31995R0656

1995.3.29. *AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA* L 69/1

A BIZOTTSÁG 656/95/EK RENDELETE
(1995. március 28.)
az olívaolaj és az olívamaradék-olaj jellemzőiről és az ezekre vonatkozó elemzési módszerekről szóló 2568/91/EGK rendelet, illetve a vám- és statisztikai nómenklatúráról, valamint a közös vámtarifáról szóló 2658/87/EGK tanácsi rendelet módosításáról

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel a legutóbb a 3179/93/EK rendelettel ([1]) módosított, az olajok és zsírok piaca közös szervezésének létrehozásáról szóló, 1966. szeptember 22-i 136/66/EGK tanácsi rendeletre ([2]) és különösen annak 35a. cikkére,

tekintettel a legutóbb a 3330/94/EK rendelettel ([3]) módosított, a vám- és statisztikai nómenklatúráról, valamint a közös vámtarifáról szóló, 1987. július 23-i 2658/87/EGK tanácsi rendeletre ([4]) és különösen annak 9. cikkére,

mivel a legutóbb a 2632/94/EK rendelettel ([5]) módosított 2568/91/EGK bizottsági rendelet ([6]) meghatározza az olívaolaj és az olívamaradék-olaj jellemzőit és azok elemzésének módszereit; mivel a 2568/91/EGK rendelet módosítja a 2658/87/EGK rendelet I. mellékletében szereplő Kombinált Nómenklatúra 15. árucsoportjának 2., 3. és 4. kiegészítő megjegyzését is;

mivel a kutatások terén elért fejlődés alapján az olívaolajoknak a 2568/91/EGK rendeletben meghatározott jellemzőit módosítani kell, hogy minél nagyobb mértékben biztosítsák a forgalomba hozott termékek tisztaságát, és meg kell határozni a megfelelő elemzési módszert;

mivel a tapasztalat azt mutatja, hogy szükség van a trilinolein-tartalom meghatározására szolgáló módszer módosítására; mivel ezenfelül a Nemzetközi Olívaolaj Tanács által meghatározott nemzetközi előírásokkal történő harmonizációs folyamat folytatása céljából módosítani kell az olívaolaj és olívamaradék-olaj jellemzőire vonatkozó egyes határértékeket;

mivel az olívaolajok jellemzőinek fenti módosítása következtében a Kombinált Nómenklatúra 15. árucsoportja 2., 3. és 4. kiegészítő megjegyzésének módosítására is szükség van;

mivel az új előírásokhoz való alkalmazkodás és az alkalmazásukhoz szükséges eszközök bevezetése, illetve a kereskedelem megzavarásának elkerülése érdekében megközelítőleg két hónappal el kell halasztani e rendelet hatálybalépését, továbbá rendelkezéseket szükséges hozni a rendelet hatálybalépése előtt csomagolt olajok előírt időn belül történő felhasználásáról;

mivel ezért módosítani kell a 2658/87/EGK rendeletet, illetve a 2568/91/EGK rendeletet, amelynek XIV. melléklete módosította a fenti kiegészítő megjegyzéseket;

mivel az e rendeletben szereplő előírások összhangban vannak az Olaj- és Zsírpiaci Irányítóbizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT A RENDELETET:

1. cikk

A 2568/91/EGK rendelet a következők szerint módosul:

1. a 2. cikk a következő francia bekezdéssel egészül ki:

   „– a sztigmasztadiének mennyiségének meghatározásához a XVII. mellékletben meghatározott módszer”;

2. a mellékletek e rendelet I. melléklete szerint módosulnak.

([1]) HL L 285., 1993.11.20., 9. o.
([2]) HL 172., 1966.9.30., 3025/66. o.
([3]) HL L 350., 1994.12.31., 51. o.
([4]) HL L 256., 1987.9.7., 1. o.
([5]) HL L 280., 1994.10.29., 43. o.
([6]) HL L 248., 1991.9.5., 1. o.

2. cikk

A 2658/87/EGK rendelet I. mellékletében szereplő Kombinált Nómenklatúra 15. árucsoportjának 2., 3. és 4. kiegészítő megjegyzése helyébe az e rendelet II. melléklete szerinti szöveg lép.

3. cikk

Ez a rendelet az *Európai Közösségek Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő 60. napon lép hatályba.

A rendelet nem vonatkozik a hatálybalépését megelőzően csomagolt és a hatálybalépését követő 10. hónap végéig forgalomba hozott olívaolajra és olívamaradék-olajra.

Ez a rendelet teljes egészében kötelező és közvetlenül alkalmazandó valamennyi tagállamban.

Kelt Brüsszelben, 1995. március 28-án.

a Bizottság részéről

Franz FISCHLER

a Bizottság tagja

I. MELLÉKLET

1. A 2568/91/EGK rendelet mellékleteinek összefoglalása az alábbi címmel egészül ki:
„XVII. melléklet: A sztigmasztadiének mennyiségének meghatározása a növényi olajokban .....84”

2. Az I.melléklet helyébe az alábbi táblázatok és szöveg lépnek:

„I. MELLÉKLET

AZ OLÍVAOLAJOK JELLEMZŐI

Típus	Savasság %	Peroxid-szám meq/O_2/kg	Halogénezett oldószerek mg/kg (1)	Viaszok mg/kg	Telített zsírsavak a triglicerid 2. pozíciójában %	Sztigmasztadiének (2) mg/kg	Eritrodiol és uvaol %	Trilinolein %	Koleszterin %	Brassicaszterin %	Campeszterin %	Stigmaszterin %	Beta-szitoszterin (3) %	Delta-7-stigmaszterin %	Összes szterin mg/kg
1. Extra szűz olívaolaj	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. Szűz olívaolaj	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. Közönséges olívaolaj	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. Szűz lampante olívaolaj	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. Finomított olívaolaj	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. Olívaolaj	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. Nyers olívamaradék-olaj	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. Finomított olívamaradék-olaj	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. Olívamaradék-olaj	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

(1) Összesített felső határ az elektronbefogásos detektor által érzékelt vegyületekre. A különállóan érzékelt vegyületek felső határa 0,10 mg/kg.

(2) A kapillárisoszloppal leválasztható (vagy nem leválasztható) izomerek összege.

(3) Delta-5- 23-sztigmasztadienol + koleszterin + szitoszterin + szitosztanol + delta-5-avenoszterin + delta-5- 24-sztigmasztadienol.

Megjegyzés:

Egy olaj abban az esetben nem fogadható el, amennyiben bármely jellemzője kívül esik a meghatározott határértékeken.

M = maximum, m = minimum

Típus	Savösszetétel						A transz-olajizomerek összege (%)	A transzlinol- és transzlinolén -izomerek összege (%)	K_{232}	K_{270}	K_{270} timföldön történt átvezetést követően	Delta K	Kóstolói csoport tesztje
	Mirisztinsav %	Linolénsav %	Arachidénsav %	Eicosanoinsav %	Behénsav %	Lignocerinsav %							
1. Extra szűz olívaolaj	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. Szűz olívaolaj	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. Közönséges olívaolaj	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. Szűz lampante olívaolaj	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. Finomított olívaolaj	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. Olívaolaj	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. Nyers olívamaradék-olaj	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. Finomított olívamaradék-olaj	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. Olívamaradék-olaj	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	–

Megjegyzés:

Egy olaj abban az esetben nem fogadható el, amennyiben bármely jellemzője kívül esik a meghatározott határértékeken.
A tisztaság meghatározása céljából, amennyiben a K_{270} meghaladja az érintett kategóriára vonatkozó határértéket, a tisztaságot a timföldön való átvezetésen ismételten meg kell határozni.

M = maximum, m = minimum

3. A VIII. melléklet 5. megjegyzése helyébe a következő szöveg lép:

„*5. megjegyzés:*

A trilinolein csúcs szomszédos csúcsoktól vagy bármilyen zavaró anyagtól való egyértelmű elkülönítése érdekében a lampante szűz olajat és a nyers olívamaradék-olajat előzőleg finomítani kell az alábbi eljárás szerint:

Itasson fel 200 µl hígítatlan olajat kovaföld oszlopban folyadék-szilárd extraháláshoz (típus: SEP PAC kovaföld töltet, alkatrészszám: 51900).

Eluálja a nagy teljesítményű folyadékkromatográfiához a trigliceridet 20 ml vízmentes hexánnal legfeljebb 20 másodpercen keresztül.

Szárítsa meg az eluált terméket nitrogénáramban és oldja fel izopropanolban vagy acetonban (5 ml). Fecskendezzen be 10-20 µl oldatot a nagy teljesítményű folyadékkromatográfiás berendezésbe. Az olaj zsírsavösszetételét ellenőrizni kell annak biztosítása érdekében, hogy az – az elfogadott elemzési módszer pontossági tartományán belül – a finomítást megelőzően és azt követően ne változzon."

4. A rendelet az alábbi XVII. melléklettel egészül ki:

„*XVII. MELLÉKLET*

A NÖVÉNYI OLAJOK SZTIGMASZTADIÉN-ÖSSZETÉTELÉNEK MEGHATÁROZÁSA

1. CÉL

A sztigmasztadiének meghatározása az e szénhidrogéneket alacsony koncentrációban tartalmazó növényi olajokban, különösen szűz olajban és nyers olívamaradék-olajban.

2. HATÁLY

Ez a szabvány minden növényi olajra alkalmazható, viszont a mérések csak abban az esetben megbízhatóak, ha ezeknek a szénhidrogéneknek a mennyisége 0,01–4,0 mg/kg között van. A módszer különösen alkalmas a finomított növényi olajok (olíva, olívamaradék, napraforgó, pálma stb.) jelenlétének szűz olívaolajban történő kimutatására, mivel a finomított olajok tartalmaznak sztigmasztadiéneket, a szűz olajok pedig nem.

3. ALAPELV

A nem szappanosítható anyag leválasztása. A szteroidos szénhidrogén frakció szilikagélen történő leválasztása oszlopkromatográfiás módszer segítségével és elemzése gázkromatográfiás módszer segítségével.

4. BERENDEZÉS

4.1. Visszafolyós hűtőben való felhasználásra alkalmas 250 ml térfogatú lombikok.

4.2. 500 ml térfogatú választótölcsérek.

4.3. 100 ml térfogatú kerek aljú lombikok.

4.4. Forgó bepárló.

4.5. Üveg kromatográfiás oszlop (1,5–2,0 cm belső átmérő, 50 cm hossz) tefloncsappal, üveggyapot dugóval vagy szinterelt üveglappal az alján. A szilikagél oszlop előkészítéséhez öntsön hexánt a kromatográfiás oszlopba megközelítőleg 5 cm mélységben, majd töltse fel hexánban eloszlatott szilikagélből (15 g szilikagél 40 ml hexánban) álló iszappal, további hexán hozzáadása mellett. Hagyja leülepedni, az ülepedés befejezését kismértékű rázással segítse. Adjon hozzá vízmentes nátrium-szulfátot megközelítőleg 0,5 cm magasságban, majd végül eluálja a feleslegben lévő hexánt.

4.6. Gázkromatográfiás berendezés lángionizációs detektorral, az oszlopra szerelt osztott vagy hideg befecskendezővel és ± 1 °C pontossággal programozható kemence.

4.7. Ömlesztett kovaföld kapillárisoszlop gázkromatográfiás eljáráshoz (0,25 vagy 0,32 mm belső átmérőjű, 25 m hosszú), 0,25 mm rétegvastagságban 5 % fenil-metil-szilikon fázis bevonatú.

1. megjegyzés:

Használhatók egyéb, azonos vagy alacsonyabb polaritású oszlopok is.

4.8. Integráló-rögzítő berendezés, lehetőleg völgy-völgy integrálási módszer elvégzésére képes.

4.9. 5–10 ml térfogatú mikrofecskendő a gázkromatográfiás eljáráshoz, cementált tűvel.

4.10. Elektromos fűtőpalást vagy főzőlap.

5. REAGENSEK

Minden reagensnek analitikai minőségűnek kell lennie, kivéve ha másként nincs előírva. A felhasznált víznek desztillált víznek vagy legalább hasonló tisztaságú víznek kell lennie.

5.1. Hexán vagy alkánok keveréke 65–70°C, rektifikáló oszlopon lepárolva.

2. megjegyzés:

A szennyeződések eltávolítása céljából az oldószert desztillálni kell.

5.2. 96 v/v etanol.

5.3. Vízmentes nátrium-szulfát.

5.4. Kálium-hidroxid 10 %-os alkoholos oldata. Adjon 10 ml vizet 50 g kálium-hidroxidhoz, keverje el, majd öntse fel a keveréket etanollal 500 ml-re.

3. megjegyzés:

A kálium-hidroxid alkoholos oldatának színe állás közben barnává változik. Mindennap frissen kell készíteni, és jól lezárt sötét üvegpalackban kell tárolni.

5.5. Szilikagél 60 a kromatográfiás oszlophoz, 70–230 nyílásméretű (Merck, 7734 referenciaszámú vagy azzal megegyező).

4. megjegyzés:

A szilikagél rendszerint közvetlenül felhasználható, mindennemű kezelés nélkül. Néhány szilikagél adag azonban alacsony aktivitású lehet, ami rossz kromatográfiás szétválasztást eredményez. Ilyen körülmények mellett a szilikagélt az alábbi módon kell kezelni: aktiválja a szilikagélt legalább négy órán keresztül tartó, 550 °C hőmérsékleten történő hevítéssel. A felmelegítést követően tegye a szilikagélt szárítóberendezésbe, amíg a szilikagél le nem hűl, ekkor töltse be egy zárható lombikba. Adjon hozzá 2 % vizet, és rázza addig, amíg a por csomómentes nem lesz és szabadon folyik.

Amennyiben a szilikagéladagok a kromatogramokon zavaró csúcsokat eredményeznek, a szilikagélt a fenti módon kell kezelni. Egy másik lehetőség az extra tisztaságú szilikagél 60 használata (Merck, 7754 referenciaszám).

5.6. Koleszta-3, 5-dién (Sigma, 99 % tisztaságú) (200 ppm töménységű) törzsoldata hexánban (10 mg 50 ml-ben).

5.7. Koleszta-3, 5-dién 20 ppm töménységű standard oldata hexánban, a fenti oldat hígításából.

5. megjegyzés:

Az 5.6. és az 5.7. oldatok legalább 4 hónapon keresztül stabilak, amennyiben 4 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten tárolják.

5.8. n-nonakozán megközelítőleg 100 ppm töménységű hexánoldata.

5.9. Vivőgáz a kromatográfiás eljáráshoz: 99,9990 % tisztaságú hélium vagy hidrogén.

5.10. Segédgázok a lángionizációs detektorhoz: 99,9990 % tisztaságú hidrogén és tisztított levegő.

6. ELJÁRÁS

6.1. **A nem szappanosítható anyag készítése**

6.1.1. Mérjen 20 ± 0, 1 g olajat egy 250 ml térfogatú lombikba (4.1.), adjon hozzá 1 ml-t a koleszta-3, 5-dién standard oldatából (20 µg) és 75 ml-t a nátrium-hidroxid 10 %-os alkoholos oldatából, szerelje fel a visszafolyós hűtőt, és harminc percen keresztül forralja gyengén. Vegye le a fűtőeszközről a mintát tartalmazó lombikot, és hagyja kissé lehűlni az oldatot (ne hagyja, hogy teljesen lehűljön, mert a minta megköt). Adjon hozzá 100 ml vizet, majd 100 ml hexán felhasználásával öntse a mintát a választótölcsérbe (4.2.). Rázza a mintát hevesen 30 másodpercen keresztül, majd hagyja szétválni.

6. megjegyzés:

Amennyiben olyan emulzió keletkezik, amely nem tűnik el gyorsan, adjon hozzá kis mennyiségű etanolt.

6.1.2. Öntse az alsó vizes fázist egy másik választótölcsérbe, és 100 ml hexán segítségével végezzen ismét extrahálást. Engedje ki még egyszer az alsó fázist, és mossa át háromszor a hexánkivonatokat (másik választótölcsérben vegyítve) mindhárom alkalommal etanol–víz (1: 1) keverékével, amíg semleges pH-értéket nem ér el.

6.1.3. Vezesse át a hexánoldatot vízmentes nátrium-szulfáton (50 g), mossa át 20 ml hexánnal, és párolja be a forgó bepárlóban 30 °C hőmérsékleten csökkentett nyomás mellett, amíg ki nem szárad.

6.2. **A szteroidos szénhidrogén-frakció leválasztása**

6.2.1. A maradékot két 1 ml-es hexánadag segítségével öntse a frakcionáló oszlopba, engedje a mintát az oszlopba addig, ameddig az oldat szintje a nátrium-szulfátig süllyed, és kezdje meg a kromatográfiás elúciót a hexánnal megközelítőleg 1 ml/perc sebességgel. Az eluátum első 25–30 ml-jét öntse ki, majd gyűjtse össze a következő 40 ml-nyi frakciót. Az összegyűjtést követően öntse át ezt a frakciót egy 100 ml térfogatú kerek aljú lombikba (4.3.).

7. megjegyzés:

Az első frakció a telített szénhidrogéneket tartalmazza (lásd az 1a. ábrát), a második a szteroidosakat. A további elúció eredményeképpen szkvalén és rokonvegyületei keletkeznek. A telített és a szteroidos szénhidrogének jó szétválasztása érdekében szükség van a frakciók térfogatainak optimalizálására. Ehhez az első frakció térfogatát úgy kell beállítani, hogy a második frakció elemzésekor a telített szénhidrogéneket jelentő csúcsok alacsonyak legyenek (lásd az 1c. ábrát); amennyiben nem jelennek meg, de a standard csúcs intenzitása alacsony, csökkenteni kell a térfogatot. Az első és a második frakció összetevői közötti szétválasztásra máskülönben nincs szükség, mivel amennyiben a gázkromatográfiás körülmények a 6.3.1. pontnak megfelelően vannak beállítva, akkor a gázkromatográfiás elemzési eljárás során nem fordul elő a csúcsok átfedése. A második frakció térfogatának optimalizálására általában nincsen szükség, mivel a további komponensek szétválasztása megfelelő. A standard oldatnál 1,5 perccel alacsonyabb retenciós időnél megfigyelhető nagyméretű csúcs jelenléte azonban a szkvalénnek köszönhető és a rossz felbontás jele.

6.2.2. Párolja be a második fázist a forgó bepárlóban 30 °C hőmérsékleten csökkentett nyomás mellett, amíg ki nem szárad, majd ezután azonnal oldja fel a maradékot 0,2 ml hexánban. Az elemzés megkezdéséig tartsa az oldatot hűtőszekrényben.

8. megjegyzés:

A 6.1.3. és a 6.2.2. maradék nem tartható szárazon és szobahőmérsékleten. A keletkezésüket követően azonnal hozzá kell adni az oldószert, és hűtőszekrényben kell tárolni.

6.3. **Gázkromatográfiás eljárás**

6.3.1. Az osztott befecskendezés üzemi körülményei:

– injektor hőmérséklete: 300 °C,

– detektor hőmérséklete: 320 °C,

– integráló-rögzítő berendezés: az integrálás paramétereit úgy kell rögzíteni, hogy a területek pontos becslését eredményezze. Javasolható a völgy-völgy módszer használata,

– érzékenység: a minimális hígítás 16-szorosa,

– a befecskendezett oldat mennyisége: 1 μl,

– a kemence beprogramozott hőmérséklete: 235 °C kiindulási hőmérséklet 6 percen keresztül, majd percenként 2 °C-os hőmérséklet-emelkedés 285 °C hőmérsékletig,

– injektor 1:15 arányú áramlásosztóval,

– vivőgáz: hélium vagy hidrogén megközelítőleg 120 kPa nyomással.

Ezek a körülmények a kromatográfiás berendezés és az oszlop jellemzőinek megfelelően szabályozhatók be úgy, hogy a kromatogramok megfeleljenek az alábbi követelményeknek: belső standard csúcsa megközelítőleg a 6.3.2. pontban megadott időn belül öt perccel; a belső standard csúcsa a teljes skálának legalább 80 %-a.

A gázkromatográfiás rendszert a koleszta-dién törzsoldatának (5.6.) és az n-nonakozán oldat (5.8.) befecskendezésével kell ellenőrizni. A koleszta-3, 5-dién csúcsnak az n-nonakozán csúcs előtt kell jelentkeznie (1c. ábra); amennyiben nem ez történik, két dolgot tehet: csökkenti a kemence hőmérsékletét és/vagy kevésbé poláris oszlopot használ.

6.3.2. A csúcsok azonosítása

A belső standard csúcsa megközelítőleg 19 percnél jelentkezik, és a 3,5-sztigmasztadiéné pedig ehhez képest megközelítőleg 1,29 perc retenciós időnél (lásd az 1b. ábrát). A 3,5-sztigmasztadién rendszerint egy kis mennyiségű izomerrel együtt fordul elő, és a kettő együtt eluálódik egyetlen kromatografikus csúcsként. Ha azonban az oszlop túlságosan poláris vagy magas felbontóképességet mutat, az izomer egy kis csúcsként jelentkezik a 3,5-sztigmasztadién csúcsa előtt és ahhoz közel (lásd 2. ábra). Annak biztosítására, hogy a sztigmasztadiének egyetlen csúcsként eluálódjanak, javasolható egy kevésbé poláris vagy nagyobb belső átmérőjű oszlop használata.

9. megjegyzés:

Referenciaként sztigmasztadiéneket finomított növényi olaj elemzéséből lehet nyerni, kisebb mennyiségű minta használatával (1-2 g). A sztigmasztadiének egy kimagasló és könnyen azonosítható csúcsot eredményeznek.

6.3.3. Mennyiségi elemzés

A sztigmasztadién-tartalom az alábbi képlet alapján határozható meg:

$$\text{sztigmasztadiének mennyisége mg/kg-ban} = \frac{A_s \times M_c}{A_c \times M_o}$$

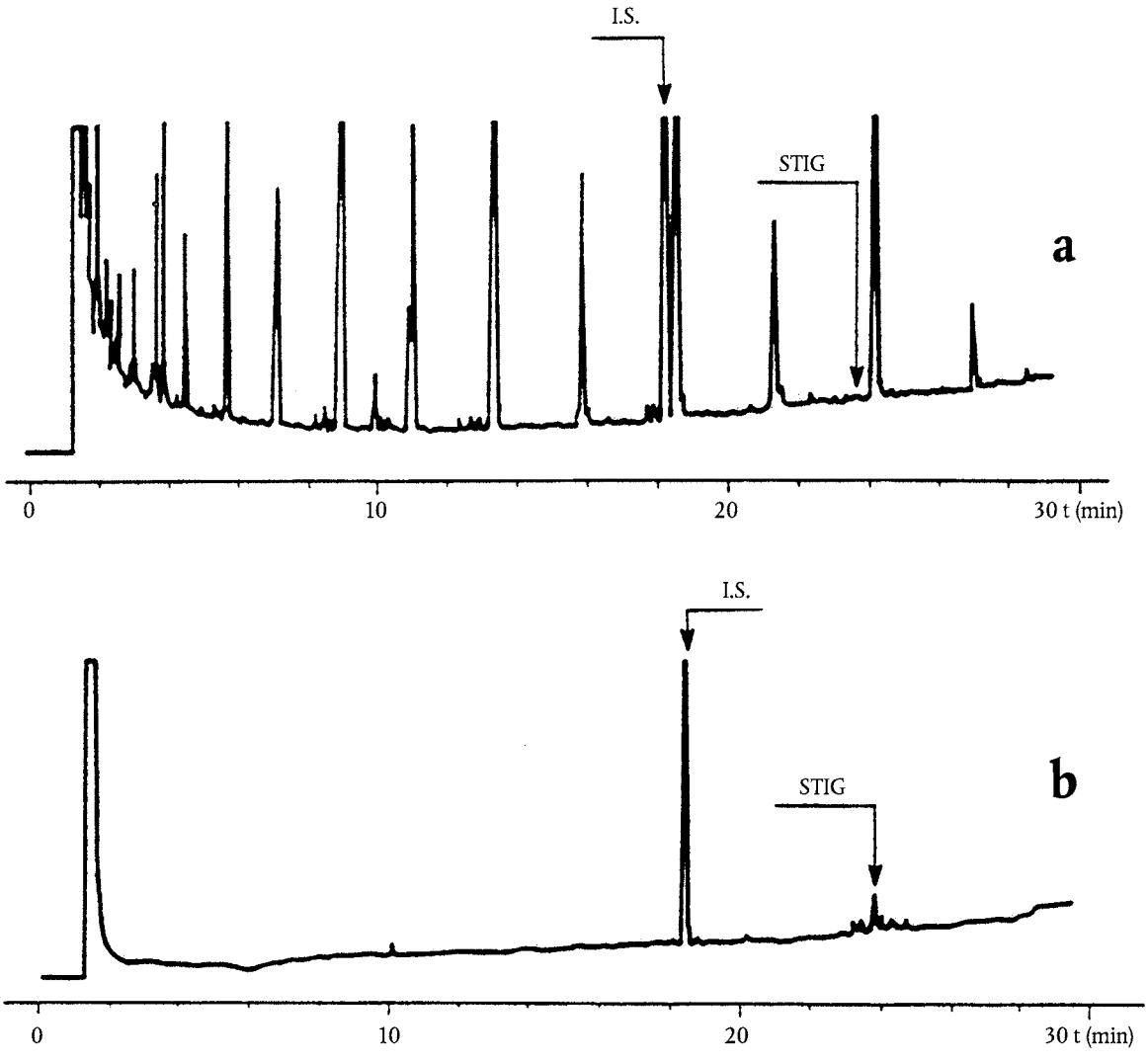
ahol: A_S = a sztigmasztadién-csúcs területe (amennyiben a csúcs két izomerre bomlik fel, a két csúcs területének összege),

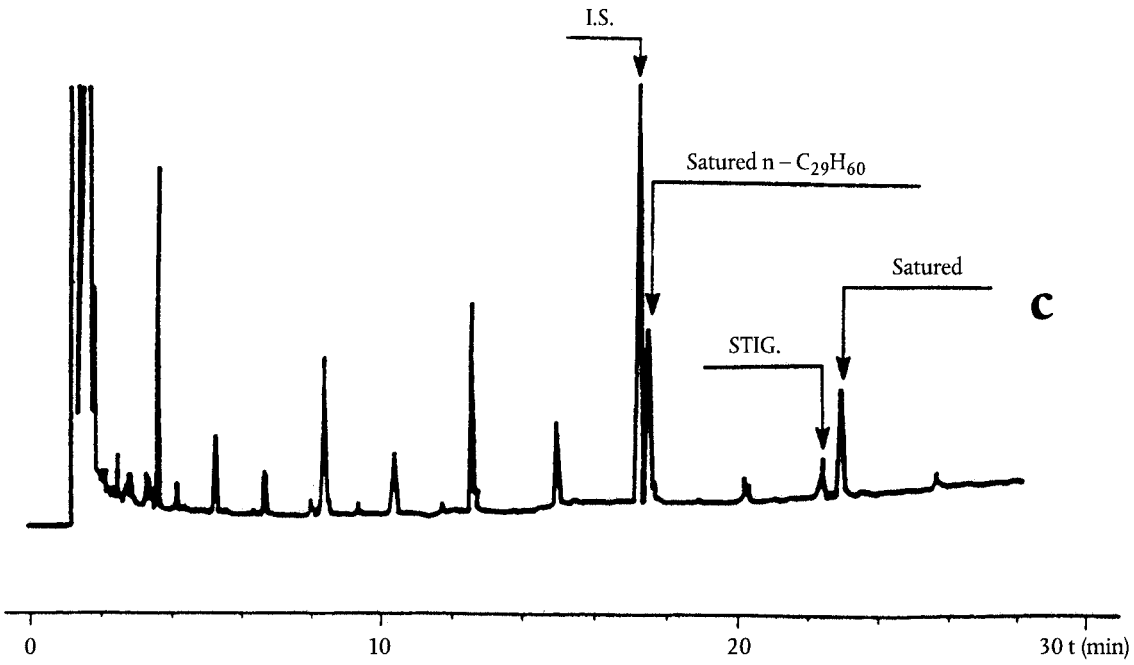
A_C = a belső standard területe (kolesztadién),

M_C = a hozzáadott standard tömege, mikrogrammban,

M_O = a felhasznált olaj tömege grammban.

Érzékelési korlát: megközelítőleg 0,01 mg/kg."





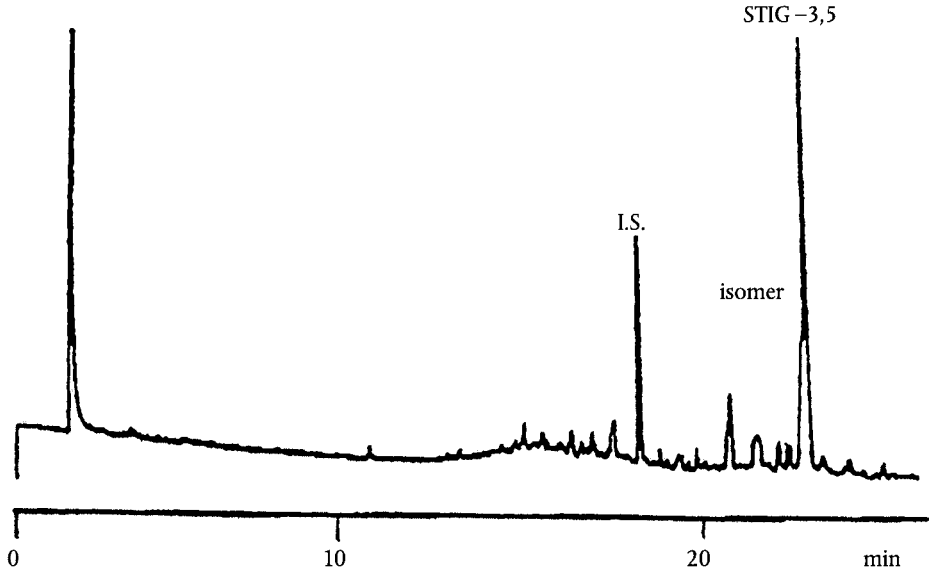
1. ábra

Az ömlesztett kovaföld kapilláris oszlopon (0,25 mm belső átmérő, 25 m, 5 % fenilmetil-szilikon bevonat 0,25 μm rétegvastagságban) elemzett olívaolaj-mintákból kapott gázkromatogramok.

a) Első frakció (30 ml) szűz olívaolajból, a standard csúcsaival.

b) Második frakció (40 ml) 0,10 mg/kg sztigmasztadién-tartalmú olívaolajból.

c) Második frakció (40 ml), amely tartalmaz egy kis mennyiséget az első frakcióból.



2. ábra

DB-5 oszlopon elemzett finomított olívaolaj gázkromatogramja, amelyen látszik a 3,5-sztigmasztadién izomerje.

II. MELLÉKLET

„2. A. A 1509 és 1510 vámtarifaszámok csak azokat az olajokat foglalják magukban, amelyek kizárólag olyan olívabogyóból készültek, melyek savösszetevőinek és szterinösszetevőinek analitikai jellemzői az alábbiak:

I. táblázat

Szterintartalom az összes szterin százalékában

Szterin	Százalék
Mirisztinsav	M 0,05
Linoléansav	M 0,9
Arachidsav	M 0,6
Eikoszansav	M 0,4
Behénsav (1)	M 0,3
Lignocerinsav	M 0,2

(1) M 0,2 az 1509 vámtarifaszám alá tartozó olajok esetén

M = maximum.

II. táblázat

Sterintartalom az összes szterin százalékában

Szterin	Százalék
Koleszterin	M 0,5
Brasszikaszterin (1)	M 0,1
Kampeszterin	M 4,0
Sztigmaszterin (2)	< Kampeszterin
Betaszitoszterin (3)	m 93,0
Delta-7-sztigmaszterin	M 0,5

(1) M 0,2 1995. október 31-ig.

(2) Ez a követelmény nem vonatkozik a szűz lampante olajra (1509 10 10 alszám) és az olívamaradék-olajra (1510 00 10 alszám).

(3) Delta-5,23-sztigmasztadienol + koleszterin + betaszitoszterin + szitosztanol + Delta-5-avenaszterin + delta-5,24-sztigmasztadienol.

m = minimum.
M = maximum.

A 1509 és 1510 vámtarifaszámok nem tartalmazzák a vegyileg módosított olívaolajokat, (különösen az újra észteresített olívaolajat) és az olívaolajból és egyéb olajokból álló keverékeket. Az újra észteresített olívaolaj vagy egyéb olajok jelenléte a 2568/91/EGK rendelet V., VI., X A. és X B. mellékletben szereplő módszerek segítségével állapítható meg.

B. A 1509 10 alszámba csak az alábbi I. és II. áruosztály szerinti olajok tartoznak, amelyek kizárólag az olívabogyó mechanikai vagy fizikai kezeléséből származnak, olyan körülmények mellett, különösen olyan termikus körülmények mellett, amelyek nem okozzák az olaj károsodását, és amely olajokat a mosás, leöntés, centrifugálás vagy szűrés kivételével nem kezeltek. Az oldószeres kinyerésű olívaolajok az 1510 vámtarifaszám alá tartoznak.

I. Az 1509 10 10 alszám alkalmazásában a »szűz lampante olívaolaj« a savasságától függetlenül az alábbi jellemzőkkel rendelkező olívaolajokat jelenti:

a) 350 mg/kg-ot meg nem haladó viasztartalom;

b) 4,5 %-ot meg nem haladó eritrodiol- és uvaoltartalom;

c) 1,3 %-ot meg nem haladó telített zsírsavtartalom a trigliceridek 2- pozícióján;

d) a transzolaj izomerek összege nem haladja meg a 0,10 %-ot és a transzlinol + transzlinolén izomerek összege nem haladja meg a 0,10 %-ot;

e) az alábbi jellemzők valamelyike:

1. 20 meq O_2/kg-nál nem kevesebb peroxidszám;

2. a 0,2 mg/kg-nál nem kevesebb összes illékony halogénezett oldószermennyiség vagy a 0,1 mg/kg-nál nem kevesebb mennyiség bármelyik oldószerből;

3. 0,250-nél nem alacsonyabb, és az olaj aktivált timfölddel történő kezelését követően 0,11-nél nem magasabb K_{270} kioltási együttható. Néhány olajnak, amelynek olajsavban kifejezett szabad zsírsavtartalma az aktivált timföldön történő keresztülvezetést követően több mint 3,3 g/100 g, a 2568/91/EGK rendelet IX. mellékletében leírt módszer szerint lehet 0,10-et meghaladó K_{270} kioltási együtthatója. Ebben az esetben a fenti rendelet XIII. melléklete szerinti módszer alapján végzett laboratóriumi semlegesítést és a színtelenítést követően az alábbi jellemzőkkel kell rendelkezniük:

– 1,20-nál nem magasabb K_{270} kioltási együttható;

– a kioltási tényező eltérése (delta K) a 270 nm-es tartományban magasabb, mint 0,01, de nem magasabb, mint 0,16, azaz

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

K_m = a kioltási tényező az abszorpciós görbe csúcsának hullámhosszánál a 270 nm tartományban, és

K_{m-4} és a K_{m+4} = a K_m hullámhossznál 4 nm-rel alacsonyabb, illetve magasabb hullámhosszakon;

4. érzékszervekkel meghatározható jellemzők, amelyek között találhatók az elfogadási határértékeket meghaladó, észrevehető hibák és a csoport által adott vizsgálati pontszám a 2568/91/EGK rendelet XII. mellékletével összhangban alacsonyabb, mint 3,5;

5. 0,50 mg/kg mennyiséget meg nem haladó sztigmasztadién-tartalom.

II. A 1509 10 90 alszám alkalmazásában a »szűz olaj« jelentése olyan olívaolaj, amely az alábbi jellemzőkkel rendelkezik:

a) az olajsavban kifejezett savtartalma nem haladja meg a 3,3 g/100 g-ot;

b) a 20 meq O_2/kg-ot nem meghaladó peroxidszám;

c) 250 mg/kg-ot meg nem haladó viasztartalom;

d) a 0,20 mg/kg-ot meg nem haladó összes illékony halogénezett oldószermennyiség vagy a 0,1 mg/kg-ot meg nem haladó mennyiség bármelyik oldószerből;

e) 0,250-nél nem magasabb, és az olaj aktivált timfölddel történő kezelését követően 0,10-nél nem magasabb K_{270} kioltási együttható;

f) a kioltási tényező eltérése (delta K) a 270 nm-es tartományban nem magasabb, mint 0,01;

g) érzékszervekkel meghatározható jellemzők, amelyek tartalmazhatnak az elfogadási határértékeken belüli, észrevehető hibákat és a csoport által adott, a 2568/91/EGK rendelet XII. melléklete szerinti vizsgálati pontszám nem alacsonyabb, mint 3,5;

h) 4,5 %-ot nem meghaladó eritrodiol- és uvaoltartalom;

ij) 1,3 %-ot meg nem haladó telített zsírsavtartalom a trigliceridek 2- pozícióján;

k) a transzolaj izomerek összege nem haladja meg a 0,05 %-ot és a transzlinolén + transzlinol izomerek összege nem haladja meg a 0,05 %-ot;

(l) a sztigmatadienes tartalom nem haladja meg a 0,15 mg/kg-ot.

C. Az 1509 90 alszám olyan olívaolajokat foglal magában, amelyeket az 1509 10 10 vagy az 1509 10 90 alszám alatti olívaolajok kezelése révén nyertek, függetlenül attól, hogy szűz olívaolajjal keverték-e, vagy sem és az alábbi jellemzőkkel rendelkeznek:

a) az olajsavban kifejezett savtartalma nem haladja meg az 1,5 g/100 g-ot;

b) 350 mg/kg-ot meg nem haladó viasztartalom;

c) 1,0-nél nem magasabb K_{270} kioltási együttható (100);

d) a kioltási tényező eltérése (ΔK) a 270 nm-es tartományban nem magasabb, mint 0,13;

e) 4,5 %-ot meg nem haladó eritrodiol- és uvaoltartalom;

f) 1,5 %-ot meg nem haladó telített zsírsavtartalom a trigliceridek 2- pozícióján;

g) a transzolaj izomerek összege nem haladja meg a 0,20 %-ot és a transzlinol + transzlinolén izomerek összege nem haladja meg a 0,30 %-ot.

D. Az 1510 00 10 alszám alkalmazásában a »nyers olaj« jelentése olyan olaj, különösen olívamaradék-olaj, amely az alábbi jellemzőkkel rendelkezik:

a) az olajsavban kifejezett savtartalma nem kevesebb mint 2 g/100 g-ot;

b) 12 %-nál nem kevesebb eritrodiol- és uvaoltartalom;

c) 1,8 %-ot meg nem haladó telített zsírsavtartalom a trigliceridek 2- pozícióján;

d) a transzolaj izomerek összege nem haladja meg a 0,20 %-ot és a transzlinol + transzlinolén izomerek összege nem haladja meg a 0,10 %-ot.

E. Az 1510 00 90 alszám alá azok az olajok tartoznak, amelyeket az 1510 00 10 alszám alá tartozó olajok kezelésével nyertek, függetlenül attól, hogy keverték-e azokat szűz olívaolajjal vagy sem, illetve olyan olajok, amelyek nem rendelkeznek a 2. B, 2. C és 2. D kiegészítő megjegyzések szerinti tulajdonságokkal. Az ebbe az alszámba tartozó olajoknak az alábbi jellemzőkkel kell rendelkezniük: a telített zsírsavtartalmuk a trigliceridek 2- pozícióján nem haladja meg a 2,0 %-ot, a transzolaj izomerek összege kevesebb, mint 0,40 % és a transzlinol + transzlinolén izomerek összege kevesebb, mint 0,35 %.

3. Az 1522 00 31 és az 1522 00 39 alszám nem tartalmazza az alábbiakat:

a) a 2568/91/EGK rendelet XVI. melléklete szerinti módszerrel meghatározva 70-nél alacsonyabb vagy 100-nál magasabb jódszámú olajat tartalmazó zsírszerű anyagok kezeléséből származó maradékok;

b) 70-nél magasabb vagy 100-nál alacsonyabb jódszámú olajat tartalmazó zsírszerű anyagok kezeléséből származó maradékok, amelyek esetében a 2568/91/EGK rendelet V. melléklete szerint meghatározott betaszitoszterin [1] retenciós térfogatát jelentő csúcs alatti terület kisebb, mint az összes szterin területek 93,0 %-a.

4. A fenti termékek jellemzőinek meghatározására szolgáló analitikai módszerek a 2568/91/EGK rendelet mellékleteiben szerepelnek.

---

[1] Delta-5, 23-sztigmasztadienol + koleszterin + betaszitoszterin + szitosztanol + Delta-5-avenaszterin + delta-5, 24-sztigmasztadienol.”