I

(Veröffentlichungsbedürftige Rechtsakte)

VERORDNUNG (EG) Nr. 656/95 DER KOMMISSION

vom 28. März 1995

zur Änderung der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 über die Merkmale von Olivenölen und Oliventresterölen sowie die Verfahren zu ihrer Bestimmung und der Verordnung (EWG) Nr. 2658/87 des Rates über die zolltarifliche und statistische Nomenklatur sowie den Gemeinsamen Zolltarif

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Gemeinschaft,

gestützt auf die Verordnung Nr. 136/66/EWG des Rates vom 22. September 1966 über die Errichtung einer gemeinsamen Marktorganisation für Fette [1], zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 3179/93 [2], insbesondere auf Artikel 35a,

gestützt auf die Verordnung (EWG) Nr. 2658/87 des Rates vom 23. Juli 1987 über die zolltarifliche und statistische Nomenklatur sowie den Gemeinsamen Zolltarif [3], zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 3330/94 der Kommission [4], insbesondere auf Artikel 9,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Mit der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 der Kommission [5], zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 2632/94 [6], wurden die Merkmale von Olivenölen und Oliventresterölen festgelegt und außerdem die Anmerkungen 2, 3 und 4 in Kapitel 15 der Kombinierten Nomenklatur geändert, die in Anhang I der Verordnung (EWG) Nr. 2658/87 enthalten sind.

Aufgrund der erzielten Forschungsergebnisse sollten jetzt, damit die Reinheit der vermarkteten Erzeugnisse besser gewährleistet werden kann, die in der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 definierten Merkmale angepaßt und außerdem das anzuwendende Analyseverfahren festgelegt werden.

Der Trilinoleinnachweis ist in mehreren Punkten neu zu regeln. Damit andererseits bestimmte, die Merkmale von Olivenölen und Oliventresterölen betreffende Grenzwerte stärker an die Normen des Internationalen Olivenölrates angeglichen werden, müssen diese Grenzwerte in mehreren Fällen geändert werden.

Eine Änderung der Olivenölmerkmale erfordert eine Änderung der Anmerkungen 2, 3 und 4 in Kapitel 15 der genannten Kombinierten Nomenklatur.

Damit für die Umstellung auf die neuen Normen und ihre praktische Anwendung ausreichend Zeit zur Verfügung steht, damit außerdem im Handel keine Störungen auftreten, sollte die vorliegende Verordnung erst nach etwa zwei Monaten in Kraft gesetzt und der Absatz des vorher abgefüllten Olivenöls befristet werden.

Die Verordnungen (EWG) Nr. 2658/87 und (EWG) Nr. 2568/91, deren Anhang XIV die genannten Anmerkungen geändert hat, sind daher zu ändern.

Die in dieser Verordnung vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Verwaltungsausschusses für Fette —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

Artikel 1

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

1. In Artikel 2 wird der folgende Gedankenstrich angefügt:

   „— Stigmasterinnachweis nach dem Verfahren des Anhangs XVII".

2. Die Anhänge werden gemäß dem Anhang I der vorliegenden Verordnung geändert.

[1] ABl. Nr. 172 vom 30. 9. 1966, S. 3025/66.
[2] ABl. Nr. L 285 vom 20. 11. 1993, S. 9.
[3] ABl. Nr. L 256 vom 7. 9. 1987, S. 1.
[4] ABl. Nr. L 350 vom 31. 12. 1994, S. 51.
[5] ABl. Nr. L 248 vom 5. 9. 1991, S. 1.
[6] ABl. Nr. L 280 vom 29. 10. 1994, S. 43.

Artikel 2

Die Anmerkungen 2, 3 und 4 in Kapitel 15 der Kombinierten Nomenklatur, die in Anhang I der Verordnung (EWG) Nr. 2658/87 enthalten sind, werden gemäß Anhang II zur vorliegenden Verordnung ersetzt.

Artikel 3

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

Sie gilt nicht für Olivenöle und Oliventresteröle, die vor dem Inkrafttreten dieser Verordnung abgefüllt und bis zum Ende des folgenden zehnten Monats nach dem Inkrafttreten vermarktet werden.

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

Brüssel, den 28. März 1995

Für die Kommission

Franz FISCHLER

Mitglied der Kommission

ANHANG I

1. Im Inhaltsverzeichnis der Anhänge zu der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 wird folgender Titel angefügt:

„Anhang XVII: Bestimmung der Stigmastadiene in pflanzlichen Ölen ..... 84".

2. Anhang I erhält folgende Fassung:

„ANHANG I

MERKMALE VON OLIVENÖLEN

Kategorie	Gehalt an freien Fettsäuren %	Peroxidzahl meq O_2/kg	Halogenierte Lösungsmittel mg/kg (1)	Wachse mg/kg	Gesättigte Fettsäure in 2-Stellung der Triglyceride %	Stigmastadiene (2) mg/kg	Erythrodiol + Uvaol %	Trilinolein %	Cholesterin %	Brassicasterin %	Campesterin %	Stigmasterin %	Beta-Sitosterin (3) %	Delta-7-Stigmastenol %	Gesamtsterine mg/kg
1. Natives Olivenöl 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. Natives Olivenöl	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. Gewöhnliches natives Olivenöl	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. Lampantöl	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. Raffiniertes Olivenöl	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. Olivenöl	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. Rohes Oliventresteröl	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. Raffiniertes Oliventresteröl	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. Oliventresteröl	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 = Höchstgehalt, m = Mindestgehalt.

(1) Höchstgehalt für die Summe aller Verbindungen bei Nachweis mittels Elektroneneinfang-Detektor.
Für jede einzelne Verbindung beträgt der Höchstgehalt 0,10 mg/kg.

(2) Summe der mittels Kapillarsäule (nicht) abspaltbaren Isomere.

(3) Summe aus Delta-5,23-Stigmastadienol, Chlerosterol, Sitosterid, Sitostanol, Delta-5-Avenasterid und Delta-5,24-Stigmastadienol.

Anmerkung:

Auch wenn nur ein einziges Merkmal nicht mit dem vorgeschriebenen Grenzwert übereinstimmt, muß das Öl einer anderen Klasse zugeordnet oder als nicht seinen Reinheitskriterien entsprechend bezeichnet werden.

Kategorie	Gehalt an						Summe trans-Isomere Ölsäure	Summe trans-Isomere Linol und Linolensäure %	K_{232}	K_{270}	K_{270} nach Behandlung mit Aluminiumoxid	Delta-K	Sensorische Prüfung
	Myristinsäure %	Linolensäure %	Arachinsäure %	Eiconsensäure %	Behensäure %	Lignocerinsäure %							
1. Natives Olivenöl 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. Natives Olivenöl	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. Gewöhnliches natives Olivenöl	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. Lampantöl	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. Raffiniertes Olivenöl	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. Olivenöl	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. Rohes Oliventresteröl	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. Raffiniertes Oliventresteröl	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. Oliventresteröl	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 = Höchstgehalt, m = Mindestgehalt.

Anmerkung:

Wen K_{270} den Grenzwert der entsprechenden Kategorie überschreitet, muß zur Feststellung der Reinheit K_{270} nach Behandlung mit Aluminiumoxid bestimmt werden."

3. Anmerkung 5 zu Anhang VIII erhält folgende Fassung:

„*Anmerkung 5*:

Rohes naturreines Olivenlampantöl und rohes Oliventresteröl müssen zur Erzielung einer sauberen Trennung des Trilinoleinpeaks vom linken und rechten Nachbarpeak oder von den Peaks etwaiger Verunreinigungen zunächst gemäß folgendem Verfahren gereinigt werden:

200 µl Öl werden unverdünnt auf eine Fest-Flüssig-Extraktions-Kieselgelsäule (Type SEP PAK silica cartridge-waters part. Nr. 51900) aufgegeben.

Die Triglyzeride werden innerhalb von höchstens 20 Sekunden mit 20 ml wasserfreiem Hexan für die HPLC eluiert.

Das Eluat wird im Stickstoffstrom abgeblasen und in Isopropanol oder Aceton (5 ml) gelöst. 10 bis 20 µl davon werden der HPLC-Säule aufgegeben. Es ist darauf zu achten, daß die Zusammensetzung der Fettsäuren vor und nach der Reinigung gleich ist, wobei der Fehlergrenze des verwendeten Analyseverfahrens Rechnung getragen wird."

4. Der nachstehende Anhang XVII wird angefügt:

„*ANHANG XVII:*

METHODE ZUR BESTIMMUNG VON STIGMASTADIENEN IN PFLANZLICHEN ÖLEN

1. ZWECK

Bestimmung von Stigmastadienen in pflanzlichen Ölen, die diese Kohlenwasserstoffe nur in geringer Konzentration enthalten, insbesondere in nativen Olivenölen und rohem Oliventresteröl.

2. ANWENDUNGSBEREICH

Das Verfahren läßt sich auf alle pflanzlichen Öle anwenden. Die Bestimmungen sind allerdings nur zuverlässig bei einer Konzentration dieses Kohlenwasserstoffs von 0,01 bis 4,0 mg/kg. Die Methode eignet sich besonders zum Nachweis von raffinierten pflanzlichen Ölen (Olivenöl, Oliventresteröl, Sonnenblumenöl, Palmöl usw.) in nativem Olivenöl, da raffinierte Öle im Gegensatz zu nativen Ölen Stigmastadien enthalten.

3. PRINZIP

Isolierung der unverseifbaren Bestandteile. Abtrennung der Steroid-Fraktion durch Säulenchromatographie an Kieselgel und Analyse durch Kapillargaschromatographie.

4. GERÄTE

4.1. 250-ml-Stehkolben, zur Verwendung mit Rückflußkühler geeignet.

4.2. 200-ml-Scheidetrichter.

4.3. 100-ml-Rundkolben.

4.4. Rotationsverdampfer.

4.5. Chromatographiesäule aus Glas (innerer Durchmesser 1,5 bis 2,0 cm, Länge 50 cm) mit Teflonhahn und Glaswattebausch oder Sinterglasscheibe am unteren Ende. Zur Vorbereitung der Kieselgelsäule mit Chromatographiesäule bis zu einer Höhe von etwa 5 cm mit Hexan füllen und dann eine Suspension von 15 g Kieselgel in 40 ml Hexan mit Hilfe von mehreren Anteilen Hexan einschlämmen und unter leichtem Klopfen vollständig absetzen lassen. Anschließend wasserfreies Natriumsulfat bis zu einer Höhe von rund 0,5 cm zugeben und das überschüssige Hexan ablaufen lassen.

4.6. Gaschromatograph mit Flammenionisationsdetektor, Split- oder cold On-column-Injektor und Ofen mit einer Einstellgenauigkeit von ± 1 °C.

4.7. Fused-Silica-Kapillarsäule für Gaschromatographie (0,25 oder 0,32 mm Innendurchmesser und 25 m Länge), belegt mit 5 % Phenylmethylsilicon, Filmdicke 0,25 µm.

Anmerkung 1:

Andere Säulen mit vergleichbarer oder geringerer Polarität können ebenfalls verwendet werden.

4.8. Aufzeichnungsgerät mit Integrator mit Möglichkeit der Integration zwischen zwei Minima.

4.9. 5-10-µl-Mikrospritze für Gaschromatographie mit fester Nadel.

4.10. Pilzheizhaube oder Heizplatte.

5. REAGENZIEN

Alle Reagenzien müssen, sofern nicht anders angegeben, von Analysequalität sein. Es ist destilliertes Wasser oder Wasser von mindestens gleichem Reinheitsgrad zu verwenden.

5.1. Hexan oder Alkanmischung mit einem Siedebereich von 65-70 °C, destilliert in einer Rektifiziersäule.

Anmerkung 2:

Das Lösungsmittel muß zur Entfernung von Verunreinigungen destilliert werden.

5.2. Ethanol, 6%ig (v/v).

5.3. Wasserfreies Natriumsulfat.

5.4. Ethanolische Kalilauge, 10 %ige Lösung. 10 ml Wasser zu 50 g Kaliumhydroxid geben, umrühren und die Mischung durch Zugabe von Ethanol lösen und mit Ethanol auf 500 ml auffüllen.

Anmerkung 3:

Ethanolische Kalilauge wird beim Stehen braun. Sie sollte täglich frisch zubereitet und in dunklen Glasflaschen gut verschlossen aufbewahrt werden.

5.5. Kieselgel 60 für Säulenchromatographie, 70-230 mesh (Merck, Art. Nr. 7734 o. ä.).

Anmerkung 4:

Gewöhnlich kann Kieselgel direkt aus dem Behälter ohne Vorbehandlung verwendet werden. Manche Kieselgelpartien weisen jedoch eine geringe Aktivität auf, was zu unbefriedigenden chromatographischen Trennungen führt. In solchen Fällen ist wie folgt vorzugehen : das Kieselgel durch mindestens vierstündiges Erhitzen auf 550 °C aktivieren, nach dem Erhitzen in einen Exsikkator stellen und nach dem Abkühlen in einen verschließbaren Kolben überführen ; 2 % Wasser zugeben und schütteln, bis keine Klumpen mehr sichtbar sind und das Pulver frei rieselt.

Kieselgelpartien, die Chromatogramme mit sich überlappenden Peaks ergeben, sind wie oben beschrieben zu behandeln. Eine Alternative ist die Verwendung von extrareinem Kieselgel 60 (Merck, Art. Nr. 7754).

5.6. Stammlösung (200 ppm) von Cholesta-3,5-dien (Sigma, 99 % rein) in Hexan (10 mg in 50 ml).

5.7. Standardlösung von Cholesta-3,5-dien in Hexan in einer Konzentration von 20 ppm. Dazu die obengenannte Lösung verdünnen.

Anmerkung 5:

Bei Temperaturen unter 4 °C halten sich die Lösungen 5.6 und 5.7 mindestens vier Monate lang.

5.8. Lösung aus n-Nonacosan in Hexan mit einer Konzentration von rund 100 ppm.

5.9. Trägergas für die Gaschromatographie : Helium oder Wasserstoff (99,9990 % rein).

5.10. Brenngase für den Flammenionisationsdetektor : Wasserstoff (99,9990 % rein) und gereinigte Luft.

6. VERFAHREN

6.1. **Herstellung des Unverseifbaren :**

6.1.1. 20 ± 0,1 g Öl in einen 250-ml-Kolben (4.1) einwiegen, 1 ml der Standardlösung von Cholesta-3,5-dien (20 µg) und 75 ml 10 %ige ethanolische Kalilauge zugeben, Rückflußkühler anschließen und 30 Minuten köcheln lassen. Den Kolben mit der Probe von der Hitzequelle nehmen und leicht abkühlen lassen (nicht vollständig abkühlen lassen, da die Probe sonst fest wird). 100 ml Wasser zugeben und die Lösung mit Hilfe von 100 ml Hexan in einen Scheidetrichter (4.2) geben. Die Mischung 30 Sekunden kräftig schütteln und zur Phasentrennung stehen lassen.

Anmerkung 6:

Bei Bildung einer Emulsion, die nicht gleich wieder verschwindet, kleine Mengen Ethanol zugeben.

6.1.2. Die untere, wäßrige Phase in einen zweiten Scheidetrichter überführen und wiederum mit 100 ml Hexan extrahieren. Die untere Phase erneut ablaufen lassen und die Hexanextrakte zusammen in einem weiteren Scheidetrichter dreimal mit je 100 ml einer Ethanol-Wassermischung (1 : 1) waschen, bis diese pH-neutral reagiert.

6.1.3. Die Hexanlösung durch wasserfreies Natriumsulfat (50 g) laufen lassen, mit 20 ml Hexan waschen und in einem Rotationsverdampfer bei 30 °C im leichten Vakuum vollständig eindampfen.

6.2. **Abtrennung der Steroid-Fraktion:**

6.2.1. Den Rückstand mit Hilfe von zwei Volumenanteilen Hexan (jeweils 1 ml) auf die Trennsäule aufgeben und soweit einziehen lassen, bis sich die Flüssigkeitsoberfläche bis über die Natriumsulfatschicht abgesenkt hat. Dann die Elution mit Hexan mit einer Flußrate von 1 ml/Minute beginnen. Die ersten 25 bis 30 ml des Eluats verwerfen, die folgenden 40 ml auffangen. Diese Fraktion in einen 100-ml-Rundkolben (4.3) überführen.

Anmerkung 7:

Die erste Fraktion enthält gesättigte Kohlenwasserstoffe (Abbildung 1a), die zweite Steroide. Danach werden Squalen und verwandte Verbindungen eluiert. Für eine gute Trennung zwischen den gesättigten Kohlenwasserstoffen und den Steroiden müssen die Fraktionsvolumina optimiert werden. Hierzu ist das Volumen der ersten Fraktion so zu regulieren, daß bei der Analyse der zweiten Fraktion nur kleine Peaks für gesättigte Kohlenwasserstoffe auftreten (siehe Abbildung 1c). Treten keine solchen Peaks auf und hat der Standardpeak gleichzeitig nur eine geringe Größe, so ist das Volumen der ersten Fraktion zu reduzieren. Im übrigen ist eine vollständige Trennung zwischen den Komponenten der ersten und zweiten Fraktion nicht erforderlich, da während der GC-Analyse unter den in Punkt 6.3.1 beschriebenen Arbeitsbedingungen eine Überlappung der Peaks nicht vorkommt. Eine Optimierung des Volumens der zweiten Fraktion ist in der Regel nicht notwendig, da sich die weiteren Komponenten gut abtrennen lassen. Ein großer Peak mit einer Retentionszeit von rund 1,5 Minuten unter dem des Standards ist jedoch auf das Vorhandensein von Squalen zurückzuführen und zeigt eine schlechte Trennung an.

6.2.2. Die zweite Fraktion im Rotationsverdampfer bei 30 °C im leichten Vakuum vollständig eindampfen und den Rückstand sofort in 0,2 ml Hexan auflösen. Die Lösung bis zur Analyse im Kühlschrank aufbewahren.

Anmerkung 8:

Die Rückstände 6.1.3 und 6.2.2 sollten nicht trocken und nicht bei Zimmertemperatur aufbewahrt werden. Nach Gewinnung des Rückstands sofort das Lösungsmittel zugeben und die Lösung im Kühlschrank aufbewahren.

6.3. **Gaschromatographie**

6.3.1. Arbeitsbedingungen für Split-Injektion:

— Injektortemperatur: 300 °C,

— Detektortemperatur: 320 °C,

— Integrator: (Die Parameter für die Integration sind so zu wählen, daß die Peakflächen richtig beurteilt werden können. Empfohlen wird die Integration zwischen zwei Minima),

— Empfindlichkeit: rund das 16-fache der Mindestdämpfung,

— Einspritzvolumen: 1 µm Lösung,

— Temperaturprogramm: 6 Minuten isotherm bei 235 °C, dann mit 2 °C/min auf 285 °C,

— Injektor mit Stromteilventil (Splitverhältnis 1 : 15),

— Trägergasvordruck: ca. 120 kPa Helium oder Wasserstoff.

Diese Bedingungen können entsprechend den Kenndaten des Chromatographen und der Säule derart geändert werden, daß die damit aufgezeichneten Chromatogramme folgende Bedingungen erfüllen: Der Peak des internen Standards muß innerhalb von 5 Minuten vor oder nach der unter 6.3.2 genannten Zeit erscheinen und mindestens 80 % Vollausschlag erreichen.

Das GC-System ist durch Einspritzen einer Mischung aus der Cholestadien-Stammlösung (5.6) und der n-Nonacosan-Lösung (5.8) zu überprüfen. Der Cholesta-3,5-dien-Peak muß vor dem n-Nonacosan-Peak erscheinen (Abbildung 1c). Ist dies nicht der Fall, so kann die ursprüngliche Ofentemperatur verringert und/oder die GC-Säule durch eine weniger polare Säule ersetzt werden.

6.3.2. Identifizierung der Peaks

Der Peak der internen Standards erscheint nach rund 19 Minuten, derjenige von Stigmastadienen nach einer relativen Retentionszeit von rund 1,29 (Abbildung 1b). Das Stigmasta-3,5-dien tritt zusammen mit geringen Mengen eines Isomers auf; beide ergeben normalerweise aber nur einen Peak. Ist die Säule jedoch zu polar, oder hat sie eine große Trennleistung, kann das Isomer als kleiner Peak dicht vor dem des Stigmasta-3,5-dien erscheinen (Abbildung 2). Um sicherzugehen, daß die Stigmastadiene als ein Peak eluiert werden, empfiehlt es sich, die Säule durch eine weniger polare Säule oder eine Säule mit größerem Innendruchmesser zu ersetzen.

Anmerkung 9:

Ein Referenzchromatogramm für Stigmastadien erhält man durch die Analyse eines raffinierten pflanzlichen Öls mit einer kleineren Probe. Stigmastadiene rufen einen signifikanten, leicht identifizierbaren Peak hervor.

6.3.3. Quantitative Analyse

Der Gehalt an Stigmastadienen wird nach folgender Formel berechnet:

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

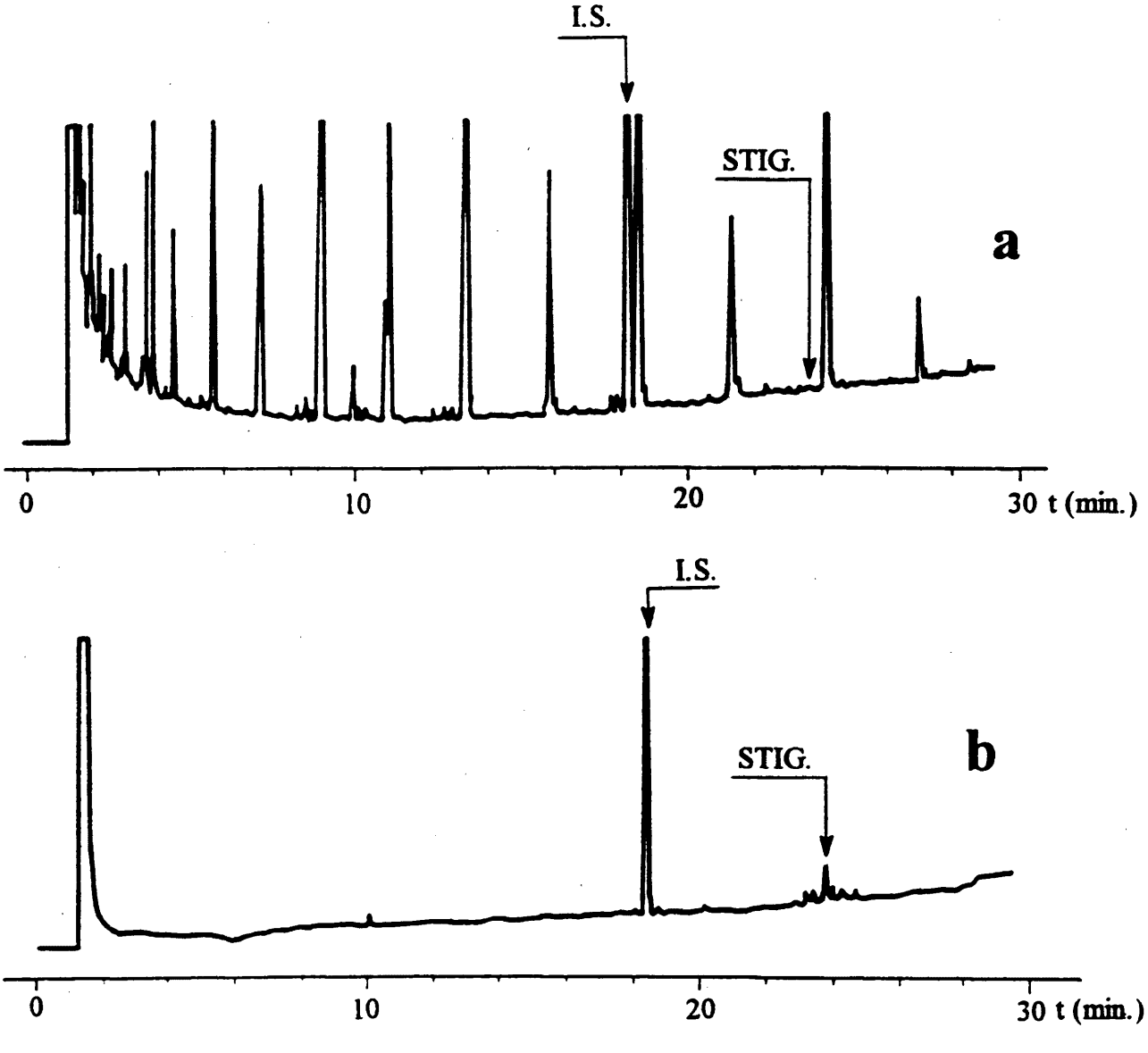
Hierin bedeuten: A_s = Peakfläche von Stigmastadienen (wenn der Peak geteilt ist, Summe der Flächen beider Isomere),

A_c = Peakfläche des internen Standards (Cholestadien),

M_c = Masse des zugesetzten Standards in Mikrogramm,

M_o = Masse des eingewogenen Öls in Gramm.

Nachweisgrenze: rund 0,01 mg/kg."



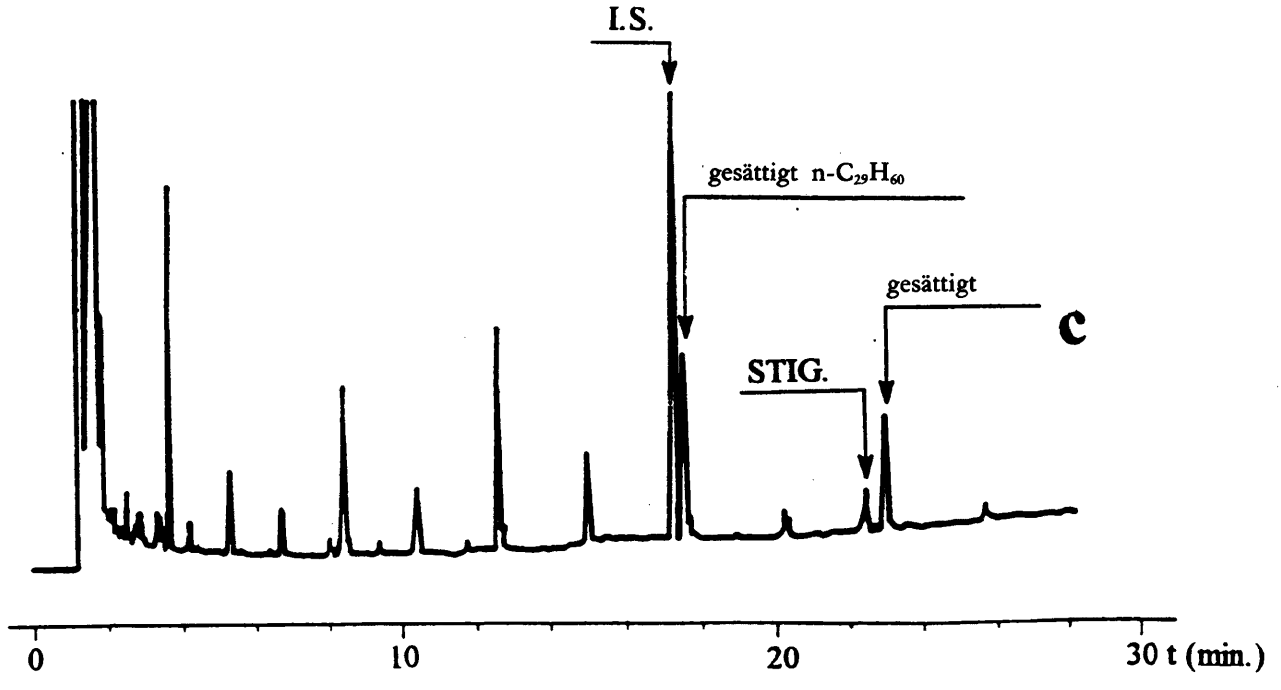


Abb. 1 :

Gaschromatogramme von Olivenölproben, analysiert auf einer Fused-Silica-Kapillarsäule (0,25 mm Innendurchmesser und 25 m Länge), belegt mit 5 % Phenylmethylsilicon (Filmdicke 0,25 µm).

a) Erste Fraktion (30 ml) eines nativen Olivenöls, mit dem Standard versetzt.

b) Zweite Fraktion (40 ml) eines Olivenöls mit 0,10 mg/kg Stigmastadienen.

c) Zweite Fraktion (40 ml) mit einem kleinen Anteil der ersten Fraktion.

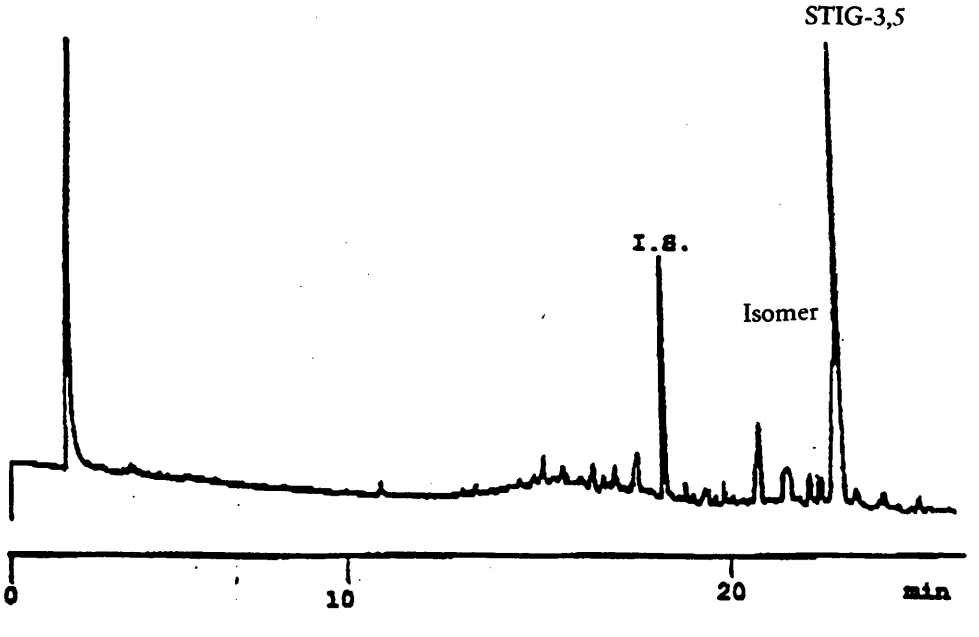


Abb. 2 :

Gaschromatogramm einer Probe raffinierten Olivenöls, analysiert auf einer DB-5-Säule, auf dem das Isomer von Stigmasta-3,5-dien zu erkennen ist.

ANHANG II

„2. A. Als Olivenöl im Sinne der Position 1509 und 1510 gelten ausschließlich die aus der Verarbeitung von Oliven gewonnenen Öle, soweit deren Sterin- und Fettsäurezusammensetzung den Werten der nachstehenden Tabellen entsprechen :

Tabelle I

Fettsäuregehalt in Prozent des Gesamtfettsäuregehalts

Fettsäuren	GHT der Gesamtfettsäuren
Myristinsäure	M 0,05
Linolensäure	M 0,9
Arachinsäure	M 0,6
Eicosensäure	M 0,4
Behensäure (1)	M 0,3
Lignocerinsäure	M 0,2

M = Höchstgehalt.

(1) M 0,2 für die Öle der Positionen 1509.

Tabelle II

Steringehalt in Prozent des Gesamtsteringehalts

Sterine	GHT der Gesamtsterine
Cholesterin	M 0,5
Brassicasterin (1)	M 0,1
Campesterin	M 4,0
Stigmasterin (2)	< Campesterin
Beta-Sitosterin (3)	m 93,0
Delta-7-Stigmasterin	M 0,5

m = Mindestgehalt.

M = Höchstgehalt.

(1) M 0,2 zum 31. Oktober 1995.

(2) Gilt weder für Lampantöle (Unterposition 1509 10 10) noch für rohe Oliventresteröle (Unterposition 1510 00 10).

(3) Delta-5,23-Stigmastadienol, Chlerosterin, Beta-Sitosterin, Sitostanol, Delta-5-Avenasterin und Delta-5,24-Stigmastadienol.

Zu den Positionen 1509 und 1510 gehören weder chemisch modifizierte (insbesondere wiederveresterte) Öle noch Mischungen von Olivenöl mit anderen Ölen. Die Anwesenheit von wiederverestertem Olivenöl oder von anderen Ölen wird mit den Verfahren der Anhänge V, XII, XA und XB der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 nachgewiesen.

B. Zur Unterposition 1509 10 gehören nur die in den nachstehenden Abschnitten I und II definierten Olivenöle, die aus Oliven ausschließlich durch mechanische oder andere physikalische Verfahren und unter Bedingungen, insbesondere Temperaturbedingungen, gewonnen wurden, die nicht zur Verschlechterung der Öle führen, und die keine andere Behandlung erfahren haben als Waschen, Dekantieren, Zentrifugieren und Filtrieren. Mit Lösungsmitteln gewonnene Olivenöle werden in die Position 1510 eingereiht.

I. Als ‚Lampantöl' im Sinne der Unterposition 1509 10 10 gilt natives Olivenöl, das — unabhängig von seinem Gehalt an freien Fettsäuren — folgende Merkmale aufweist :

a) Gehalt an Wachs höchstens 350 mg/kg,

b) Gehalt an Erythrodiol und Uvaol höchstens 4,5 %,

c) Gehalt an gesättigten Fettsäuren in 2-Stellung der Triglyceride höchstens 1,3 %,

d) Summe der trans-Ölsäureisomeren höchstens 0,10 % und Summe der trans-Linolsäureisomeren und trans-Linolensäureisomeren höchstens 0,10 %,

und

e) eines oder mehrere der folgende Merkmale :

1. Peroxidzahl mindestens 20 meq aktiver Sauerstoff/kg,

2. Gesamtgehalt an flüchtigen halogenierten Lösungsmittel mindestens 0,20 mg/kg oder Gehalt an einem einzigen davon jeweils mindestens 0,10 mg/kg,

3. Extinktionskoeffizient K_{270} mindestens 0,25 und nach Behandlung der Ölprobe mit aktiviertem Aluminiumoxid höchstens 0,11. Bestimmte Öle mit einem als Ölsäure berechneten Gehalt an freien Fettsäuren von mehr als 3,3 g/100 g können nach Behandlung mit aktiviertem Aluminiumoxid gemäß dem Verfahren des Anhangs IX der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 einen Extinktionskoeffizienten K_{270} von über 0,10 aufweisen ; in diesem Fall muß die Ölprobe nach dem Neutralisieren und Bleichen im Labor gemäß dem Verfahren des Anhangs XIII der vorgenannten Verordnung folgende Merkmale aufweisen :

— Extinktionskoeffizient K_{270} kleiner oder gleich 1,20,

— Schwankungen des Extinktionskoeffizienten (Delta K) im Bereich von 270 nm von mehr als 0,01 und höchstens 0,16 :

Delta K	$= K_m - 0{,}5\ (K_{m-4} + K_{m+4})$
K_m	bezeichnet den Extinktionskoeffizienten für die im Bereich von 270 nm liegende Wellenlänge, die im Maximum der Absorptionskurve liegt,
K_{m-4} und K_{m+4}	bezeichnen die Extinktionskoeffizienten für eine um 4 nm niedrigere bzw. höhere Wellenlänge als K_m ;

4. sensorische Merkmale mit wahrnehmbaren unannehmbaren Geschmacksfehlern, mit einem Bewertungsergebnis von weniger als 3,5 gemäß Anhang XII der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91,

5. Gehalt an Stigmastadienen höchstens 0,50 mg/kg.

II. Als ‚anderes nicht behandeltes Olivenöl' im Sinne der Unterposition 1509 10 90 gilt Olivenöl, das folgende Merkmale aufweist :

a) Gehalt an freien Fettsäuren, berechnet als Ölsäure, höchstens 3,3 g/100 g,

b) Peroxidzahl höchstens 20 meq aktiver Sauerstoff/kg,

c) Gehalt an Wachs höchstens 250 mg/kg,

d) Gehalt an flüchtigen halogenierten Lösungsmitteln insgesamt höchstens 0,20 mg/kg bzw. einzeln jeweils höchstens 0,10 mg/kg,

e) Extinktionskoeffizient K_{270} höchstens 0,25 und nach Behandlung mit aktiviertem Aluminiumoxid höchstens 0,10,

f) Schwankung des Extinktionskoeffizienten (Delta K) im Bereich von 270 nm höchstens 0,01,

g) sensorische Merkmale, auch mit wahrnehmbaren, jedoch noch akzeptablen Geschmacksfehlern und einem Bewertungsergebnis von mindestens 3,5 gemäß Anhang XII der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91,

h) Gehalt an Erythrodiol und Uvaol höchstens 4,5 %,

ij) Gehalt an gesättigten Fettsäuren in 2-Stellung der Triglyceride höchstens 1,3 %,

k) Summe der trans-Ölsäureisomere höchstens 0,05 % und Summe der trans-Linolensäure- und trans-Linolsäureisomere höchstens 0,05 %,

l) Gehalt an Stigmastadienen höchstens 0,15 mg/kg.

C. Als Öle der Unterposition 1509 90 gelten Olivenöle, die durch Behandeln von Ölen der Unterpositionen 1509 10 10 und/oder 1509 10 90 gewonnen wurden, auch vermischt mit nativem Olivenöl, und die folgende Merkmale aufweisen :

a) Gehalt an freien Fettsäuren, berechnet als Ölsäure, höchstens 1,5 g je 100 g,

b) Gehalt an Wachs höchstens 350 mg/kg,

c) Extinktionskoeffizient K_{270} von höchstens 1,0,

d) Schwankung des Extinktionskoeffizienten (ΔK) im Bereich von 270 nm von höchstens 0,13,

e) Gehalt an Erythrodiol und Uvaol höchstens 4,5 %,

f) Gehalt an gesättigten Fettsäuren in 2-Stellung der Triglyceride höchstens 1,5 %,

g) Summe der trans-Ölsäureisomere höchstens 0,20 % und Summe der trans-Linolsäureisomere und trans-Linolensäureisomere höchstens 0,30 %.

D. Als ‚rohe Öle' im Sinne der Unterposition 1510 00 10 gelten Öle, insbesondere Oliventresteröle, die folgende Merkmale aufweisen :

a) Gehalt an freien Fettsäuren, berechnet als Ölsäure, mindestens 2 g/100 g,

b) Gehalt an Erythrodiol und Uvaol mindestens 12 %,

c) Gehalt an gesättigten Fettsäuren in 2-Stellung der Triglyceride höchstens 1,8 %,

d) Summe der trans-Ölsäureisomere höchstens 0,20 % und Summe der trans-Linolsäure- und trans-Linolensäureisomere höchstens 0,10 %.

E. Als Öle der Unterposition 1510 00 90 gelten Öle, die durch Behandeln von Ölen der Unterposition 1510 00 10 gewonnen wurden, auch vermischt mit nativem Olivenöl, sowie diejenigen, die nicht die Merkmale von Olivenölen gemäß den zusätzlichen Anmerkungen 2.B, 2.C und 2.D aufweisen. Die Öle dieser Unterposition müssen einen Gehalt an gesättigten Fettsäuren in 2-Stellung der Triglyceride von nicht mehr als 2,0 % aufweisen, wobei die Summe der trans-Ölsäureisomere kleiner als 0,40 % und die Summe der trans-Linolsäureisomere und trans-Linolensäureisomere kleiner als 0,35 % sein muß.

3. Nicht zu den Unterpositionen 1522 00 31 und 1522 00 39 gehören :

a) Rückstände aus der Verarbeitung von Fettstoffen, die Öl enthalten, dessen Iodzahl, bestimmt nach dem Verfahren des Anhangs XVI der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91, kleiner als 70 oder größer als 100 ist ;

b) Rückstände aus der Verarbeitung von Fettstoffen, die Öle mit einer Iodzahl zwischen 70 und 100 enthalten, bei dem jedoch die gemäß Anhang V der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 bestimmte Fläche des Peaks, der der Retentionszeit des Beta-Sitosterins (1) entspricht, kleiner ist als 93,0 % der Gesamtfläche der Sterinpeaks.

4. Für die Bestimmung der Merkmale der obengenannten Erzeugnisse sind die in den Anhängen der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 beschriebenen Analyseverfahren anzuwenden.

---

(1) Delta-5,23-Stigmastadienol, Chlerosterin, Beta-Sitosterin, Sitostanol, Delta-5-Avenasterin und Delta-5,24-Stigmastadienol."