I

(Besluiten waarvan de publikatie voorwaarde is voor de toepassing)

VERORDENING (EG) Nr. 656/95 VAN DE COMMISSIE

van 28 maart 1995

tot wijziging van Verordening (EEG) nr. 2568/91 inzake de kenmerken van olijfoliën en oliën uit afvallen van olijven en de desbetreffende analysemethoden en van Verordening (EEG) nr. 2658/87 van de Raad met betrekking tot de tarief- en statistieknomenclatuur en het gemeenschappelijk douanetarief

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Gemeenschap,

Gelet op Verordening nr. 136/66/EEG van de Raad van 22 september 1966 houdende de totstandbrenging van een gemeenschappelijke ordening der markten in de sector oliën en vetten (1), laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 3179/93 (2), en met name op artikel 35 bis,

Gelet op Verordening (EEG) nr. 2658/87 van de Raad van 23 juli 1987 met betrekking tot de tarief- en statistieknomenclatuur en het gemeenschappelijk douanetarief (3), laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 3330/94 van de Commissie (4), en met name op artikel 9,

Overwegende dat bij Verordening (EEG) nr. 2568/91 van de Commissie (5), laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 2632/94 (6), de kenmerken van olijfoliën en oliën uit afvallen van olijven en de desbetreffende analysemethoden zijn vastgesteld; dat bij Verordening (EEG) nr. 2568/91 bovendien de aanvullende aantekeningen 2, 3 en 4 bij hoofdstuk 15 van de gecombineerde nomenclatuur in bijlage I bij Verordening (EEG) nr. 2658/87 zijn gewijzigd;

Overwegende dat, gezien de stand van het wetenschappelijk onderzoek, de bij Verordening (EEG) nr. 2568/91 vastgestelde kenmerken van olijfoliën zodanig moeten worden gewijzigd dat de zuiverheid van de afgezette produkten beter kan worden gegarandeerd; dat in verband hiermee tevens de desbetreffende analysemethode moet worden bepaald;

Overwegende dat, gezien de ervaring, bepaalde aanpassingen van de methode voor de bepaling van het gehalte aan trilinoleïne nodig zijn; dat voorts met het oog op harmonisatie met de internationale normen van de olijfolieraad bepaalde limieten met betrekking tot de kenmerken van olijfoliën en oliën uit afvallen van olijven moeten worden aangepast;

Overwegende dat door de wijzigingen inzake de kenmerken van bedoelde olijfoliën de aanvullende aantekeningen 2, 3 en 4 bij hoofdstuk 15 van de gecombineerde nomenclatuur wijziging behoeven;

Overwegende dat, om tijd te laten voor de aanpassing aan de nieuwe normen en voor het organiseren van de nodige middelen voor de toepassing ervan en om geen verstoringen in de handelstransacties te veroorzaken, de inwerkingtreding van deze verordening ongeveer twee maanden moeten worden uitgesteld en een beperkte periode moet worden vastgesteld waarbinnen vóór de inwerkingtreding ervan verpakte olie nog mag worden afgezet;

Overwegende dat de Verordeningen (EEG) nr. 2658/87 en (EEG) nr. 2568/91 waarvan bijlage XIV genoemde aanvullende aantekeningen heeft gewijzigd, bijgevolg moeten worden gewijzigd;

Overwegende dat de in deze verordening vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Comité van beheer voor oliën en vetten,

HEEFT DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD:

Artikel 1

Verordening (EEG) nr. 2568/91 wordt als volgt gewijzigd:

1. Aan artikel 2, lid 1, wordt het volgende streepje toegevoegd:

   „— voor de bepaling van het gehalte aan stigmastadiënen, de in bijlage XVII beschreven methode.".

2. De bijlagen worden gewijzigd overeenkomstig bijlage I bij de onderhavige verordening.

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

Artikel 2

De aanvullende aantekeningen 2, 3 en 4 bij hoofdstuk 15 van de gecombineerde nomenclatuur in bijlage I bij Verordening (EEG) nr. 2658/87 komen te luiden zoals in bijlage II bij de onderhavige verordening is aangegeven.

Artikel 3

Deze verordening treedt in werking op de zestigste dag volgende op die van haar bekendmaking in het *Publikatieblad van de Europese Gemeenschappen.*

Zij is evenwel niet van toepassing op olijfoliën en oliën uit afvallen van olijven die vóór de datum van inwerkingtreding van deze verordening zijn verpakt en die uiterlijk aan het einde van de tiende op de inwerkingtreding volgende maand worden verkocht.

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in elke Lid-Staat.

Gedaan te Brussel, 28 maart 1995.

Voor de Commissie

Franz FISCHLER

Lid van de Commissie

BIJLAGE I

1. Aan de inhoudsopgave van de bijlagen bij Verordening (EEG) nr. 2568/91 wordt de volgende titel toegevoegd:

„Bijlage XVII: Methode voor de bepaling van de stigmastadiënen in plantaardige oliën ..... 84".

2. Bijlage I bij Verordening (EEG) nr. 2568/91 wordt vervangen door de hierna volgende tabellen en tekst:

„BIJLAGE I

KENMERKEN VAN OLIJFOLIE

Categorie	Zuurgraad	Peroxidegetal meq O_2/kg	Gehalogeneerde oplosmiddelen mg/kg (1)	Was mg/kg	Verzadigde vetzuren 2-positie triglyceriden %	Stigmastadiënen (2) mg/kg	Erythrodiol + uvaol %	Trilinoleïne %	Cholesterol %	Brassicasterol %	Campesterol %	Stigmasterol %	Betasitosterol % (3)	Delta-7-stigmastenol %	Totaal sterolen mg/kg
1. Extra olijfolie verkregen bij de eerste persing	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	< Campesterol	m 93,0	M 0,5	m 1000
2. Olijfolie verkregen bij de eerste persing	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	< Campesterol	m 93,0	M 0,5	m 1000
3. Courante olijfolie verkregen bij de eerste persing	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	< Campesterol	m 93,0	M 0,5	m 1000
4. Olijfolie voor verlichting verkregen bij de eerste persing	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. Geraffineerde olijfolie	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	< Campesterol	m 93,0	M 0,5	m 1000
6. Olijfolie	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	< Campesterol	m 93,0	M 0,5	m 1000
7. Olie uit afvallen van olijven	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. Geraffineerde olie uit afvallen van olijven	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	< Campesterol	m 93,0	M 0,5	m 1800
9. Olie uit afvallen van olijven	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	< Campesterol	m 93,0	M 0,5	m 1600

M = maximum, m = minimum.

(1) Totaal maximumgehalte voor bestanddelen die zijn aangetoond met een elektronenvangstdetector. Voor individueel aangetoonde bestanddelen is het toegestane maximum 0,10 mg/kg.

(2) Totaal van de isomeren dat (al dan niet) kan worden gescheiden over een capillaire kolom.

(3) Delta-5,23-stigmastadiënol + chlerosterol + sitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5,24-stigmastadiënol.

Opmerking

Wanneer de olijfolie niet aan een van de vereiste kenmerken voldoet, wordt deze olie ingedeeld in een lagere categorie.

Categorie	Zuurgraad						Totaal transolie-zuur-isomeren	Totaal translinol-zuur- en translino-leenzuur-isomeren	K_{232}	K_{270}	K_{270} met aluminium-oxyde	Delta-K	Cijfer panel
	Mristinezuur %	Linoleenzuur %	Arachidezuur %	Eicosaanzuur %	Beheen-(Docosaan-)zuur %	Lignocarine-zuur %							
1. Extra olijfolie verkregen bij de eerste persing	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. Olijfolie verkregen bij de eerste persing	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. Courante olijfolie verkregen bij de eerste persing	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. Olijfolie voor verlichting verkregen bij de eerste persing	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. Geraffineerde olijfolie	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. Olijfolie	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. Olie uit afvallen van olijven	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. Geraffineerde olie uit afvallen van olijven	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. Olie uit afvallen van olijven	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.

Opmerking

Voor de vaststelling van de zuiverheid, moet, als K_{270} hoger is dan de limiet, K_{270} na behandeling van de olie voor de betrokken categorie over een kolom geactiveerd aluminiumoxide opnieuw worden bepaald."

3. Opmerking 5 van bijlage VIII bij Verordening (EEG) nr. 2568/91 wordt vervangen door de volgende tekst :

„ *Opmerking 5* :

Voor olijfolie voor verlichting verkregen bij de eerste persing en voor ruwe oliën uit afvallen van olijven moet de olie, om een goede scheiding tussen de trilinoleïnepieken en de pieken daarnaast of de pieken van eventuele interfererende stoffen te verkrijgen, vooraf worden gezuiverd overeenkomstig de volgende methode.

Men absorbeert 200 µl olie, zonder verdunning, op een siliciumdioxide-extractiekolom van het type SEP PAK silica cartridge-waters part. nr. 51900.

De triglyceriden worden vervolgens in een tijdspanne van ten hoogste 20 sec. geëlueerd met 20 ml watervrij hexaan voor HPLC.

Het eluaat wordt gedroogd met een stikstofstroom en opgenomen in isopropanol of aceton (5 ml). 10-20 µl wordt geïnjecteerd op een HPLC-kolom. Er moet worden geverifieerd of de olie, qua vetzuren, binnen de voor de betrokken analysemethode geldende fouttolerantie, dezelfde samenstelling heeft vóór en na de zuivering.".

4. De volgende bijlage XVII wordt toegevoegd :

„*BIJLAGE XVII*

METHODE VOOR DE BEPALING VAN STIGMASTADIËNEN IN PLANTAARDIGE OLIËN

1. DOEL

Bepaling van stigmastadiënen in plantaardige oliën met lage concentraties van deze koolwaterstoffen, met name in olijfolie verkregen bij de eerste persing en olie uit afvallen van olijven.

2. TOEPASSINGSGEBIED

Deze norm kan worden gebruikt voor alle plantaardige oliën, hoewel de metingen alleen betrouwbaar zijn wanneer het gehalte aan deze koolwaterstoffen tussen 0,01 en 4,0 mg/kg ligt. De methode is vooral geschikt om te bepalen of olijfolie verkregen bij de eerste persing, geraffineerde plantaardige oliën (olijfolie, olie uit afvallen van olijven, zonnebloemolie, palmolie, enz.) bevat, aangezien geraffineerde olie stigmastadiënen bevat en olie verkregen bij de eerste persing niet.

3. PRINCIPE

Bereiding van het onverzeepbare residu. De steroïd-koolwaterstoffractie wordt geïsoleerd met behulp van kolomchromatografie over silicagel en geanalyseerd met behulp van capillaire gaschromatografie.

4. APPARATUUR

4.1. Kolven, 250 ml, met refluxkoeler.

4.2. Scheitrechters, 500 ml.

4.3. Rondbodemkolven, 100 ml.

4.4. Rotatieverdamper.

4.5. Glazen chromatografiekolom (inwendige diameter 1,5-2,0 cm en lengte 50 cm) met een teflon kraan en een pluk glaswol of een schijf gesinterd glas op de bodem. Schenk voor de bereiding van de chromatografiekolom een laag van ongeveer 5 cm hexaan in de kolom en voeg vervolgens in porties een slurrie van silicagel in hexaan toe (15 g in 40 ml). Laat de kolom eerst spontaan en vervolgens door licht te vibreren uitzakken. Voeg watervrij natriumsulfaat toe totdat het vloeistofpeil ongeveer 0,5 cm is gestegen en elueer ten slotte de overmaat van hexaan.

4.6. Gaschromatograaf met vlamionisatiedetector, splitinjector of koude kolominjector en een met een nauwkeurigheid van ± 1 °C programmeerbare oven.

4.7. Fused-silica capillaire kolom voor gaschromatografie (inwendige diameter 0,25 of 0,32 mm, lengte 25 m), inwendig gecoat met een 5 % fenylmethylsilicon-fase met een laagdikte van 0,25 µm.

NB 1

Ook andere kolommen met een soortgelijke of lagere polariteit kunnen worden gebruikt.

4.8. Integrerende recorder met een instelling voor dal/dal-integratie.

4.9. Micro-injectiespuit voor gaschromatografie, 5-10 µl, met geharde naald.

4.10. Elektrische verwarmingsmantel of -plaat.

5. REAGENTIA

Alle reagentia moeten p.a. zijn, tenzij een andere specificatie wordt gegeven. Het gebruikte water moet gedestilleerd zijn of minimaal dezelfde zuiverheidsgraad hebben.

5.1. Hexaan of een mengsel van alkanen met een kooktraject van 65-70 °C, gedestilleerd met een fractioneerkolom.

NB 2

Het oplosmiddel moet worden gedestilleerd om verontreinigingen te verwijderen.

5.2. Ethanol, 96 % (v/v).

5.3. Natriumsulfaat, watervrij.

5.4. Alcoholische kaliumhydroxideoplossing, 10 % : voeg 10 ml water toe aan 50 g kaliumhydroxide, roer en los vervolgens het mengsel op in ethanol (aanvullen tot 500 ml).

NB 3

Deze oplossing wordt na verloop van tijd bruin en moet dan ook elke dag vers worden bereid en in een goed afgesloten fles van donker glas worden bewaard.

5.5. Silicagel 60 voor kolomchromatografie, 70-230 mesh (Merck ref. nr. 7734 of soortgelijk).

NB 4

Meestal kan silicagel zonder behandeling rechtstreeks uit de verpakking worden gebruikt. Sommige partijen kunnen echter een lage activiteit hebben, hetgeen leidt tot slechte chromatografische scheidingen. In dat geval moet de silicagel als volgt worden behandeld : activeer de silicagel door deze gedurende minimaal vier uur op 550 °C te verhitten. Laat daarna de silicagel in een exsiccator afkoelen en breng deze vervolgens over in een gesloten fles. Voeg 2 % water toe en schud tot er geen klonten meer zichtbaar zijn en het poeder vrij stroomt. Als een partij silicagel chromatogrammen met overlappende pieken oplevert, moet de silicagel op dezelfde manier worden behandeld. Het is ook mogelijk extra zuivere silicagel 60 te gebruiken (Merck, ref. nr. 7754).

5.6. Voorraadoplossing (200 ppm) cholesta-3,5-dieen (Sigma, 99 % zuiver) in hexaan (10 mg in 50 ml).

5.7. Standaardoplossing : 20 ppm cholesta-3,5-dieen in hexaan, verkregen door verdunning van bovengenoemde oplossing.

NB 5

Indien de oplossingen in de punten 5.6 en 5.7 bij minder dan 4 °C worden bewaard, blijven zij minimaal vier maanden goed.

5.8. Oplossing de n-nonacosaan in hexaan (ongeveer 100 ppm).

5.9. Draaggas voor chromatografie : helium of waterstof, zuiverheid 99,9990 %.

5.10. Hulpgassen voor de vlamionisatiedetector : waterstof, zuiverheid 99,9990 , en gezuiverde lucht.

6. WERKWIJZE

6.1. **Bereiding van het onverzeepbare residu.**

6.1.1. Weeg 20 ± 0,1 g olie af in een kolf van 250 ml (punt 4.1), voeg 1 ml standaardoplossing cholesta-3,5-dieen (20µg) en 75 ml alcoholische kaliumhydroxideoplossing, 10 %, toe, bevestig de refluxkoeler en laat de oplossing gedurende 30 minuten zachtjes koken. Stop met verwarmen en laat de oplossing enigszins afkoelen (laat niet helemaal afkoelen, aangezien het monster dan gaat stollen). Voeg 100 ml water toe en breng de oplossing met behulp van 100 ml hexaan over in een scheitrechter (punt 4.2). Schud het mengsel krachtig gedurende 30 seconden en laat het vervolgens uitzakken.

NB 6

Voeg, indien een emulsie ontstaat die niet snel verdwijnt, kleine hoeveelheden ethanol toe.

6.1.2. Breng de waterige onderlaag over in een tweede scheitrechter en extraheer opnieuw met 100 ml hexaan. Tap opnieuw de onderlaag af en was de hexaanextracten (samengevoegd in een andere scheitrechter) drie keer met telkens 100 ml van een ethanol/watermengsel (1 : 1) tot een neutrale pH wordt bereikt.

6.1.3. Droog de hexaanoplossing over watervrij natriumsulfaat (50 g), was met 20 ml hexaan en damp de oplossing droog in een rotatieverdamper bij 30 °C en lage druk.

6.2. **Isolatie van de steroïd-koolwaterstoffractie.**

6.2.1. Breng het residu op de fractioneerkolom met behulp van twee porties hexaan van 1 ml. Laat het monster in de kolom zakken door het niveau van de oplossing te laten dalen tot de bovenkant van de natriumsulfaat-laag. Begin de elutie met hexaan met een stroomsnelheid van ongeveer 1 ml/min. Gooi de eerste 25-30 ml eluaat weg en vang de volgende 40 ml op. Breng deze fractie vervolgens over in een rondbodemkolf van 100 ml (punt 4.3).

NB 7

De eerste fractie bevat verzadigde koolwaterstoffen (zie figuur 1a) en de tweede fractie de steroïd-koolwaterstoffen. Bij verdere elutie verschijnen squaleen- en soortgelijke verbindingen. Om een goede scheiding tussen de verzadigde en de steroïd-koolwaterstoffen te krijgen moeten de fractievolumes worden geoptimaliseerd. Hiertoe moet het volume van de eerste fractie zodanig worden aangepast dat bij analyse van de tweede fractie de pieken van de verzadigde koolwaterstoffen (zie figuur 1c) laag zijn. Als deze pieken niet verschijnen, maar de piek van de standaard laag is, moet het volume worden verlaagd. Een volledige scheiding tussen de componenten van de eerste en de tweede fractie is overigens niet nodig, aangezien de pieken elkaar bij gaschromatografie niet overlappen als de bij punt 6.3.1 vermelde werkomstandigheden worden gehanteerd.

Meestal hoeft het volume van de tweede fractie niet te worden geoptimaliseerd, aangezien er een goede scheiding is met de verbindingen die later elueren. Een grote piek bij een retentietijd van ongeveer 1,5 min. lager dan de standaard, wordt echter veroorzaakt door squaleen en wijst op een slechte scheiding.

6.2.2. Damp de tweede fractie bij 30 °C en verlaagde druk in de rotatieverdamper droog. Neem het residu onmiddellijk op in 0,2 ml hexaan en bewaar de oplossing in de koelkast tot deze geanalyseerd wordt.

NB 8

De residu's van de punten 6.1.3 en 6.2.2 mogen niet droog bij kamertemperatuur worden bewaard. Zodra ze worden verkregen, moet het oplosmiddel worden toegevoegd en daarna moeten ze in de koelkast worden bewaard.

6.3. **Gaschromatografie.**

6.3.1. Werkomstandigheden voor splitinjector :

— Injectortemperatuur : 300 °C.

— Detectortemperatuur : 320 °C.

— Integrator/recorder : De piek-integratieparameters moeten zodanig worden gekozen dat een juiste waarde van de piekoppervlakten wordt verkregen. Aanbevolen wordt de integrator in te stellen op dal/dal-integratie.

— Gevoeligheid : ongeveer 16 keer de minimumverzwakking.

— Geïnjecteerde hoeveelheid oplossing : 1µl.

— Programmering oventemperatuur : eerst 235 °C gedurende zes minuten en daarna oplopend met 2 °C/min. tot 285 °C.

— Splitverhouding injector : 1 : 15.

— Draaggas : helium of waterstof bij een druk van ongeveer 120 kPa.

Deze omstandigheden kunnen afhankelijk van de kenmerken van de chromatograaf en de kolom zodanig worden aangepast dat chromatogrammen worden verkregen die aan de volgende eisen voldoen : de piek van de interne standaard moet binnen ongeveer vijf minuten van de bij punt 6.3.2 vermelde retentietijd liggen ; de hoogte van de piek van de interne standaard moet minimaal 80 % van de volledige schaaluitslag zijn.

De gaschromatografieopstelling moet worden gecontroleerd door een mengsel van de voorraadoplossing van cholesta-3,5-dieen (punt 5.6) en de oplossing van n-nonacosaan (punt 5.8) te injecteren. De piek van cholesta-3,5-dieen moet vóór die van n-nonacosaan verschijnen (figuur 1c) ; wanneer dit niet gebeurt, kan de temperatuur van de oven worden verlaagd en/of kan de kolom worden vervangen door een kolom met een lagere polariteit.

6.3.2. Identificatie van de pieken

De piek van de interne standaard verschijnt bij een retentietijd van ongeveer 19 minuten en stigmasta-3,5-dieen bij een relatieve retentietijd van ongeveer 1,29 (figuur 1b). Naast stigmasta-3,5-dieen worden kleine hoeveelheden van een isomeer geëlueerd, die meestal geen aparte chromatografische piek opleveren. Als de kolom te polair is of een te hoge resolutie heeft, kan de isomeer echter als een kleine piek vlak voor die van stigmasta-3,5-dieen verschijnen (figuur 2). Om ervoor te zorgen dat de stigmastadiënen als één piek worden geëlueerd, verdient het aanbeveling de kolom te vervangen door een kolom met een lagere polariteit of een grotere inwendige diameter.

NB 9

Een referentie voor stigmastadiënen kan worden verkregen door de analyse van een geraffineerde plantaardige olie met een kleinere monsterhoeveelheid (1-2 g). Hierbij leveren stigmastadiënen een duidelijke en gemakkelijk te identificeren piek op.

6.3.3. Kwantitatieve analyse

Het gehalte aan stigmastadiënen wordt berekend met de volgende formule :

$$\text{stigmastadiënen (mg/kg)} = \frac{A_s \times M_c}{A_c \times M_o}.$$

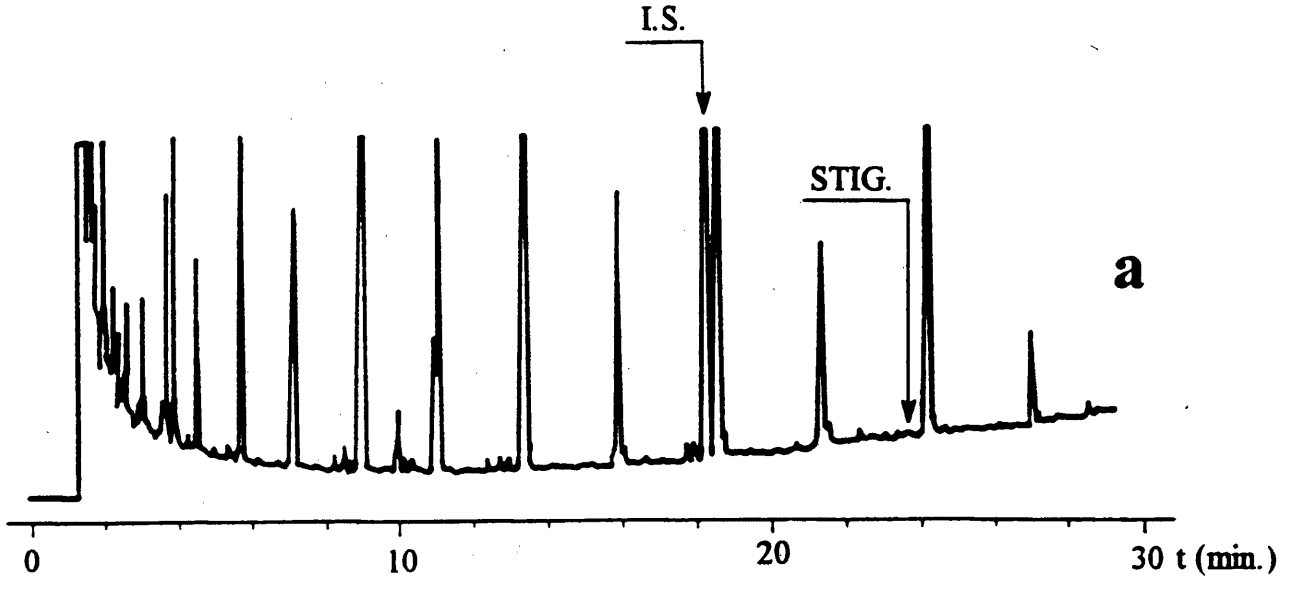
Hierbij is : A_s = piekoppervlak stigmastadiënen (als de piek in twee isomeren gesplitst is het totale oppervlak van de twee pieken) ;

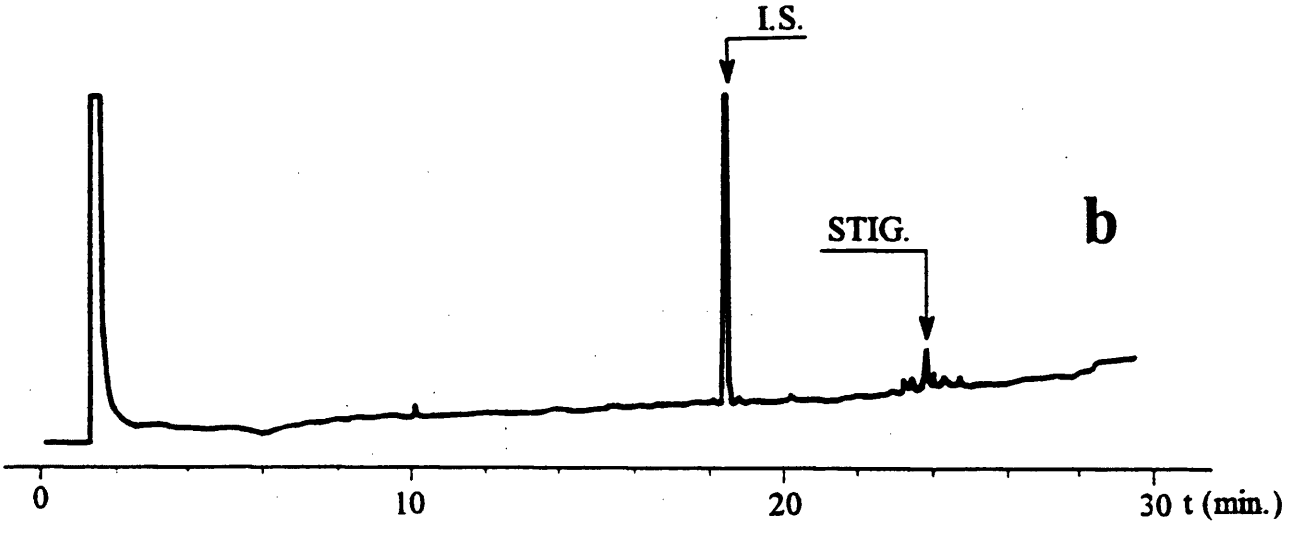
A_c = piekoppervlak interne standaard (cholestadieen) ;

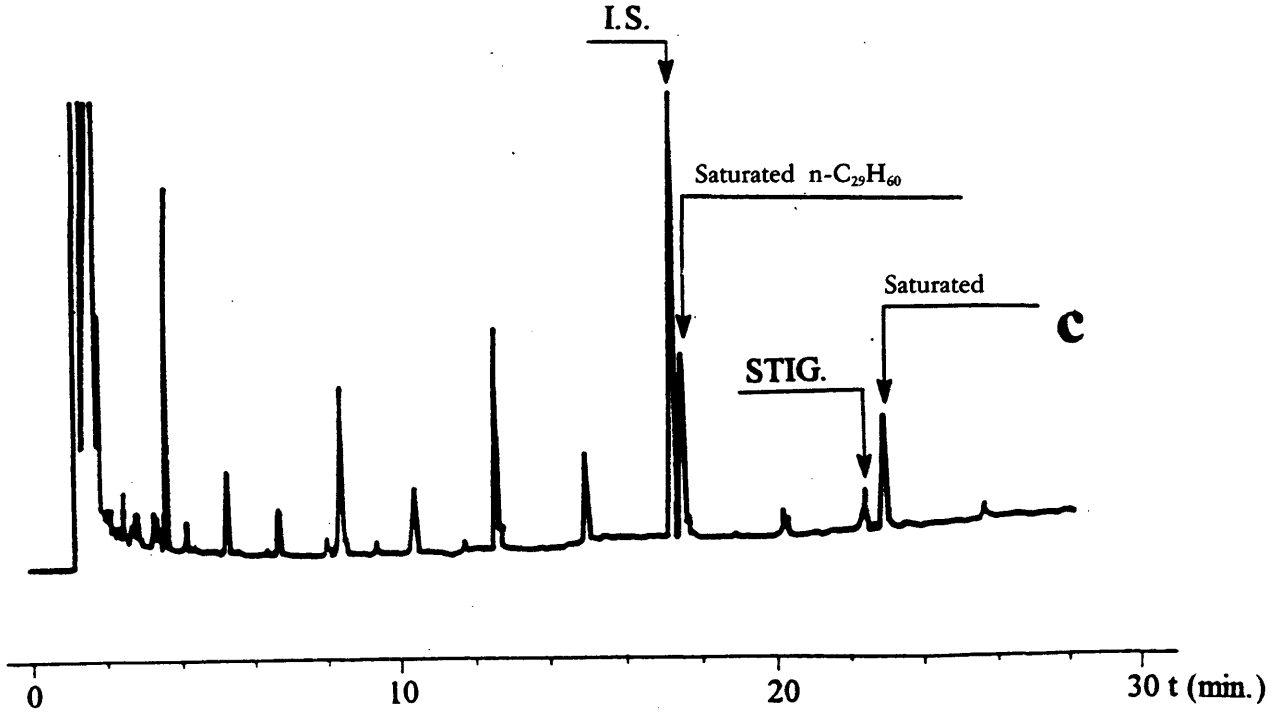
M_c = toegevoegde hoeveelheid interne standaard in µg ;

M_o = massa van het oliemonster in g.

Detectielimiet : ongeveer 0,01 mg/kg."







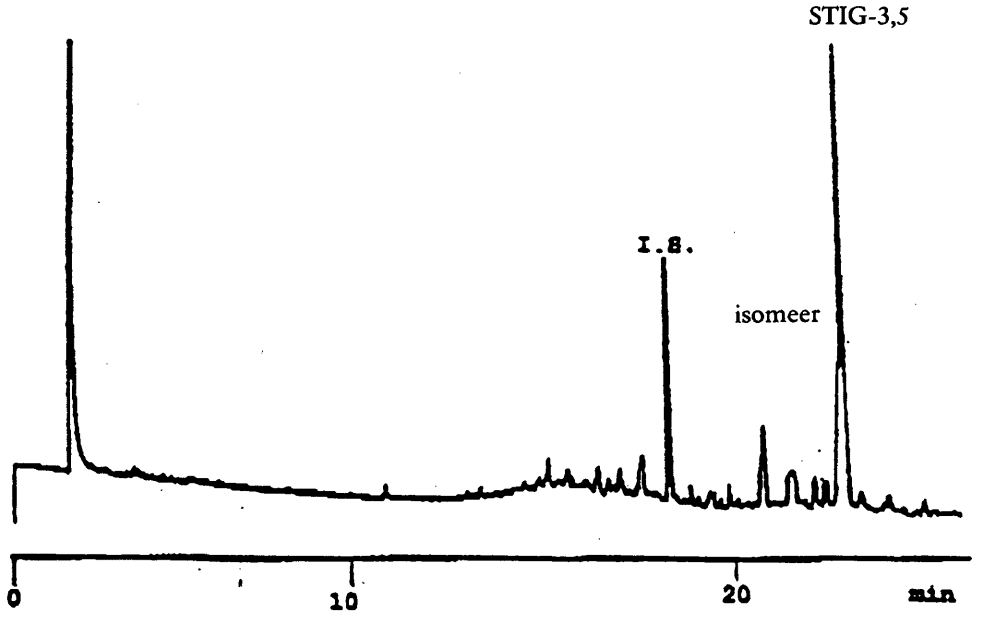
Figuur 1

Gaschromatogrammen van olijfoliemonsters over een fused-silica capillaire kolom (inwendige diameter 0,25 mm en lengte 25 m), gecoat met 5 % fenylmethylsilicon met een laagdikte van 0,25 µm.

a) Eerste fractie (30 ml) van een olijfolie van eerste persing met interne standaard.

b) Tweede fractie (40 ml) van een olijfolie met 0,10 mg/kg stigmastadiënen.

c) Tweede fractie (40 ml) met een kleine hoeveelheid van de eerste fractie.



Figuur 2

Gaschromatogram van een monster van geraffineerde olijfolie over een DB-5-kolom met het isomeer van stigmasta-3,5-dieen.

BIJLAGE II

„2. A. Als olijfolie in de zin van de posten 1509 en 1510 wordt enkel aangemerkt olie die uitsluitend afkomstig is van de behandeling van olijven en die wat het gehalte aan vetzuren en sterolen volgens de analysegegevens betreft de volgende kenmerken heeft :

Tabel I

Vetzuurgehalte in gewichtsprocent van het totale gehalte aan vetzuren

Vetzuren	Percentage
Myristinezuur	M 0,05
Linoleenzuur	M 0,9
Arachidezuur	M 0,6
Eicosaanzuur	M 0,4
Beheenzuur (1)	M 0,3
Lignocerinezuur	M 0,2

M = maximum.

(1) M 0,2 voor de olie in de zin van post 1509.

Tabel II

Sterolgehalte in gewichtsprocent van het totale gehalte aan sterolen

Sterolen	Percentage
Cholesterol	M 0,5
Brassicasterol (1)	M 0,1
Campesterol	M 4,0
Stigmasterol (2)	< Campesterol
Bètasitosterol(3)	m 93,0
Delta-7-stigmasterol	M 0,5

M = maximum,

m = minimum.

(1) M 0,2 tot en met 31 oktober 1995.

(2) Deze voorwaarde geldt niet voor lampolie (onderverdeling 1509 10 10) en voor ruwe olie (onderverdeling 1510 00 10).

(3) Delta-5,23-stigmastadiënol + chlerosterol + bètasitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5,24-stigmastadiënol.

Tot olijfolie in de zin van de posten 1509 et 1510 worden niet gerekend chemisch gewijzigde olijfolie (met name opnieuw veresterde olijfolie) en mengsels van olijfolie met olie van een andere soort. De aanwezigheid van opnieuw veresterde olijfolie of olie van een andere soort wordt vastgesteld met behulp van de in de bijlagen V, VII, X A en X B bij Verordening (EEG) nr. 2568/91 beschreven methoden.

B. Als olijfolie in de zin van onderverdeling 1509 10 worden enkel aangemerkt de in de hierna volgende punten I en II gedefinieerde oliën uit olijven die zijn verkregen langs zuiver mechanische weg of via andere natuurkundige procédés onder omstandigheden, met name thermische, waardoor de kwaliteit van de olie niet wordt aangetast, en die geen andere behandeling hebben ondergaan dan wassen, decanteren, centrifugeren en filtreren, met uitsluiting van oliën die uit olijven zijn verkregen met gebruikmaking van oplosmiddelen (post 1510).

I. Als „olijfolie voor verlichting verkregen bij de eerste persing (lampolie)" in de zin van onderverdeling 1509 10 10 wordt, ongeacht het zuurgehalte, aangemerkt olijfolie met de volgende kenmerken :

a) gehalte aan was, ten hoogste 350 mg/kg ;

b) gehalte aan erythrodiol + uvaol, ten hoogste 4,5 % ;

c) gehalte aan verzadigde vetzuren op de 2-positie van de triglyceriden, ten hoogste 1,3 % ;

d) som van de trans-isomeren van oliezuur, ten hoogste 0,10 % en som van de trans-isomeren van linolzuur + linoleenzuur, ten hoogste 0,10 % ;

en/of

e) een of meer van de volgende kenmerken :

1. peroxydegetal, van minstens 20 meq actieve zuurstof/kg ;
2. totaalgehalte aan vluchtige gehalogeneerde oplosmiddelen, van minstens 0,20 mg/kg en in ieder geval van minstens 0,10 mg/kg voor ieder ervan ;
3. een extinctiecoëfficiënt K_{270} van minstens 0,25 en, na behandeling van de olie over een kolom geactiveerd aluminiumoxyde, niet hoger dan 0,11 ; oliën met een gehalte aan vrije vetzuren, berekend als oliezuur, hoger dan 3,3 g/100 g mogen na behandeling over een kolom geactiveerd aluminiumoxyde volgens de methode in bijlage IX van Verordening (EEG) nr. 2568/91 een extinctiecoëfficient K_{270} hebben hoger dan 0,10 ; in dat geval moeten de oliën, na neutralisering en ontkleuring in het laboratorium, in overeenstemming met de in bijlage XIII van de bovengenoemde verordening aangegeven methode, de volgende kenmerken hebben :

   — extinctiecoëfficient K_{270} niet hoger dan 1,20,

   — variatie van de extinctiecoëffciënt (ΔK) in de nabijheid van 270 nm hoger dan 0,01 en niet hoger dan 0,16, dat wil zeggen :

   $\Delta K = K_m - 0{,}5\ (K_{m-4} + K_{m+4})$

   K_m = de extinctiecoëfficiënt bij de golflengte van het maximum van de absorptiecurve in de nabijheid van 270 nm,

   K_{m-4} en K_{m+4} = de extinctiecoëfficiënten bij de golflengten die 4 nm lager, respectievelijk 4 nm hoger zijn dan die bij K_m ;

4. organoleptische kenmerken waarbij onvolkomenheden waarneembaar zijn met een intensiteit die de aanvaardbaarheidsgrens overschrijdt en een door het proefpanel volgens de methode in bijlage XII bij Verordening (EEG) nr. 2568/91, vastgesteld beoordelingscijfer beneden 3,5 ;
5. gehalte aan stigmastadiënen ten hoogste 0,50 mg/kg.

II. Als „andere olijfolie verkregen bij de eerste persing" in de zin van onderverdeling 1509 10 90 wordt aangemerkt olijfolie met de volgende kenmerken :

a) zuurtegraad, berekend als oliezuur, ten hoogste 3,3 g/100 g ;

b) peroxydegetal, ten hoogste 20 meq actieve zuurstof/kg ;

c) gehalte aan was, ten hoogste 250 mg/kg ;

d) totaalgehalte aan vluchtige gehalogeneerde oplosmiddelen, ten hoogste 0,20 mg/kg en in ieder geval ten hoogste 0,10 mg/kg voor ieder ervan ;

e) extinctiecoëfficiënt K_{270} niet hoger dan 0,25 en, na behandeling van de olie over een kolom geactiveerd aluminiumoxyde, ten hoogste 0,10 ;

f) variatie van de extinctiecoëfficiënt (ΔK) in de nabijheid van 270 nm, ten hoogste 0,01 ;

g) organoleptische kenmerken waarbij onvolkomenheden waarneembaar zijn met een intensiteit die de aanvaardbaarheidsgrens niet overschrijdt en een door het proefpanel, volgens de methode in de bijlage XII bij Verordening (EEG) nr. 2568/91, vastgesteld beoordelingscijfer van minstens 3,5 ;

h) gehalte aan erythrodiol + uvaol, ten hoogste 4,5 % ;

ij) gehalte aan verzadigde vetzuren op de 2-positie van de triglyceriden, ten hoogste 1,3 % ;

k) som van de trans-isomeren van oliezuur ten hoogste 0,05 % en som van de trans-isomeren van linolzuur + linoleenzuur ten hoogste 0,05 % ;

l) gehalte aan stigmastadiënen ten hoogste 0,15 mg/kg.

C. Als olijfolie in de zin van onderverdeling 1509 90 wordt aangemerkt olijfolie die is verkregen door behandeling van olie van de onderverdelingen 1509 10 10 en/of 1509 10 90, ook indien versneden met olijfolie verkregen bij de eerste persing, met de volgende kenmerken :

a) zuurtegraad, berekend als oliezuur, ten hoogste 1,5 g/100 g ;

b) gehalte aan was, ten hoogste 350 mg/kg ;

c) extinctiecoëfficiënt K_{270} ten hoogste 1,0 ;

d) variatie van de extinctiecoëfficiënt (ΔK) in de nabijheid van 270 nm niet hoger dan 0,13 ;

e) gehalte aan erythrodiol + uvaol, ten hoogste 4,5 % ;

f) gehalte aan verzadigde vetzuren op de 2-positie van de triglyceriden, ten hoogste 1,5 % ;

g) som van de trans-isomeren van oliezuur, ten hoogste 0,20 % en som van de trans-isomeren van linolzuur + linoleenzuur, ten hoogste 0,30 %.

D. Als ruwe oliën in de zin van onderverdeling 1510 00 10 worden met name aangemerkt de oliën uit afvallen van olijven met de volgende kenmerken ;

a) zuurtegraad, berekend als oliezuur, gelijk aan of hoger dan 2 g/100 g ;

b) gehalte aan erythrodiol + uvaol, gelijk aan of hoger dan 12 % ;

c) gehalte aan verzadigde vetzuren op de 2-positie van de triglyceriden, ten hoogste 1,8 % ;

d) som van de trans-isomeren van oliezuur, ten hoogste 0,20 %, en som van de trans-isomeren van linolzuur + linoleenzuur, ten hoogste 0,10 %.

E. Als oliën van onderverdeling 1510 00 90 worden aangemerkt zowel de oliën die zijn verkregen door behandeling van de oliën van onderverdeling 1510 00 10, ook indien versneden met olijfolie verkregen bij de eerste persing, als de oliën die niet de kenmerken hebben als bedoeld in de aanvullende aantekeningen 2.B, 2.C en 2.D, op voorwaarde dat het gehalte aan verzadigde vetzuren op de 2-positie van de triglyceriden ten hoogste 2,0 % bedraagt en de som van de trans-isomeren van oliezuur niet hoger is dan 0,40 % en die van de trans-isomeren van linolzuur + trans-linoleenzuur niet hoger dan 0,35 %.

3. Tot de onderverdelingen 1522 00 31 en 1522 00 39 behoren niet :

a) afvallen, afkomstig van de bewerking van vetstoffen, die olie bevatten waarvan het joodgetal, bepaald volgens de in bijlage XVI van Verordening (EEG) nr. 2568/91 vastgestelde methode, kleiner is dan 70 of groter dan 100 ;

b) afvallen, afkomstig van de bewerking van vetstoffen, die olie bevatten met een joodgetal tussen 70 en 100, maar waarbij het oppervlak van de piek die overeenkomt met de retentietijd van bètasitosterol (1), bepaald volgens de methode in bijlage V van Verordening (EEG) nr. 2568/91, minder bedraagt dan 93 % van de totale oppervlak van de sterolpieken.

4. Voor de vaststelling van de kenmerken van bovengenoemde produkten worden de analysemethoden gebruikt die zijn beschreven in de bijlagen bij Verordening (EEG) nr. 2568/91.

---

(1) Delta-5,23-stigmastadiënol + chlerosterol + bètasitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5,24-stigmastadiënol."