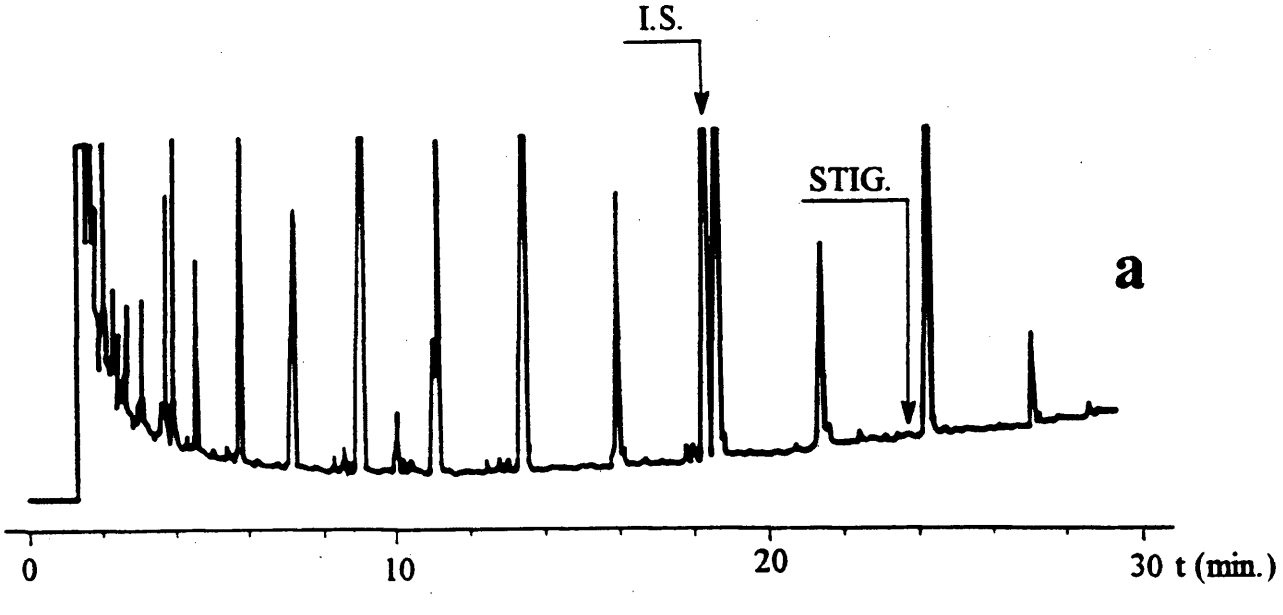
où : A_s = aire du pic de stigmastadiène (si le pic est résolu en deux isomères, somme des aires des deux isomères).

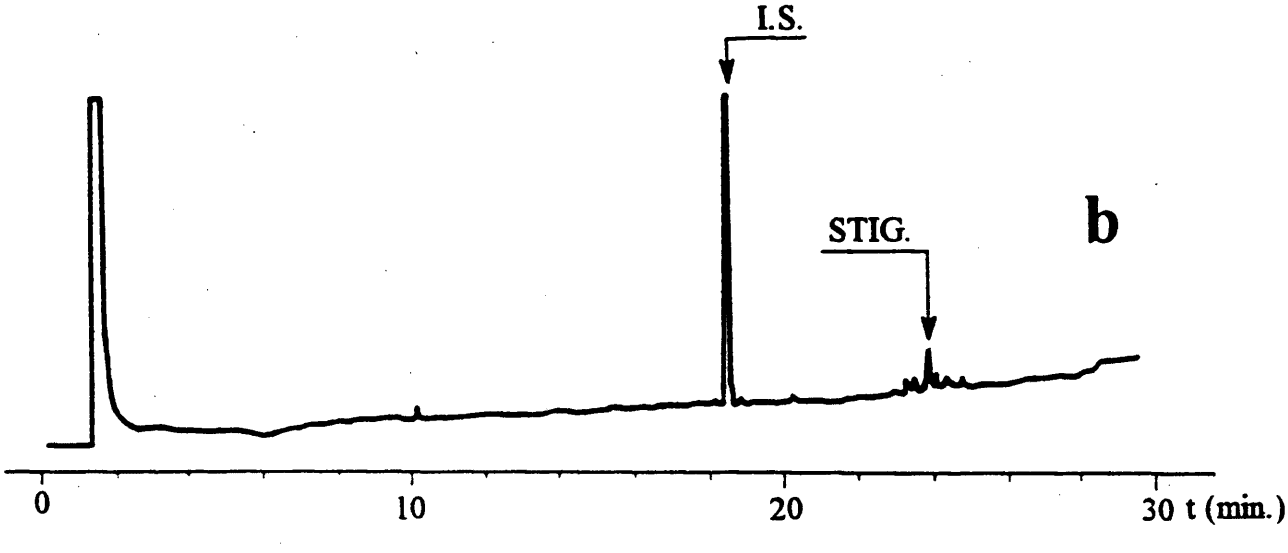
A_c = aire du standard interne (cholestadiène).

M_c = masse de standard ajoutée, en microgrammes.

M_o = masse d'huile prélevée, en grammes.

Limite de détection : 0,01 mg/kg environ. »





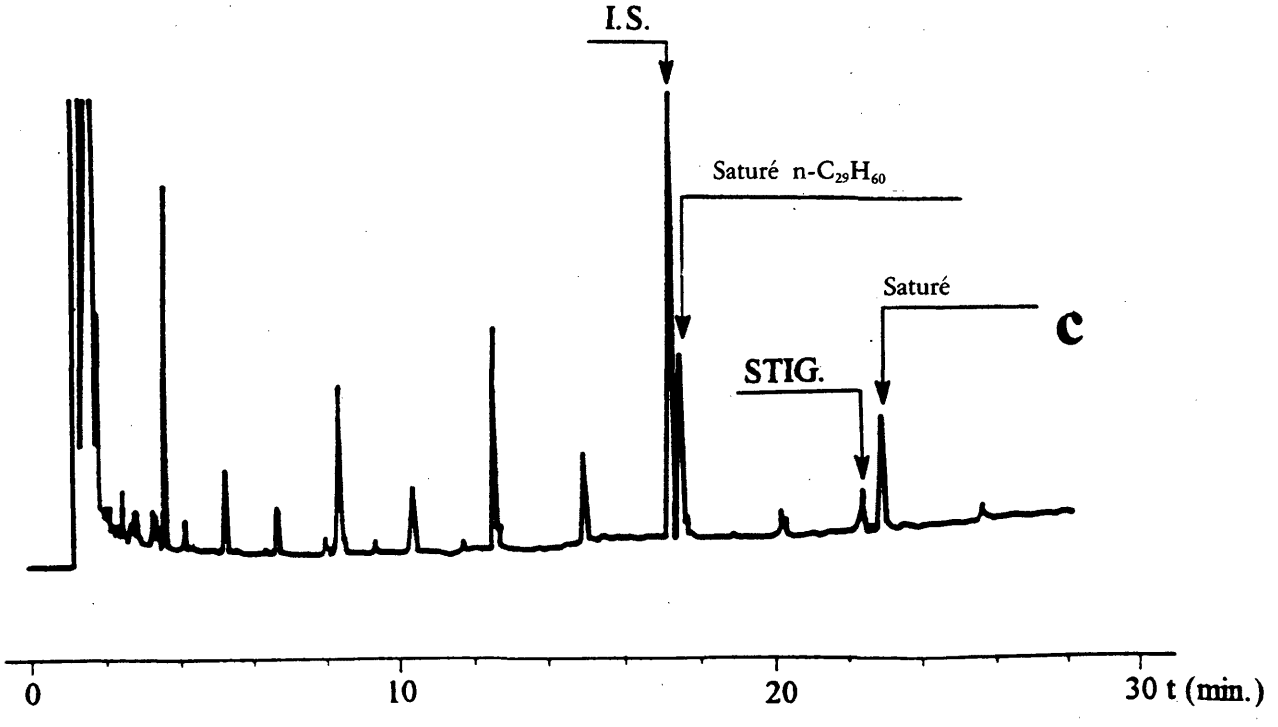


Figure 1

Chromatogrammes (chromatographie en phase gazeuse) obtenus par analyse d'échantillons d'huile d'olive sur une colonne capillaire en silice fondue (0,25 millimètre de diamètre interne sur 25 mètres de longueur) recouverte d'un film de 0,25 micron d'épaisseur de phénylméthylsilicone à 5 %.

a) Première fraction (30 millilitres) d'une huile vierge, éluée avec le standard.

b) Seconde fraction (40 millilitres) d'une huile d'olive contenant 0,10 mg/kg de stigmastadiènes.

c) Seconde fraction (40 millilitres) contenant une petite proportion de la première fraction.

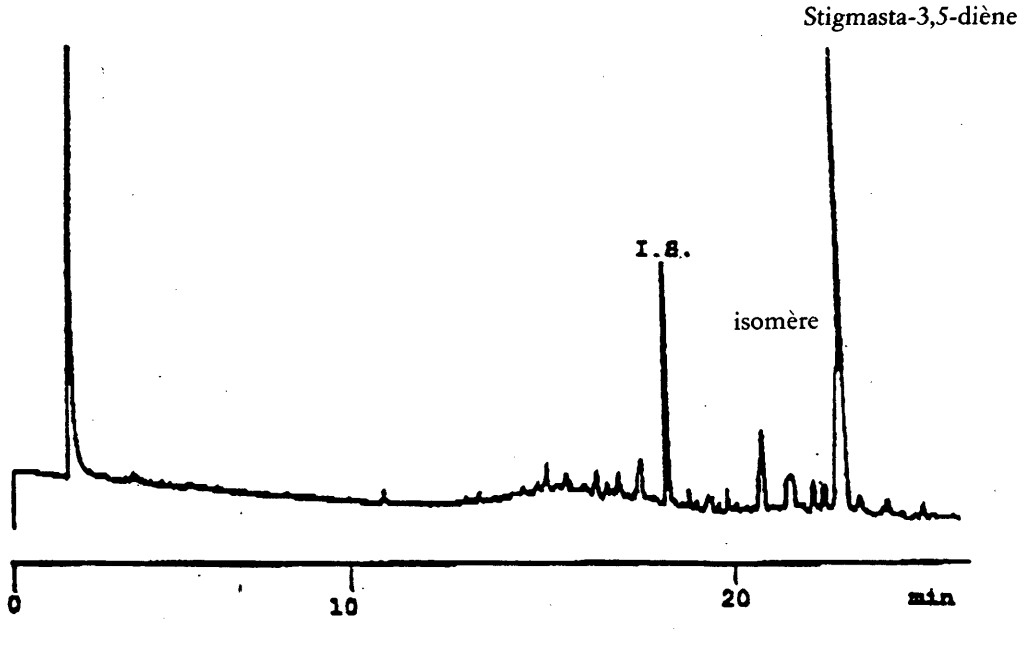


Figure 2

Chromatogramme en phase gazeuse obtenu à partir d'un échantillon d'huile d'olive raffinée analysé sur une colonne DB-5 sur laquelle figure l'isomère de stigmasta-3,5-diène.

ANNEXE II

« 2. A. Ne relèvent des n°s 1509 et 1510 que les huiles provenant exclusivement du traitement des olives et dont les caractéristiques analytiques relatives aux teneurs en acides gras et en stérols sont les suivantes :

Tableau I

Teneur en acides gras en pourcentage des acides gras totaux

Acides gras	Pourcentages
Acide myristique	M 0,05
Acide linolénique	M 0,9
Acide arachidique	M 0,6
Acide eicosénique	M 0,4
Acide béhénique (1)	M 0,3
Acide lignocérique	M 0,2

M = maximum.

(1) M 0,2 pour les huiles du n° 1509.

Tableau II

Teneur en stérols en pourcentage des stérols totaux

Stérols	Pourcentages
Cholestérol	M 0,5
Brassicastérol (1)	M 0,1
Campestérol	M 4,0
Stigmastérol (2)	< Campestérol
Bêta-sistérol (3)	m 93,0
Delta-7-Stigmastérol	M 0,5

m = minimum.

M = maximum.

(1) M 0,2 jusqu'au 31 octobre 1995.

(2) Condition non valable pour les huiles d'olive vierges lampantes (sous-position 1509 10 10) et pour les huiles de grignons d'olive brutes (sous-position 1510 00 10).

(3) Delta-5,23-stigmastadiénol + chlérostérol + bêta-sitostérol + sitostanol + delta-5-avénastérol + delta-5,24-stigmastadiénol.

Ne relèvent pas des n°s 1509 et 1510 les huiles d'olives modifiées chimiquement (notamment les huiles réestérifiées) et les mélanges d'huile d'olive avec des huiles d'une autre nature. La présence d'huile d'olive réestérifiée ou d'huiles d'une autre nature est établie à l'aide des méthodes indiquées dans les annexes V, VII, X A et X B du règlement (CEE) n° 2568/91.

B. Ne relèvent de la sous-position 1509 10 que les huiles d'olive définies aux points I et II ci-après obtenues uniquement par des procédés mécaniques, ou par d'autres procédés physiques, dans des conditions, notamment thermiques, n'altérant pas l'huile, et qui n'ont subi d'autres traitements que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. Les huiles obtenues à partir de l'olive à l'aide de solvants relèvent du n° 1510.

I. Est considérée comme "huile d'olive vierge lampante", au sens de la sous-position 1509 10 10, quelle que soit son acidité, l'huile présentant :

a) une teneur en cires non supérieure à 350 mg/kg ;

b) une teneur en érythrodiol et uvaol non supérieure à 4,5 % ;

c) un contenu en acides gras saturés dans la position 2 des triglycérides non supérieur à 1,3 % ;

d) la somme des isomères transoléiques non supérieure à 0,10 % et la somme des isomères translinoléiques + transoléiques non supérieure à 0,10 %

et

e) une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

1) un nombre de peroxyde égal ou supérieur à 20 mEq d'oxygène actif/kg ;

2) une teneur en solvants halogénés volatils totaux égale ou supérieure à 0,2 mg/kg ou égale ou supérieure à 0,1 mg/kg pour au moins l'un d'entre eux ;

3) un coefficient d'extinction K_{270} égal ou supérieur à 0,25 et, après traitement de l'huile sur alumine activée, non supérieur à 0,11 ; en effet, certaines huiles ayant une teneur en acides gras libres, exprimée en acide oléique, supérieure à 3,3 g par 100 g peuvent avoir, après passage sur alumine activée, conformément à la méthode indiquée dans l'annexe IX du règlement (CEE) n° 2568/91, un coefficient d'extinction K_{270} supérieur à 0,10 ; dans ce cas, après neutralisation et décoloration effectuées en laboratoire, conformément à la méthode reprise à l'annexe XIII du règlement précité, elles doivent avoir les caractéristiques suivantes :

— un coefficient d'extinction K_{270} non supérieur à 1,20,

— une variation (ΔK) du coefficient d'extinction au voisinage de 270 nm supérieure à 0,01 et non supérieure à 0,16, soit :

ΔK	$= K_m - 0{,}5\ (K_{m-4} + K_{m+4})$
K_m	désigne le coefficient d'extinction à la longueur d'onde du maximum de la courbe d'absorption au voisinage de 270 nm,
K_{m-4} et K_{m+4}	désignent les coefficients d'extinction aux longueurs d'onde inférieure et supérieure de 4 nm à celle de K_m ;

4) des caractéristiques organoleptiques faisant apparaître des défauts perceptibles avec une intensité supérieure à la limite d'acceptabilité, avec un résultat d'analyse sensorielle inférieur à 3,5 conformément à l'annexe XII du règlement (CEE) n° 2568/91.

5) une teneur en stigmastadiènes non supérieure à 0,50 mg/kg.

II. Est considérée comme « autre huile d'olive vierge », au sens de la sous-position 1509 10 90, l'huile d'olive qui représente les caractéristiques suivantes :

a) une acidité, exprimée en acide oléique, non supérieure à 3,3 g/100 g ;

b) un nombre de peroxyde non supérieur à 20 mEq d'oxygène actif/kg ;

c) une teneur en cires non supérieure à 250 mg/kg ;

d) une teneur en solvants halogénés volatils totaux non supérieure à 0,2 mg/kg et pour chacun d'eux une teneur non supérieure à 0,1 mg/kg ;

e) un coefficient d'extinction K_{270} non supérieur à 0,25 et, après passage de l'huile sur alumine activée, non supérieur à 0,10 ;

f) une variation du coefficient d'extinction (ΔK) au voisinage de 270 nm non supérieure à 0,01 ;

g) des caractéristiques organoleptiques faisant même apparaître des défauts perceptibles avec une intensité inférieure à la limite d'acceptabilité, avec un résultat d'analyse sensorielle égal ou supérieur à 3,5 conformément à l'annexe XII du règlement (CEE) n° 2568/91 ;

h) une teneur en érythrodiol et uvaol non supérieure à 4,5 % ;

ij) un contenu d'acides gras saturés dans la position 2 des triglycérides non supérieur à 1,3 % ;

k) la somme des isomères transoléiques non supérieure à 0,05 % et la somme des isomères translinoléiques + translinoléniques non supérieure à 0,05 % ;

l) une teneur en stigmastadiènes non supérieure à 0,15 mg/kg.

C. Relève de la sous-position 1509 90 l'huile d'olive obtenue par traitement des huiles relevant des sous-positions 1509 10 10 et/ou 1509 10 90, même coupée d'huile d'olive vierge, et qui présente les caractéristiques suivantes :

a) une acidité, exprimée en acide oléique, non supérieure à 1,5 g/100 g ;

b) une teneur en cires non supérieure à 350 mg/kg ;

c) un coefficient d'extinction K_{270} non supérieur à 1,0 ;

d) une variation du coefficient d'extinction (ΔK) au voisinage de 270 nm non supérieure à 0,13 ;

e) une teneur en érythrodiol et uvaol non supérieure à 4,5 % ;

f) un contenu en acides gras saturés dans la position 2 des triglycérides non supérieur à 1,5 % ;

g) la somme des isomères transoléiques non supérieure à 0,20 % et la somme des isomères translinoléiques + translinoléniques non supérieure à 0,30 %.

D. Sont considérées comme « huiles brutes », au sens de la sous-position 1510 00 10, les huiles, notamment les huiles de grignons d'olive, qui présentent les caractéristiques suivantes :

a) une acidité, exprimée en acide oléique, égale ou supérieure à 2 g/100 g ;

b) une teneur en érythrodiol et uvaol égale ou supérieure à 12 % ;

c) un contenu d'acides gras saturés dans la position 2 des triglycérides non supérieur à 1,8 % ;

d) la somme des isomères transoléiques non supérieure à 0,20 % et la somme des isomères translinoléiques + translinoléniques non supérieure à 0,10 %.

E. Relèvent de la sous-position 1510 00 90 les huiles obtenues par traitement des huiles relevant de la sous-position 1510 00 10, même coupées l'huile d'olive vierge, ainsi que celles ne présentant pas les caractéristiques des huiles visées aux notes complémentaires 2 B, 2 C et 2 D. Les huiles de la présente sous-position doivent avoir un contenu d'acides gras saturés dans la position 2 des triglycérides non supérieur à 2,0 %, la somme des isomères transoléiques inférieure à 0,40 % et la somme des isomères translinoléiques + translinoléniques inférieure à 0,35 %.

3. Ne relèvent pas des sous-positions 1522 00 31 et 1522 00 39 :

a) les résidus provenant du traitement des corps gras contenant de l'huile dont l'indice d'iode, déterminé selon la méthode indiquée à l'annexe XVI du règlement (CEE) n° 2568/91, est inférieur à 70 ou supérieur à 100 ;

b) les résidus provenant du traitement des corps gras contenant de l'huile dont l'indice d'iode est compris entre 70 et 100, mais dont la surface du pic ayant le temps de rétention du bêta-sitostérol (1), déterminée conformément à l'annexe V du règlement (CEE) 2568/91, repésente moins de 93,0 % de la superficie totale des pics des stérols.

4. Les méthodes d'analyse à suivre pour la détermination des caractéristiques des produits en question ci-dessus sont celles prévues aux annexes du règlement (CEE) n° 2568/91.

---

(1) Delta-5,23-stigmastadiénol + chlérostérol + bêta-sitostérol + sitostanol + delta-5-avénastérol + delta-5,24-stigmastadiénol. »