31995R0656

29.3.1995 *EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA* L 69/1

KOMISJONI MÄÄRUS (EÜ) nr 656/95, 28. märts 1995, millega muudetakse oliiviõli ja oliivijääkidest saadud õli karakteristikuid ning nendega seotud analüüsimeetodeid käsitlevat nõukogu määrust (EMÜ) nr 2568/91 ning tariifi- ja statistikanomenklatuuri ning ühist tollitariifistikku käsitlevat nõukogu määrust (EMÜ) nr 2658/87

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse õli- ja rasvaturu ühist korraldust käsitlevat nõukogu 22. septembri 1966. aasta määrust nr 136/66/EMÜ [1] (viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 3179/93 [2]), eeskätt selle artiklit 35a,

võttes arvesse tariifi- ja statistikanomenklatuuri ning ühist tollitariifistikku käsitlevat nõukogu 23. juuli 1987. aasta määrust (EMÜ) nr 2658/87 [3] (viimati muudetud komisjoni määrusega (EÜ) nr 3330/94) [4], eeskätt selle artiklit 9,

ning arvestades, et:

komisjoni määruses (EMÜ) nr 2568/91, [5] mida on viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 2632/94, [6] on määratletud oliiviõli ja oliivijääkidest saadud õli karakteristikud ning nendega seotud analüüsimeetodid; määrusega (EMÜ) nr 2568/91 on ka muudetud määruse (EMÜ) nr 2658/87 I lisas esitatud koondnomenklatuuri 15. peatüki lisamärkusi 2, 3 ja 4;

seoses teadusliku uurimistöö edusammudega tuleb määruses (EMÜ) nr 2568/91 määratletud oliiviõli karakteristikuid muuta, selleks et paremini tagada turustatavate toodete kvaliteeti, samuti tuleb määratleda asjakohased analüüsimeetodid;

kogemused näitavad, et on vaja trilinoleiini määramismeetodite teatavat kohandamist; selleks et jätkata ühtlustamist Rahvusvahelise Oliiviõli Nõukogu poolt kehtestatud rahvusvaheliste standarditega, tuleb kohandada ka mõningaid oliiviõli ja oliivijääkidest saadud õli karakteristikute piirmäärasid;

eespool mainitud oliiviõli karakteristikute muutmine nõuab koondnomenklatuuri 15. peatüki lisamärkuste 2, 3 ja 4 muutmist;

uute standarditega kohanemiseks ja vajalike rakendusmeetmete võtmiseks on tarvis aega ning selleks, et vältida häireid kaubanduses, tuleb käesoleva määruse jõustumine ligikaudu kaheks kuuks edasi lükata ning sätestada enne käesoleva määruse jõustumist pakendatud õli müük teatava tähtaja jooksul;

seega tuleb muuta määrusi (EMÜ) nr 2658/87 ja (EMÜ) nr 2568/91, mille XIV lisaga on muudetud kõnesolevaid lisamärkusi;

käesolevas määruses ettenähtud meetmed on kooskõlas õli- ja rasvaturu korralduskomitee arvamusega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

Artikkel 1

Määrust (EMÜ) nr 2568/91 muudetakse järgmiselt.

1. Artiklisse 2 lisatakse järgmine taane:

   "— stigmastadieenide määramise korral meetod, mis on määratletud XVII lisas."

2. Lisasid muudetakse kooskõlas käesoleva määruse I lisaga.

---

[1] EÜT 172, 30.9.1966, lk 3025/66.
[2] EÜT L 285, 20.11.1993, lk 9.
[3] EÜT L 256, 7.9.1987, lk 1.
[4] EÜT L 350, 31.12.1994, lk 51.
[5] EÜT L 248, 5.9.1991, lk 1.
[6] EÜT L 280, 29.10.1994, lk 43

Artikkel 2

Määruse (EMÜ) nr 2658/87 I lisas esitatud koondnomenklatuuri 15. peatüki lisamärkused 2, 3 ja 4 asendatakse käesoleva määruse II lisa tekstiga.

Artikkel 3

Käesolev määrus jõustub 60. päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Ühenduste Teatajas*.

Käesolevat määrust ei kohaldata oliiviõli ja oliivijääkidest saadud õli suhtes, mis on pakendatud enne selle jõustumiskuupäeva ja turustatud 10. kuu lõpuks pärast seda kuupäeva.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 28. märts 1995

Komisjoni nimel

komisjoni liige

Franz FISCHLER

I LISA

1. Määruse (EMÜ) nr 2568/91 lisade kokkuvõttele pannakse järgmine pealkiri:
"Lisa XVII. Stigmastadieenide määramine taimeõlides .....84".

2. Lisa I asendatakse järgmiste tabelite ja tekstiga:

"I LISA

OLIIVIÕLI KARAKTERISTIKUD

Liik	Vabad happed, %	Peroksiidiarv, mekv O_2/kg	Halogeenitud lahustid, mg/kg (1)	Vahad mg/kg	Küllastunud rasvhapped triglütseriidide 2. positsioonis, %	Stig mastadieenid, (2) mg/kg	Erütrodiool + uvaolool %	Trilinoleiin, %	Kolesterool, %	Brassikasterool, %	Kampesterool %	Stigmasterool, %	β-sitosterool (3) %	Δ^7 - stigmastenool, %	Kõik steroolid, mg/kg
1. Esmane oliiviõli, ekstra	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. Esmane oliiviõli	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. Harilik oliiviõli	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. Esmane oliiviõli lambi jaoks	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. Rafineeritud oliiviõli	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. Oliiviõli	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. Oliivijääkidest saadud toorõli	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. Oliivijääkidest saadud rafineeritud õli	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	< Kamp.	m 93,0	M 0,5	m 1800
9. Oliivijääkidest saadud õli	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

(1) Elektronihaardedetektori abil määratavate ühendite summaarne ülemine piirsisaldus. Iga eraldi määratava lahusti korral on ülemine piirsisaldus 0,10 mg/kg.

(2) Kapillaarkolonnis lahknevate või mittelahknevate isomeeride sisalduste summa.

(3) $\Delta^{5,23}$ - stigmastadienool + kolesterool + β-sitosterool + sitostanool + Δ^5 - avenasterool + $\Delta^{5,24}$ - stigmastadienool.

Märkus:

Kui mõni tabelis märgitud karakteristikutest jääb väljapoole lubatud piire, ei peeta õli kuuluvaks vastavasse liiki.

M = ülemine piirsisaldus, m = alumine piirsisaldus.

Liik	Happe sisaldus						Oleiinhappe trans-isomeeride sisalduste summa, %	Linoolhappe ja linoleenhappe trans-isomeeride sisalduste summa, %	K_{232}	K_{270}	K_{270} pärast töötlemist alumiiniumoksiidiga	ΔK	Ekspertide rühma poolt antud hinne
	Müristiinhape, %	Linoleenhape, %	Arahhiinhape, %	Eikoseenhape %	Beheenhape %	Lignotseriinhape %							
1. Esmane oliiviõli, ekstra	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. Esmane oliiviõli	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. Harilik oliiviõli	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. Esmane oliiviõli lambi jaoks	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. Rafineeritud oliiviõli	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. Oliiviõli	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. Oliivijääkidest saadud toorõli	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. Oliivijääkidest saadud rafineeritud õli	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2	M 0,42	M 0,35	M 5,50	M 2,50	—	M 0,25	—
9. Oliivijääkidest saadud õli	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2	M 0,20	M 0,35	M 5,30	M 2,00	—	M 0,20	—

Märkus:

Kui mõni tabelis märgitud karakteristikutest jääb väljapoole lubatud piire, ei peeta õli kuuluvaks vastavasse liiki.
Kui K_{270} on suurem vastava liigi korral ettenähtud piirväärtusest, tuleb õli puhtuse kontrollimiseks määrata K_{270} uuesti pärast filtreerimist läbi alumiiniumoksiidi.

M = ülemine piirsisaldus, m = alumine piirsisaldus."

3. VIII lisa märkus 5 asendatakse järgmise tekstiga:

"Märkus 5:

Selleks et trilinoleiini piik kõrvalolevatest piikidest või segavatest ainetest selgesti eralduks, tuleb esmane oliiviõli lambi jaoks ja oliivijääkidest saadud toorõli eelnevalt puhastada järgmise meetodi abil.

200 µl lahjendamata õli absorbeeritakse ränidioksiidkolonnis (SEP PAC silica cartridge-waters part. No 51900), mis on ette nähtud vedelike ekstraheerimiseks tahkiste abil.

Triglütseriidid elueeritakse kuni 20 sekundi kestel 20 ml veevaba HPLCs kasutatava heksaaniga.

Eluaat aurutatakse kokku lämmastikuvoolus ja lahustatakse isopropanoolis või atsetoonis (5 ml). 10-20 µl saadud lahust süstitakse HPLCsse. Võrreldakse õli rasvhappelist koostist ja veendutakse, et see on kasutatava analüüsimeetodi vea piirides enne ja pärast puhastamist ühesugune."

4. Lisatakse XVII lisa:

"XVII LISA

MEETOD STIGMASTADIEENIDE MÄÄRAMISEKS TAIMEÕLIDES

1. EESMÄRK

Stigmastadieenide määramine taimeõlides, mis sisaldavad neid süsivesinikke väikeses kontsentratsioonis, eeskätt esmases oliiviõlis ja oliivijääkidest saadud toorõlis.

2. RAKENDUSALA

Käesolevat standardmeetodit võib rakendada kõigi taimeõlide analüüsimisel, kuid mõõtmistulemused on usaldatavad ainult juhul, kui stigmastadieenide sisaldus on 0,01-4,0 mg/kg. Kuna rafineeritud õlid sisaldavad stigmastadieene, esmased õlid aga neid ei sisalda, sobib see meetod eriti hästi rafineeritud taimeõlide (oliiviõli, oliivijääkidest saadud õli, päevalilleõli, palmiõli jms) kindlakstegemiseks esmases oliiviõlis.

3. PÕHIMÕTE

Isoleeritakse mitteseebistuvad ained. Silikageel-kolonnkromatograafia abil eraldatakse steroidsete süsivesinike fraktsioon ning analüüsitakse seda kapillaargaasikromatograafiliselt.

4. SEADMED

4.1. 250 ml kolvid, mida saab kasutada püstjahutiga.

4.2. 500 ml jaotuslehtrid.

4.3. 100 ml ümarkolvid.

4.4. Pöördauruti.

4.5. Klaasist kromatograafiakolonn (sisediameeter 1,5-2,0 cm; pikkus 50 cm), millel on teflonkraan ja põhjas klaasvillakork või klaasfilter. Silikageelkolonni ettevalmistamiseks valatakse kromatograafiakolonni heksaani umbes 5 cm kõrguseni ja seejärel täidetakse kolonn silikageeli suspensiooniga heksaanis (15 g silikageeli 40 ml heksaani kohta), kandes seda kolonni väikeste heksaaniportsjonite abil. Suspensioonil lastakse settida, rakendades settimise lõpus kerget vibratsiooni. Kolonni lisatakse umbes 0,5 cm paksune kiht veevaba naatriumsulfaati ja lastakse liigsel heksaanil välja voolata.

4.6. Gaasikromatograaf, mis on varustatud leekionisatsioonidetektoriga, voolujaotusega või kolonnile kinnitatud külma injektoriga ning täpsusega ± 1 °C programmeeritava ahjuga.

4.7. Sulatatud ränidioksiidist gaasikromatograafiline kapillaarkolonn (sisediameeter 0,25 või 0,32 mm, pikkus 25 m, kaetud 0,25 µm paksuse 5 % fenüülmetüülsilikoonfaasi kihiga).

Märkus 1:

Võib kasutada ka muid samasuguse või väiksema polaarsusega kolonne.

4.8. Integreeriv isekirjuti, mis võimaldab integreerida miinimumist miinimumini.

4.9. Liimitud nõelaga 5-10 µl gaasikromatograafiline mikrosüstal.

4.10. Elektriline soojendussärk või termokamber.

5. REAKTIIVID

Kui ei ole ette nähtud teisiti, peavad kõik reaktiivid olema analüüsipuhtad. Kasutatakse destilleeritud või vähemalt samaväärse puhtusastmega vett.

5.1. Heksaan või alkaanide segu keemisvahemikuga 65-70° C, destilleeritud läbi rektifitseerimiskolonni.

Märkus 2:

Solvent destilleeritakse lisandite eemaldamiseks.

5.2. Etanool mahuprotsendiga 96.

5.3. Veevaba naatriumsulfaat.

5.4. 10 % kaaliumhüdroksiidi lahus alkoholis. 50 g kaaliumhüdroksiidile lisatakse 10 ml vett, segatakse ja täiendatakse segu maht etanooliga 500 milliliitrini.

Märkus 3:

Kaaliumhüdroksiidi alkoholilahus muutub seismisel pruuniks. See valmistatakse iga päeva uuesti ja seda hoitakse hästi suletud tumedas pudelis.

5.5. Gaasikromatograafiline silikageel 60, 70-230 mešši (Merck, Art. Nr. 7734 vms).

Märkus 4:

Tavaliselt võib pakendist võetud silikageeli kasutada eelneva töötlemiseta. Mõned silikageeli partiid on aga madala aktiivsusega, mis põhjustab halba kromatograafilist lahutamist. Sellist silikageeli tuleb töödelda järgmiselt. Silikageel aktiveeritakse, kuumutades vähemalt 4 tundi 550 °C juures. Seejärel jahutatakse silikageel eksikaatoris ja pannakse korgiga suletavasse kolbi. Lisatakse 2 % vett ja raputatakse, kuni klombid pudenevad laiali ja pulber voolab vabalt.

Selline töötlemine on vajalik juhul, kui teatava silikageeli partii kasutamisel saadakse halvasti eraldunud piigid. Teine võimalus on kasutada eriti puhast silikageeli 60 (Merck, Art. Nr. 7754).

5.6. Kolesta-3, 5-dieeni (Sigma, puhtusaste 99 %) põhilahus heksaanis kontsentratsiooniga 200 miljondikku (10 mg kolesta-3, 5-dieeni 50 ml-s lahuses).

5.7. Kolesta-3, 5-dieeni standardlahus heksaanis kontsentratsiooniga 20 miljondikku; saadakse põhilahuse lahjendamisel.

Märkus 5:

Kui lahuseid 5.6 ja 5.7 säilitatakse madalamal temperatuuril kui 4 °C, püsivad need stabiilsena vähemalt 4 kuud.

5.8. n-nonakosaani lahus heksaanis kontsentratsiooniga ligikaudu 100 miljondikku.

5.9. Kromatograafiline kandegaas: heelium või vesinik, puhtusaste 99,9990 %.

5.10. Leekionisatsioonidetektori töögaasid: 99,9990 % puhtusastmega vesinik ja puhastatud õhk.

6. ANALÜÜSI KÄIK

6.1. **Mitteseebistuva materjali ettevalmistamine**

6.1.1. 250 ml kolvis (4.1) kaalutakse 20 ± 0, 1 g õli, lisatakse 1 ml kolesta-3, 5-dieeni standardlahust (20 µg kolesta-3, 5-dieeni) ja 75 ml 10 % kaaliumhüdroksiidi alkoholilahust, kolb ühendatakse püstjahutiga ja keedetakse segu nõrgalt 30 minutit. Seejärel lastakse kolvil pisut jahtuda (palju jahutada ei tohi, sest proov võib sadeneda). Lisatakse 100 ml vett ja kantakse lahus 100 ml heksaani abil jaotuslehtrisse (4.2). Segu loksutatakse energiliselt 30 sekundit ja lastakse faasidel eralduda.

Märkus 6:

Kui tekib kaua püsiv emulsioon, lisatakse väike kogus etanooli.

6.1.2. Alla kogunenud veefaas kantakse teise jaotuslehtrisse ja ekstraheeritakse veel kord 100 ml heksaaniga. Alumine faas lastakse uuesti välja, valatakse heksaaniekstraktid kokku eraldi jaotuslehtrisse ning pestakse kolm korda 100 ml etanooli ja vee seguga (1:1), nii et pH muutub neutraalseks.

6.1.3. Heksaanilahus filtritakse läbi 50 g veevaba naatriumsulfaadi, pestakse 20 ml heksaaniga ja aurutatakse heksaan välja pöördaurutis alandatud rõhul 30 °C juures.

6.2. **Steroidsete süsivesinike fraktsiooni eraldamine**

6.2.1. Jääk kantakse kahe ühemilliliitrise heksaaniportsjoni abil fraktsioneerimiskolonni, lastakse proovil voolata kolonni, kuni lahuse tase on alanenud naatriumsulfaadikihi ülemise servani, ja alustatakse kromatograafilist aeglast elueerimist heksaaniga kiirusega ligikaudu 1 ml/min. Esimesed 25-30 ml eluaati visatakse ära ja kogutakse seejärel 40 ml fraktsioon. See fraktsioon valatakse 100 ml ümarkolbi (4.3).

Märkus 7:

Esimene fraktsioon sisaldab küllastunud süsivesinikke (joonis 1a) ja teine steroidseid süsivesinikke. Edasisel elueerimisel väljuvad skvaleen ja selle analoogid. Küllastunud süsivesinike ja steroidsete süsivesinike hea lahknemise saavutamiseks on vaja optimeerida fraktsioonide mahud. Selleks tuleb esimese fraktsiooni maht valida nii, et teise fraktsiooni analüüsimisel osutuksid küllastunud süsivesinikele vastavad piigid madalaks (vt joonis 1c); kui need piigid ei ilmne üldse ja standardpiik on madal, tuleb esimese fraktsiooni mahtu vähendada. Esimese ja teise fraktsiooni komponendid ei pea olema siiski täielikult lahknenud, sest kui gaasikromatograafilise analüüsi tingimused on välja reguleeritud 6.3.1 kohaselt, siis gaasikromatograafilise analüüsi piigid ei kattu. Teise fraktsiooni mahu optimeerimine ei ole üldiselt vajalik, sest lahknemine hiljem väljuvatest komponentidest on hea. Kui siiski ilmub suur piik, mille peetumisaeg on ligikaudu 1,5 minutit väiksem kui standardi peetumisaeg, näitab see halba lahutamist.

6.2.2. Teisest fraktsioonist aurutatakse heksaan välja pöördaurutis alandatud rõhul 30 °C juures ja jääk lahustatakse kohe 0,2 ml heksaanis. Lahust hoitakse kuni analüüsini külmikus.

Märkus 8:

Jääke 6.1.3 ja 6.2.2 ei tohi hoida toatemperatuuril kuivalt. Niipea kui need jäägid saadakse, tuleb neile lisada solvent ning säilitada lahust külmikus.

6.3. **Gaasikromatograafia**

6.3.1. Töötingimused voolujaotusega injektsiooni korral:

— injektori temperatuur: 300 °C,

— detektori temperatuur: 320 °C,

— integreeriv isekirjuti: integreerimise parameetrid tuleb kindlaks määrata nii, et pindalade hindamine annaks õigeid tulemusi. Soovitav on kasutada miinimumist miinimumini integreerimise meetodit,

— tundlikkus: 16-kordne miinimumkustumine,

— süstitav kogus: 1 µl,

— ahju temperatuuri programmeerimine: esimese 6 minuti jooksul 235 °C, seejärel tõstetakse kiirusega 2 °C/min väärtuseni 285 °C,

— injektor: voolujaotusega 1:15,

— kandegaas: heelium või vesinik umbes 120 kPa rõhul.

Neid tingimusi võib reguleerida vastavalt kromatograafi ja kolonni karakteristikutele, nii et kromatogrammid vastaksid järgmistele tingimustele: sisestandardi piigi peetumisaeg peab vastama punktis 6.3.2 märgitud ajale umbes 5 minuti täpsusega; sisestandardi piigi kõrgus peab olema vähemalt 80 % kogu skaala kõrgusest.

Gaasikromatograafilise süsteemi kontrollimiseks süstitakse kolestadieeni (5.6) ja n-nonakosaani (5.8) põhilahuste segu. Kolesta-3, 5-dieeni piik peab ilmuma enne n-nonakosaani piiki (joonis 1c); kui see ei toimu, võib kasutada kahte abinõu: alandada ahju temperatuuri ja/või kasutada vähem polaarset kolonni.

6.3.2. Piikide identifitseerimine

Sisestandardi piik ilmub umbes 19. minutil; 3,5-stigmastadieeni suhteline peetumisaeg on umbes 1,29 (vt joonis 1b). 3,5-stigmastadieen esineb koos väikese isomeerilisandiga ja need elueeruvad tavaliselt koos, andes ühe kromatograafilise piigi. Juhul kui kolonn on liiga polaarne või kõrge lahutusvõimega, võib isomeer siiski väljuda väikese piigina enne stigmasta-3, 5-dieeni selle lähedal (vt joonis 2). Selle tagamiseks, et stigmastadieenid elueeruksid ühe piigina, on soovitav kasutada kas väiksema polaarsusega või suurema sisediameetriga kolonni.

Märkus 9:

Võrdlemiseks võib stigmastadieenide piigi saada rafineeritud taimeõli analüüsi teel, kasutades väiksemat proovi kogust (1-2 g). Stigmastadieenid annavad silmatorkava kergesti äratuntava piigi.

6.3.3. Kvantitatiivne analüüs

Stigmastadieenide sisaldus määratakse järgmise valemi abil:

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

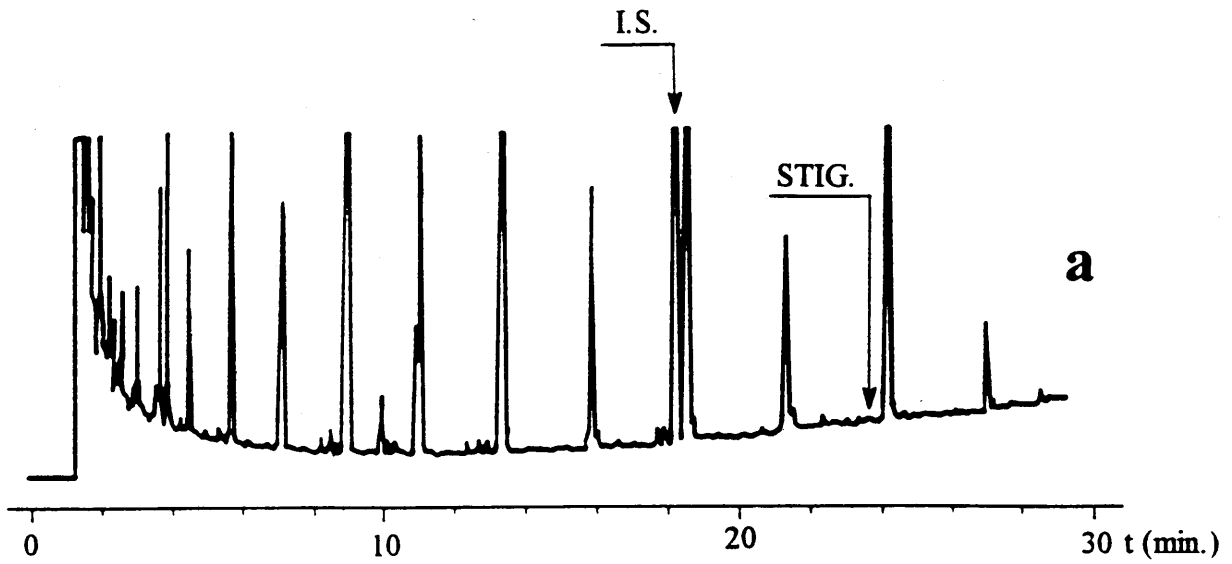
kus: A_s = stigmastadieenide piigi pindala (kui piik lahkneb kahele isomeerile vastavaks piigiks, siis kahe piigi pindalade summa),

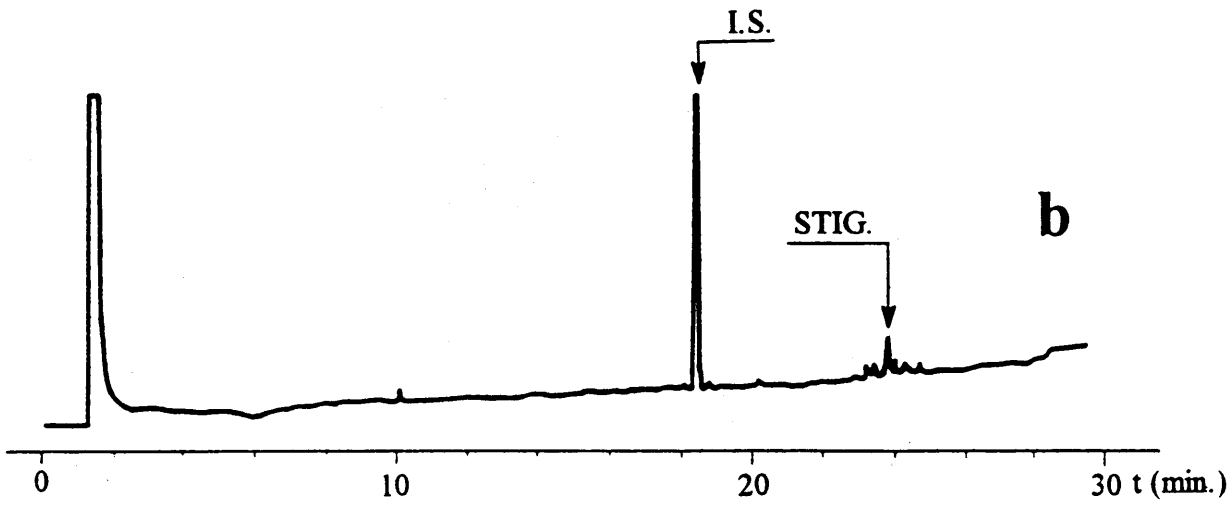
A_c = sisestandardi (kolestadieeni) piigi pindala,

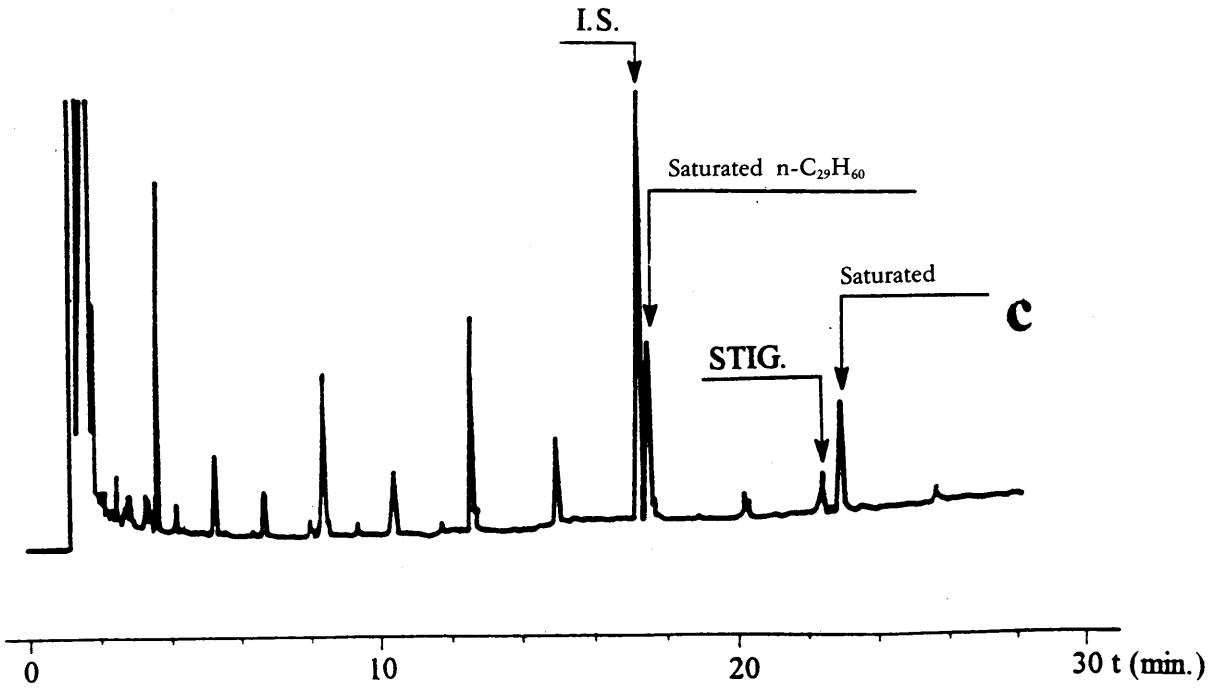
M_c = lisatud standardi mass mikrogrammides,

M_o = võetud õli mass grammides.

Meetodi piirtundlikkus: ligikaudu 0,01 mg/kg."







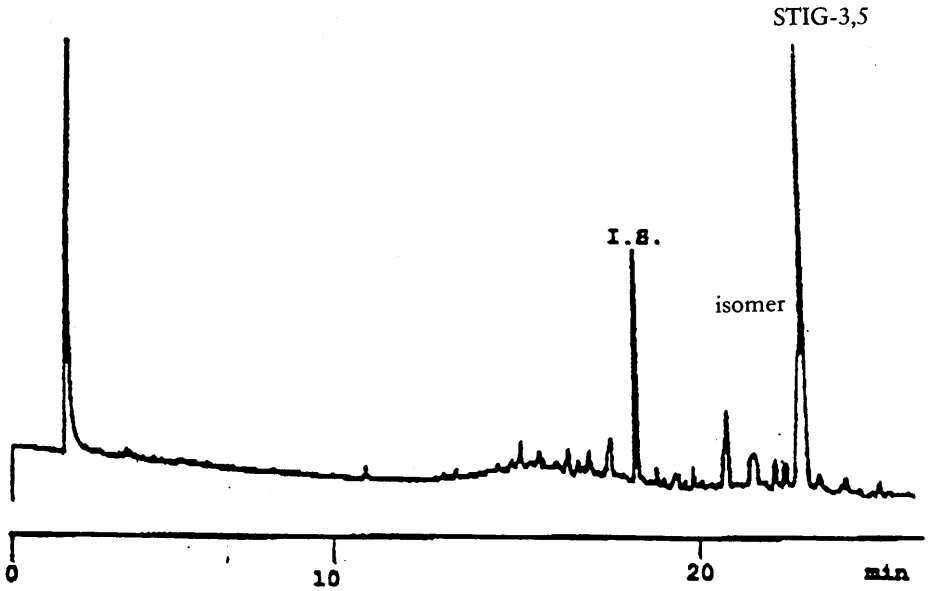
Joonis 1.

Gaasikromatogrammid, mis on saadud katsetes oliiviõli proovidega sulatatud ränidioksiidist kapillaarkolonnis (sisediameeter 0,25 mm, pikkus 25 m, kaetud 0,25 μm paksuse 5 % fenüülmetüülsilikooni kihiga).

a) Esmase õli esimene fraktsioon (30 ml), millele on lisatud standardit.

b) Oliiviõli teine fraktsioon (40 ml), mis sisaldab 0,10 mg/kg stigmastadieene.

c) Teine fraktsioon (40 ml), mis sisaldab väikese koguse esimest fraktsiooni.



Joonis 2.

DB-5-kolonni abil analüüsitud rafineeritud oliiviõliproovi kromatogramm, millel on näha 3,5-stigmastadieeni isomeer.

II LISA

"2. A. Rubriikidesse nr 1509 ja 1510 kuuluvad üksnes need õlid, mis on saadud järgmiste analüütiliste karakteristikutega oliivide töötlemisel:

Tabel I

Rasvhapete protsent kõigist rasvhapetest

Rasvhape	Protsent
Müristiinhape	M 0,05
Linoleenhape	M 0,9
Arahhiidhape	M 0,6
Eikoseenhape	M 0,4
Beheenhape (1)	M 0,3
Lignotseriinhape	M 0,2

(1) Õlide puhul, mis kuuluvad rubriiki nr 1509, on M 0,2.

M = ülemine piirsisaldus

Tabel II

Steroolide protsent kõikidest steroolidest

Sterool	Protsent
Kolesterool	M 0,5
Brassikasterool (1)	M 0,1
Kampesterool	M 4,0
Stigmasterool (2)	< kampesterool
β-sitosterool (3)	m 93,0
Δ^7 - stigmasterool	M 0,5

(1) Kuni 31.10.1995 kohaldatakse piirsisaldust M 0,2.

(2) Seda tingimust ei kohaldata lambi jaoks mõeldud esmase oliiviõli (alamrubriik 1509 10 10) ja oliivijääkidest saadud õli (alamrubriik 1510 00 10) suhtes.

(3) $\Delta^{5,23}$ - stigmastadienool + kolesterool + β-sitosterool + sitostanool + Δ^5 - avenasterool + $\Delta^{5,24}$ - stigmastadienool.

m = alumine piirsisaldus
M = ülemine piirsisaldus

Rubriikidesse nr 1509 ja 1510 ei kuulu keemiliselt modifitseeritud oliiviõli (eelkõige ümberesterdatud oliiviõli) ja oliiviõli ning muude õlide segud. Ümberesterdatud oliiviõli ja muude õlide olemasolu tehakse kindlaks määruse (EMÜ) nr 2568/91 lisades V, VI, X A ja X B määratletud meetodite abil.

B. Alamrubriiki 1509 10 kuuluvad ainult need I ja II jaos määratletud oliiviõlid, mis on saadud üksnes mehaaniliste või muude füüsikaliste meetodite abil ja sellistes tingimustes (eeskätt sellisel temperatuuril), mis ei halvenda õli omadusi, ning mille töötlemisel ei ole peale pesemise, dekanteerimise, tsentrifuugimise või filtreerimise muid meetodeid kasutatud. Lahusti abil oliividest saadud õlid kuuluvad rubriiki nr 1510.

I. Alamrubriigis nr 1509 10 10 tähendab mõiste "esmane oliiviõli lambi jaoks" mis tahes happelisusega õli:

a) mis sisaldab kuni 350 mg/kg vaha;

b) mis sisaldab kuni 4,5 % erütrodiooli ja uvaooli;

c) mis sisaldab kuni 1,3 % küllastunud rasvhappeid triglütseriidide 2. positsioonis;

d) mis sisaldab kuni 0,10 % oleiinhappe ning kokku kuni 0,10 % linoolhappe ja linoleenhappe *trans*-isomeere;

e) millel on vähemalt üks järgmistest tunnustest:

1) peroksiidiarv vähemalt 20 mekv O_2/kg;

2) lenduvate halogeenitud solventide üldsisaldus vähemalt 0,20 mg/kg või ühe solvendi sisaldus vähemalt 0,10 mg/kg;

3) ekstinktsioonikoefitsient (K_{270}) vähemalt 0,250; pärast õli töötlemist aktiveeritud alumiiniumoksiidiga ei tohi see koefitsient olla suurem kui 0,11. Pärast määruse (EMÜ) nr 2568/91 IX lisas määratletud meetodi kohast filtreerimist läbi aktiveeritud alumiiniumoksiidi võib mõne õli puhul, mis sisaldab 100 grammis rohkem kui 3,3 g vabu rasvhappeid oleiinhappe ekvivalentkaalus, ekstinktsioonikoefitsient tegelikult osutuda suuremaks kui 0,10. Sellisel juhul peavad õli karakteristikud pärast laboratoorset neutraliseerimist ja valastamist vastavalt mainitud määruse XIII lisas määratletud meetodile vastama järgmistele tingimustele:

— ekstinktsioonikoefitsient (K_{270}) ei tohi olla suurem kui 1,20,

— ekstinktsioonikoefitsiendi muutus (ΔK) 270 nm ümbruses peab olema suurem kui 0,01, kuid ei tohi ületada väärtust 0,16, kusjuures

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

kus K_m = ekstinktsioonikoefitsient lainepikkusel, mis vastab neeldumiskõvera maksimumile 270 nm ümbruses,

K_{m-4} ja K_{m+4} = ekstinktsioonikoefitsiendid neeldumiskõvera maksimumile vastavast lainepikkusest 4 nm võrra väiksemal ja suuremal lainepikkusel;

4) lubatust suuremad defektid ja ekspertide rühma poolt määruse (EMÜ) nr 2568/91 XII lisa kohaselt antud organoleptilise iseloomustuse hinne, mis on madalam kui 3,5;

5) stigmastadieenide sisaldus mitte üle 0,50 mg/kg.

II. Alamrubriigis nr 1509 10 90 tähendab mõiste "esmane oliiviõli" oliiviõli, millel on järgmised omadused:

a) sisaldab 100 g kohta kuni 3,3 g happeid oleiinhappe ekvivalentkaalus;

b) peroksiidiarv kuni 20 mekv O_2/kg;

c) vahasisaldus kuni 250 mg/kg;

d) lenduvate halogeenitud solventide üldsisaldus kuni 0,20 mg/kg või ühe solvendi sisaldus kuni 0,10 mg/kg;

e) ekstinktsioonikoefitsient (K_{270}) kuni 0,250; pärast õli töötlemist aktiveeritud alumiiniumoksiidiga kuni 0,10;

f) ekstinktsioonikoefitsiendi muutus (ΔK) 270 nm ümbruses kuni 0,01;

g) lubatud kõrvalekallete piiridesse jäävad defektid ja ekspertide rühma määruse (EMÜ) nr 2568/91 XII lisa kohaselt antud organoleptilise iseloomustuse hinne, mis on vähemalt 3,5;

h) erütrodiooli- ja uvaoolisisaldus kuni 4,5 %;

ij) küllastunud rasvhapete sisaldus triglütseriidide 2. positsioonis kuni 1,3 %;

k) oleiinhappe *trans*-isomeeride sisaldus kuni 0,05 %; linoolhappe ja linoleenhappe *trans*-isomeeride sisalduste summa kuni 0,05 %;

l) stigmastadieenide sisaldus kuni 0,15 mg/kg.

C. Alamrubriik 1509 90 hõlmab oliiviõlisid, mis on saadud alamrubriiki 1509 10 10 või 1509 10 90 kuuluvate oliiviõlide töötlemisel; alamrubriigi 1509 90 õli võib olla või mitte olla segatud esmase oliiviõliga ning selle omadused peavad vastama järgmistele tingimustele:

a) sisaldab 100 g kohta kuni 1,5 g happeid oleiinhappe ekvivalentkaalus;

b) vahasisaldus kuni 350 mg/kg;

c) ekstinktsioonikoefitsient (K_{270}) kuni 1,0;

d) ekstinktsioonikoefitsiendi muutus (ΔK) 270 nm ümbruses kuni 0,13;

e) erütrodiooli- ja uvaoolisisaldus kuni 4,5 %;

f) küllastunud rasvhapete sisaldus triglütseriidide 2. positsioonis kuni 1,5 %;

g) oleiinhappe *trans*-isomeeride sisaldus kuni 0,20 %; linoolhappe ja linoleenhappe *trans*-isomeeride sisalduste summa kuni 0,30 %.

D. Alamrubriigis nr 1510 00 10 tähendab mõiste "toorõli" õli, eeskätt oliivijääkidest saadud õli, millel on järgmised omadused:

a) sisaldab 100 g kohta vähemalt 2 g happeid oleiinhappe ekvivalentkaalus;

b) erütrodiooli- ja uvaoolisisaldus vähemalt 12 %;

c) küllastunud rasvhapete sisaldus triglütseriidide 2. positsioonis kuni 1,8 %;

d) oleiinhappe *trans*-isomeeride sisaldus kuni 0,20 %; linoolhappe ja linoleenhappe *trans*-isomeeride sisalduste summa kuni 0,10 %.

E. Alamrubriik 1510 00 90 hõlmab õlisid, mis on saadud alamrubriiki 1510 00 10 kuuluvate õlide töötlemisel; alamrubriigi 1510 00 90 õli võib olla või mitte olla segatud esmase oliiviõliga ja õlidega, millel ei ole lisamärkustes 2 B, 2 C ja 2 D märgitud omadusi; selle küllastunud rasvhapete sisaldus triglütseriidide 2. positsioonis ei tohi ületada 2,0 %, oleiinhappe *trans*-isomeeride sisaldus peab olema väiksem kui 0,4 %, linoolhappe ja linoleenhappe *trans*-isomeeride sisalduste summa väiksem kui 0,35 %.

3. Alamrubriikidesse 1522 00 31 ja 1522 00 39 ei kuulu:

a) jäägid, mis tekivad rasvainete töötlemisel, milles sisalduva õli joodiarv, mis on leitud määruse (EMÜ) nr 2568/91 XVI lisas määratletud meetodi kohaselt, on väiksem kui 70 või suurem kui 100;

b) jäägid, mis tekivad rasvainete töötlemisel, milles sisalduva õli joodiarv on suurem kui 70, kuid väiksem kui 100 juhul, kui nende määruse (EMÜ) nr 2568/91 V lisa kohaselt määratud β-sitosterooli peetumisajale vastava piigi pindala on alla 93,0 % steroolipiikide kogupindalast [1]

4. Analüütilised meetodid eespool käsitletud toodete omaduste määramiseks on määratletud määruse (EMÜ) nr 2568/91 lisades.

---

[1] $\Delta^{5,23}$ - stigmastadienool + kolesterool + β-sitosterool + sitostanool + Δ^{5} - avenasterool + $\Delta^{5,24}$ - stigmastadienool."