31995R0656

1995 3 29 EUROPOS BENDRIJŲ OFICIALUSIS LEIDINYS L 69/1

KOMISIJOS REGLAMENTAS (EB) Nr. 656/95,
1995 m. kovo 28 d.
iš dalies keičiantis Reglamentą (EEB) Nr. 2568/91 dėl maišyto alyvuogių aliejaus ir maišyto alyvuogių išspaudų aliejaus savybių ir dėl atitinkamų analizės metodų ir Tarybos reglamentą (EEB) Nr. 2658/87 dėl tarifų ir statistinės prekių nomenklatūros bei dėl bendrojo muitų tarifo

EUROPOS BENDRIJŲ KOMISIJA,

atsižvelgdama į Europos bendrijos steigimo sutartį,

atsižvelgdama į 1966 m. rugsėjo 22 d. Tarybos reglamentą Nr. 136/66/EEB dėl bendro aliejų ir riebalų rinkos organizavimo [1] su paskutiniais pakeitimais, padarytais Reglamentu (EB) Nr. 3179/93 [2], ir ypač į jo 35a straipsnį,

atsižvelgdama į 1987 m. liepos 23 d. Tarybos reglamentą (EEB) Nr. 2658/87 dėl tarifų ir statistinės nomenklatūros bei dėl bendrojo muitų tarifo [3] su paskutiniais pakeitimais, padarytais Komisijos reglamentu (EB) Nr. 3330/94 [4], ir ypač į jo 9 straipsnį,

kadangi Komisijos reglamentas (EEB) Nr. 2568/91 [5] su paskutiniais pakeitimais, padarytais Reglamentu (EB) Nr. 2632/94 [6], apibrėžia maišyto alyvuogių aliejaus ir maišyto alyvuogių išspaudų aliejaus savybes ir atitinkamus analizės metodus; kadangi Reglamentas (EEB) Nr. 2568/91 taip pat iš dalies pakeičia Reglamento (EEB) Nr. 2658/87 I priede esančias Kombinuotosios nomenklatūros 15 skyriaus 2, 3 ir 4 papildomas pastabas;

kadangi tobulėjant tyrimams alyvuogių aliejaus savybės, apibrėžtos Reglamente (EEB) Nr. 2568/91, turi būti iš dalies pakeistos taip, kad būtų galima kuo geriau užtikrinti parduodamų produktų grynumą, ir turi būti apibrėžtas atitinkamas analizės metodas;

kadangi patirtis rodo, kad yra būtini kai kurie trilinoleinato kiekio nustatymo metodo pataisymai; kadangi, be to, siekiant tęsti suderinimo procesą su Tarptautinės alyvuogių aliejaus tarybos nustatytais tarptautiniais standartais, turi būti pataisytos kai kurios maišyto alyvuogių aliejaus ir maišyto alyvuogių išspaudų aliejaus savybėms nustatytos ribos;

kadangi pirmiau nurodytas alyvuogių aliejaus savybių pakeitimas reikalauja iš dalies pakeisti Kombinuotosios nomenklatūros 15 skyriaus 2, 3 ir 4 papildomas pastabas;

kadangi norint, kad būtų laiko prisitaikyti prie naujų standartų ir sukurti jiems taikyti reikiamas priemones, norint išvengti prekybos sutrikimų, reglamento įsigaliojimo laikas turi būti atidėtas maždaug dviems mėnesiams, ir turi būti numatyta, kad iki reglamento įsigaliojimo įpakuotas aliejus turi būti realizuotas per tam tikrą nustatytą laiką;

kadangi dėl to Reglamentai (EEB) Nr. 2658/87 ir (EEB) Nr. 2568/91, kurio XIV priedu minėtos papildomos pastabos buvo iš dalies pakeistos, turi būti iš dalies pakeisti;

kadangi šiame reglamente numatytos priemonės atitinka Aliejaus ir riebalų vadybos komiteto nuomonę,

PRIĖMĖ ŠĮ REGLAMENTĄ:

1 straipsnis

Reglamentas (EEB) Nr. 2568/91 iš dalies pakeičiamas taip:

1) 2 straipsnis papildomas tokia įtrauka:

„— stigmastadienų kiekiui nustatyti – XVII priede nurodytą metodą.“;

2) priedai iš dalies pakeičiami pagal šio reglamento I priedą.

---

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

2 straipsnis

Reglamento (EEB) Nr. 2658/87 I priede esančios Kombinuotosios nomenklatūros 15 skyriaus 2, 3 ir 4 papildomos pastabos pakeičiamos šio reglamento II priede pateiktu tekstu.

3 straipsnis

Šis reglamentas įsigalioja 60-ą dieną nuo jo paskelbimo *Europos Bendrijų oficialiajame leidinyje*.

Jis netaikomas maišytam alyvuogių aliejui ir maišytam alyvuogių išspaudų aliejui, įpakuotam iki šio reglamento įsigaliojimo datos ir realizuotam per 10 mėnesių nuo jo įsigaliojimo.

Šis reglamentas yra privalomas visas ir tiesiogiai taikomas visose valstybėse narėse.

Priimta Briuselyje, 1995 m. kovo 28 d.

Komisijos vardu

Franz FISCHLER

Komisijos narys

I PRIEDAS

1. Reglamento (EEB) Nr. 2568/91 priedų suvestinė papildoma tokiu pavadinimu:
„XVII priedas: stigmastadienų nustatymas augaliniuose aliejuose ……84“.

2. I priedas keičiamas tokiomis lentelėmis ir tekstu:

„*I PRIEDAS*

ALYVUOGIŲ ALIEJAUS SAVYBĖS

Rūšis	Rūgštingumas, mekv. %	Peroksidų skaičius, mekv.O_2/kg	Halogenintieji tirpikliai, mg/kg (1)	Vaškai, mg/kg	Sočiosios riebalų rūgštys 2-oje triglicerido padėtyje	Stigmastadienai, (2) mg/kg	Eritrodiolis + uvaolis, %	Trilinolatas, %	Cholesterolis, %	Brasikasterolis, %	Kampesterolis, %	Stigmasterolis, %	β-sitosterolis, (3) %	Δ-7-stigmasterolis, %	Bendras sterolių kiekis, mg/kg
1. Aukščiausios kokybės pirmojo spaudimo alyvuogių aliejus	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. Pirmo spaudimo alyvuogių aliejus	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. Paprastas pirmojo spaudimo alyvuogių aliejus	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. Pirmojo spaudimo klasikinis alyvuogių aliejus *(lampante)*	m 3,3	m 20	m 0,20	M 350	M 1,3	M 0,50	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,1	M 4,0	–	m 93,0	M 0,5	m 1000
5. Rafinuotas alyvuogių aliejus	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. Maišytas alyvuogių aliejus	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. Alyvuogių išspaudų aliejus	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. Rafinuotas alyvuogių išspaudų aliejus	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. Maišytas alyvuogių išspaudų aliejus	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

M = maksimumas, m = minimumas.

(1) Viršutinė bendro kiekio riba junginiams, nustatytiems naudojant elektronų pagavos detektorių. Atskirai nustatomoms sudėtinėms dalims viršutinė riba – 0,10 mg/kg.

(2) Bendras kiekis izomerų, kurie gali būti (arba negali būti) atskirti kapiliarinėje kolonėlėje.

(3) Δ-5,23-stigmastadienolis + klerosterolis + sitosterolis + sitostanolis + Δ-5-avenasterolis + Δ-5,24-stigmastadienolis.

Pastaba:

Jei kuri nors savybė yra už nustatytos ribos, aliejus turi būti atmetamas.

Rūšis	Rūgščių sudėtis						*Trans*-oleato izomerų bendras kiekis	*Trans*-linolatų ir *trans*-linolenatų izomerų bendras kiekis	K_{232}	K_{270}	$_{270}$ po apdorojimo aliuminio oksidu	ΔK	Degustatorių grupės bandymas
	Miristo, %	Linoleno, %	Eikozano, %	Eikozeno, %	Beheno, %	Lignocero, %							
1. Aukščiausios kokybės pirmojo spaudimo alyvuogių aliejus	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. Pirmo spaudimo alyvuogių aliejus	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. Paprastas pirmojo spaudimo alyvuogių aliejus	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. Pirmojo spaudimo klasikinis alyvuogių aliejus *(lampante)*	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2	M 0,10	M 0,10	M 3,70	M 0,25	M 0,11	–	< 3,5
5. Rafinuotas alyvuogių aliejus	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. Maišytas alyvuogių aliejus	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. Alyvuogių išspaudų aliejus	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. Rafinuotas alyvuogių išspaudų aliejus	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. Maišytas alyvuogių išspaudų aliejus	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	–

M = maksimumas, m = minimumas.“

Pastaba:

Jei bet kuri charakteristika yra už nustatytos ribos, aliejus turi būti atmetamas.
Grynumui nustatyti, kai K_{270} viršija analizuojamai rūšiai nurodytą ribą, po aliejaus apdorojimo aliuminio oksidu ekstinkcijos koeficientas turi būti nustatytas iš naujo.

3. VIII priedo 5 pastaba keičiama taip:

„*5 pastaba:*

Siekiant, kad trilinoleinato smailė aiškiai atsiskirtų nuo gretimų smailių arba nuo bet kurių trukdančių medžiagų, pirmojo spaudimo klasikinio alyvuogių aliejus *(lampante)* ir maišyto alyvuogių išspaudų aliejus turi būti iš anksto išgryninti taikant tokį metodą:

200 µl nepraskiesto aliejaus įšvirkščiama į kolonėlę su silikageliu, skirtą skysčių ekstrahavimui kieta medžiaga (tipas *SEP PAC silica cartridge-waters part.* Nr. 51900).

Trigliceridai ne ilgiau kaip per 20 sekundžių išplaunami 20 ml sauso heksano, naudojamo DESC (anglų k. HPLC) (didelio efektyvumo skysčių chromatografijoje).

Išplautas produktas džiovinamas azoto srovėje ir ištirpinamas izopropanolyje arba acetone (5 ml). 10–20 µl tirpalo įšvirkščiama į didelio efektyvumo skysčių chromatografijos kolonėlę. Turi būti patikrinta riebalų rūgščių sudėtis, ir įsitikinta, kad taikyto metodo tikslumo ribose ji yra tokia pati prieš ir po gryninimo."

4. Papildoma šiuo XVII priedu:

„*XVII PRIEDAS*

AUGALINIUOSE ALIEJUOSE ESANČIŲ STIGMASTADIENŲ NUSTATYMO METODAS

1. TIKSLAS

Stigmastadienų nustatymas augaliniuose aliejuose, turinčiuose mažą šių angliavandenilių kiekį, ypač pirmojo spaudimo alyvuogių aliejuje ir alyvuogių išspaudų aliejuje.

2. TAIKYMO SRITIS

Standartas gali būti taikomas visiems augaliniams aliejams, nors matavimai yra patikimi tik tuo atveju, kai šių angliavandenilių kiekis yra 0,01–4,0 mg/kg. Metodas ypač tinka nustatyti grynintų augalinių aliejų (maišyto alyvuogių, maišyto alyvuogių išspaudų, saulėgrąžų, palmių ir t. t.) buvimą pirmojo spaudimo alyvuogių aliejuje, kadangi gryninti aliejai turi stigmastadienų, o pirmojo presavimo aliejus jų neturi.

3. METODO ESMĖ

Nemuilinamos medžiagos atskyrimas. Steroidinių angliavandenilių frakcijos išskyrimas, taikant kolonėlinę chromatografiją su silikageliu, ir analizė kapiliarinės dujų chromatografijos metodu.

4. APARATŪRA

4.1. 250 ml talpos kolbos, pritaikytos naudoti kartu su grįžtamuoju kondensatoriumi.

4.2. Dalijamieji 500 ml talpos piltuvai.

4.3. 100 ml talpos apvaliadugnės kolbos.

4.4. Sukamasis garintuvas.

4.5. Stiklinė chromatografinė kolonėlė (vidinis skersmuo 1,5–2,0 cm, ilgis 50 cm) su teflono čiaupu ir stiklo vatos kamščiu arba sukepinto stiklo disku apačioje. Ruošiant kolonėlę su silikageliu, į ją įpilama maždaug per 5 cm heksano, paskui užpildoma silikagelio suspensija heksane (15 g 40 ml), nuplaunant ją heksano porcijomis. Silikageliui leidžiama nusėsti, nusodinimas baigiamas lengvu supurtymu. Įdedama bevandenio natrio sulfato, maždaug 0,5 cm aukščio sluoksnis, heksano perteklius išleidžiamas.

4.6. Dujų chromatografas su liepsnos jonizaciniu detektoriumi, inžektoriumi su bandinio dalikliu arba šaltu tiesioginiu inžektoriumi ir ± 1 °C tikslumu programuojama krosnimi.

4.7. Lydyto kvarco kapiliarinė kolonėlė dujų chromatografijai (vidinis skersmuo 0,25 arba 0,32 mm, ilgis 25 m), padengta 0,25 mm storio 5 % polifenilmetilsiloksano plėvele.

1 pastaba:

Gali būti naudojamos kitos panašaus arba mažesnio poliškumo kolonėlės.

4.8. Integratorius-savirašis, kuriuo būtų galima integruoti nuo minimumo iki minimumo.

4.9. 5–10 ml mikrošvirkštai dujų chromatografijai su kietinta adata.

4.10. Elektrinis kaitinimo gaubtas arba elektrinė viryklė.

5. REAGENTAI

Visi reagentai turi būti analiziškai gryni, jei nepasakyta kitaip. Turi būti naudojamas distiliuotas vanduo arba bent atitinkamo grynumo vanduo.

5.1. Heksanas arba alkanų mišinys, kurio virimo temperatūrų intervalas 65–70 °C, nudistiliuotas rektifikavimo kolonoje.

2 pastaba:

Tirpiklis turi būti nudistiliuotas priemaišoms pašalinti.

5.2. 96 % (v/v) etanolis.

5.3. Bevandenis natrio sulfatas.

5.4. 10 % kalio hidroksido tirpalas alkoholyje. Į 50 g kalio hidroksido įpilama 10 ml vandens, sumaišoma ir mišinys ištirpinamas 500 ml etanolio.

3 pastaba:

Stovėdamas kalio hidroksido tirpalas alkoholyje ruduoja. Jis turi būti kiekvieną dieną ruošiamas iš naujo ir laikomas gerai užkimštame tamsaus stiklo butelyje.

5.5. Silikagelis 60 kolonėlinei chromatografijai, 70–230 mešų (*Merck* numeris 7734 arba panašios rūšies).

4 pastaba:

Paprastai silikagelis iš konteinerio gali būti naudojamas iš karto, be jokio apdorojimo. Tačiau kai kurių partijų silikagelis gali būti per mažo aktyvumo, dėl ko bus blogas chromatografinis atskyrimas. Šiuo atveju silikagelis turi būti apdorojamas tokiu būdu. Silikagelis aktyvinamas mažiausiai 4 valandas kaitinant 550 °C temperatūroje. Po kaitinimo silikagelis, kol atausta, laikomas eksikatoriuje, paskui supilamas į užkemšamą kolbą. Įpilama 2 % vandens ir kratoma tol, kol nesimato sukritusių gabalų ir milteliai lengvai byra.

Jei naudojant tokį silikagelį, gaunamos chromatogramos su trukdančiomis smailėmis, šių partijų silikagelis turi būti apdorojamas anksčiau nurodytu būdu. Arba galima naudoti ypač švarų silikagelį 60 (*Merck numeris* 7754)

5.6. Pradinis (koncentracija 200 milijonųjų dalių (ppm) cholesta-3,5-dieno (*Sigma*, 99 % grynumo) tirpalas heksane (10 mg/50 ml).

5.7. Etaloninis 20 milijonųjų dalių (ppm) koncentracijos cholesta-3,5-dieno tirpalas heksane, gautas praskiedžiant prieš tai pagamintą tirpalą.

5 pastaba:

Pagal punktus 5.6 ir 5.7 gauti tirpalai išlieka patvarūs ne mažiau kaip keturis mėnesius, jei laikomi žemesnėje nei 4 °C temperatūroje.

5.8. Maždaug 100 milijonųjų dalių (ppm) koncentracijos *n*-nonakozano tirpalas heksane.

5.9. Dujos nešiklis chromatografijai: helis arba vandenilis, 99,9990 % grynumo.

5.10. Pagalbinės dujos liepsnos jonizaciniam detektoriui: 99,9990 % grynumo vandenilis ir išvalytas oras.

6. DARBO EIGA

6.1. **Nemuilinamos medžiagos gavimas**

6.1.1. 250 ml tūrio kolboje (4.1) pasveriama 20 ± 0,1 g aliejaus, įpilama 1 ml etaloninio cholesta-3,5-dieno (20 µg) ir 75 ml 10 % kalio hidroksido tirpalo alkoholyje, prijungiamas grįžtamasis kondensatorius ir 30 minučių nestipriai virinama. Kolba su bandiniu nukaičiama, tirpalui leidžiama šiek tiek atausti (neatšaldoma visiškai, nes bandinys iškrenta į nuosėdas). Įpilama 100 ml vandens ir tirpalas supilamas į dalijamąjį piltuvą (4.2), panaudojant 100 ml heksano. Mišinys 30 sekundžių stipriai plakamas, sluoksniams leidžiama atsiskirti.

6 pastaba:

Susidarius emulsijai, kuri greitai nepranyksta, įpilama truputis etanolio.

6.1.2. Apatinis vandens sluoksnis supilamas į kitą dalijamąjį piltuvą ir vėl ekstrahuojama su 100 ml heksano. Apatinis sluoksnis dar kartą nuleidžiamas ir heksano ekstraktai (surinkti į kitą dalijamąjį piltuvą) tris kartus plaunami etanolio ir vandens mišiniu (1: 1), kiekvieną kartą sunaudojant po 100 ml, kol tirpalo pH pasidaro neutralus.

6.1.3. Tirpalas heksane perleidžiamas per bevandenį natrio sulfatą (50 g), plaunamas 20 ml heksano ir esant sumažintam slėgiui 30 °C temperatūroje garinamas sukamajame garintuve iki sauso likučio.

6.2. **Steroidinių angliavandenilių frakcijos atskyrimas**

6.2.1. Likutis, ištirpintas dviejose 1 ml heksano porcijose, supilamas į frakcionavimo kolonėlę, bandinio tirpalui leidžiama nusileisti iki natrio sulfato sluoksnio viršaus ir pradedamas chromatografinis išplovimas heksanu, srauto greičiui esant maždaug 1 ml/min. Pirmieji 25–30 ml eliuato išpilami ir surenkama 40 ml paskesnės frakcijos. Surinkus tokį tūrį, frakcija supilama į 100 ml apvaliadugnę kolbą (4.3).

7 pastaba:

Pirmojoje frakcijoje yra sotieji angliavandeniliai (1a brėžinys), antrojoje frakcijoje – steroidiniai angliavandeniliai. Toliau plaunant gaunamas skvalenas ir gimininginiai junginiai. Kad sotieji ir steroidiniai angliavandeniliai gerai atsiskirtų, reikia optimizuoti frakcijos tūrius. Dėl to pirmosios frakcijos tūris turi būti nustatytas toks, kad kai analizuojama antroji frakcija, sočiuosius angliavandenilius atstovaujančios smailės būtų žemos (žr. 1c brėžinį); jei jos nepasirodo, o etaloninės smailės intensyvumas yra mažas, tūris turi būti sumažintas. Bet kokiu atveju visiškas atskyrimas tarp pirmosios ir antrosios frakcijos komponentų nėra būtinas, kadangi dujų chromatografijos metu nėra smailių persidengimo, jei dujų chromatografijos sąlygos yra parinktos, kaip tai nurodyta 6.3.1 punkte. Optimizuoti antrosios frakcijos tūrio paprastai nereikia, nes atskyrimas nuo vėliau išplaunamų komponentų geras. Visgi aukštos skvalenui priskiriamos smailės, turinčios maždaug 1,5 minutės mažesnę nei etalonas sulaikymo trukmę, buvimas rodo, kad atskyrimas blogas.

6.2.2. Antroji frakcija 30 °C temperatūroje, esant sumažintam slėgiui, garinama sukamajame garintuve iki sauso likučio, kuris iš karto ištirpinamas 0,2 ml heksano. Tirpalas iki analizės laikomas šaldytuve.

8 pastaba:

Pagal 6.1.3 ir 6.2.2 punktus gauti likučiai kambario temperatūroje neturi būti laikomi sausi. Kai tik jie gaunami, įpilama tirpiklio ir tirpalas laikomas šaldytuve.

6.3. **Dujų chromatografija**

6.3.1. Darbo sąlygos, naudojant inžektorių su bandinio dalikliu:

— inžektoriaus temperatūra: 300 °C,

— detektoriaus temperatūra: 320 °C,

— integratorius-sąvirašis: integravimo parametrai turi būti nustatyti tokie, kad būtų teisingai įvertinami plotai. Rekomenduojamas integravimo nuo minimumo iki minimumo būdas,

— jautrumas: maždaug 16 kartų didesnis nei mažiausia silpninimo vertė,

— įpurškiamo tirpalo tūris: 1 µl,

— programuojama krosnies temperatūra: šešioms minutėms pradinė 235 °C temperatūra, toliau kėlimas 2 °C/min. greičiu iki 285 °C,

— inžektorius su srauto dalikliu 1: 15,

— nešiklis: helis arba vandenilis, esant maždaug 120 kPa slėgiui.

Sąlygos, atsižvelgiant į chromatografo ir kolonėlės charakteristikas, gali būti reguliuojamos taip, kad gauta chromatograma atitiktų šiuos reikalavimus: vidinio etalono smailė atsirastų maždaug per 5 minutes 6.3.2 punkte nurodyto laiko; vidinio etalono smailės aukštis turi sudaryti bent 80 % visos skalės aukščio.

Dujų chromatografijos įtaisas turi būti patikrintas įpurškiant cholestadieno pradinio tirpalo (5.6) ir *n*-nonakozano tirpalo (5.8) mišinį. Cholesta-3,5-dieno smailė turi atsirasti prieš *n*-nonakozano smailę (1c brėžinys); jei taip neįvyksta, yra dvi galimybės: sumažinti krosnies temperatūrą ir (arba) naudoti mažiau polišką kolonėlę.

6.3.2. Smailių identifikavimas

Vidinio etalono smailė atsiranda maždaug po 19 minučių, 3,5-stigmastadieno santykinė sulaikymo trukmė apytikriai lygi 1,29 (žr. 1b brėžinį). 3,5-stigmastadienas būna su nedideliu izomero kiekiu ir paprastai abu išplaunami kartu kaip viena chromatografinė smailė. Tačiau jei kolonėlė yra per didelio poliškumo arba turi didelę atskiriamąją galią, izomeras gali atsirasti kaip maža smailė prieš pat 3,5-stigmastadieno smailę (2 brėžinys). Norint užtikrinti, kad stigmastadienai būtų išplaunami vienos smailės apvidalu, patartina kolonėlę pakeisti į mažiau polišką arba į turinčią didesnį vidaus skersmenį.

9 pastaba:

Stigmastadienai palyginimui gali būti gauti atliekant gryninto augalinio aliejaus analizę, kai naudojamas mažesnis bandinio kiekis (1–2 g). Stigmastadienų smailė ryški ir lengvai identifikuojama.

6.3.3. Kiekybinė analizė

Stigmastadienų kiekis apskaičiuojamas pagal formulę:

$$\text{stigmastadienų kiekis} = \frac{A_s \times M_c}{A_c \times M_o} \text{ mg/kg},$$

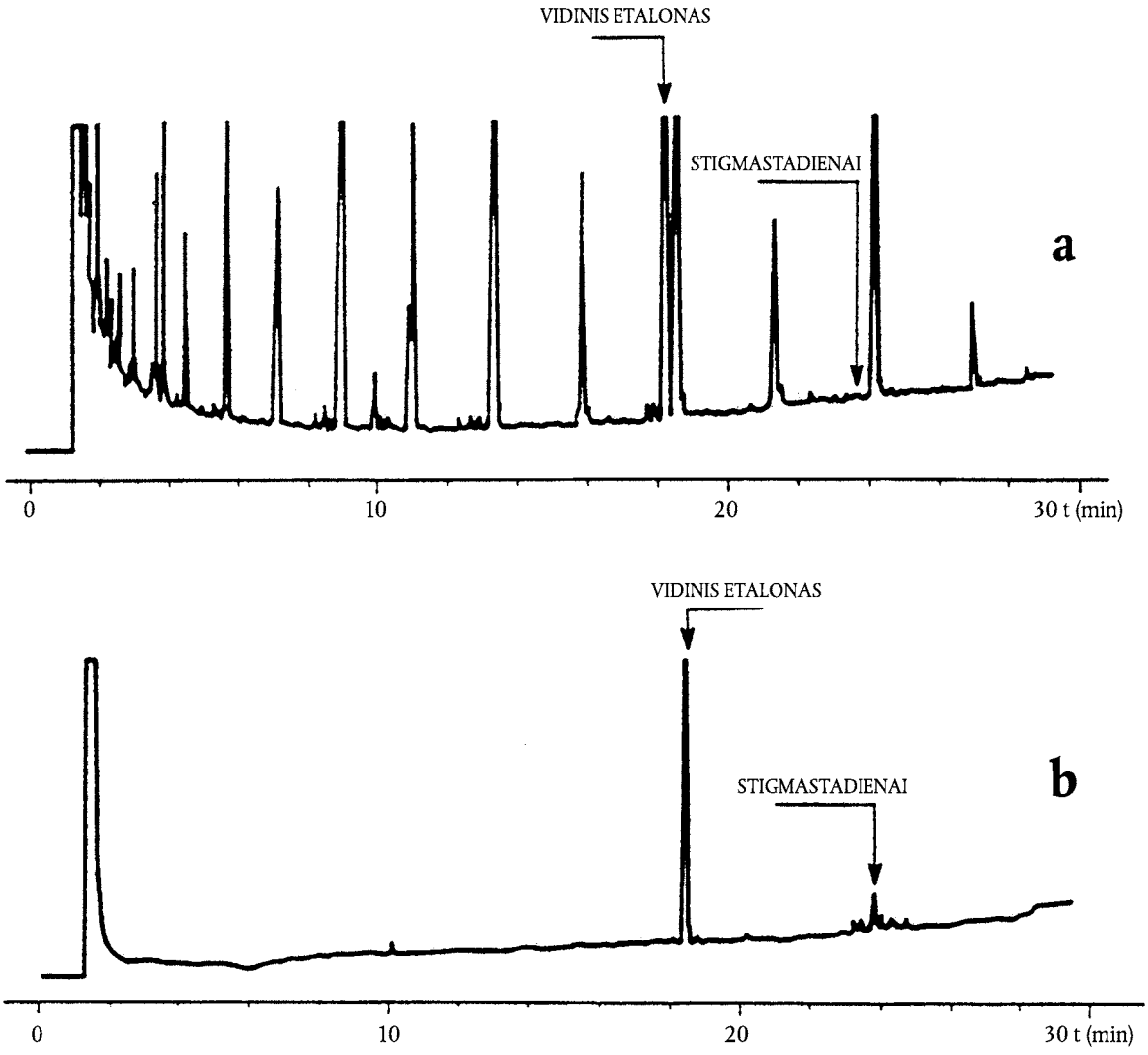
kurioje: A_S = stigmastadienų smailės plotas (jei smailė pasidalina į dviejų izomerų smailes, tai abiejų smailių plotas),

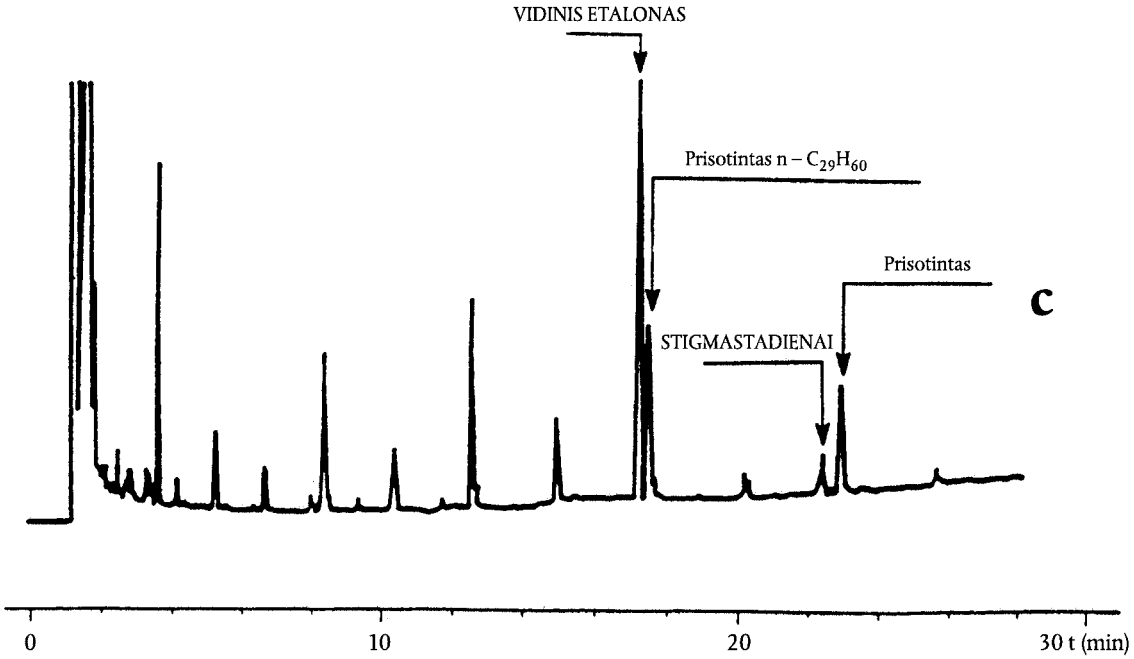
A_C = vidinio etalono smailės plotas (cholestadieno),

M_C = įpurkšto etalono kiekis, mikrogramais,

M_O = paimto aliejaus kiekis, gramais.

Radimo riba: apie 0,01 mg/kg.“





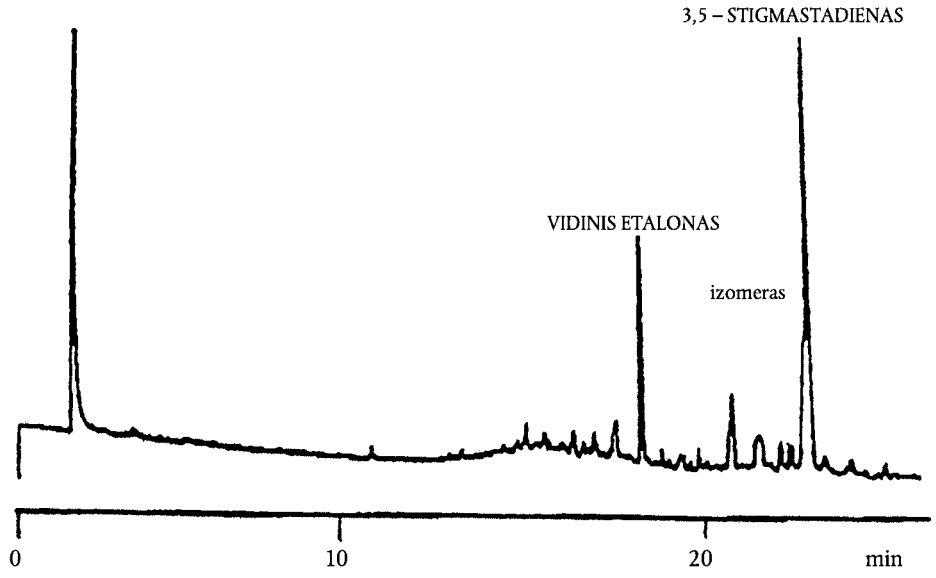
1 brėžinys

Dujų chromatogramos, gautos alyvuogių aliejaus bandiniams, analizuojamiems lydyto kvarco kapiliarinėje kolonėlėje (vidinis skersmuo 0,25 mm, ilgis 25 m), padengtoje 0,25 μm storio 5 % polifenilmetilsiloksano plėvele.

a) Pirmoji frakcija (30 ml), gauta iš pirmojo presavimo aliejaus bandinio, sodrinta etalonu.

b) Antroji frakcija (40 ml), gauta iš alyvuogių aliejaus bandinio, turinčio 0,10 mg/kg stigmastadienų.

c) Antroji frakcija (40 ml), turinti truputį pirmosios frakcijos.



2 brėžinys

Dujų chromatograma, gauta DB-5 kolonėlėje analizuojamiems gryninto alyvuogių aliejaus bandiniams, kurioje matoma 3,5-stigmastadieno izomero smailė.

II PRIEDAS

„2. A. Pozicijos Nr. 1509 ir 1510 apima tiktai iš alyvuogių pagamintus aliejus, kurių riebalų rūgščių ir sterolių kiekio analizinės charakteristikos yra tokios:

I lentelė

Riebalų rūgščių kiekis procentais nuo bendro riebalų rūgščių kiekio

Riebalų rūgštis	Kiekis procentais
Miristo rūgštis	M 0,05
Linoleno rūgštis	M 0,9
Eikozano rūgštis	M 0,6
Eikozeno rūgštis	M 0,4
Beheno rūgštis (1)	M 0,3
Lignocero rūgštis	M 0,2

M = maksimumas.

(1) M 0,2 aliejams pozicijoje Nr. 1509.

2 lentelė

Sterolių kiekis procentais nuo bendro sterolių kiekio

Sterolis	Kiekis procentais
Cholesterolis	M 0,5
Brasikasterolis (1)	M 0,1
Kampesterolis	M 4,0
Stigmasterolis (2)	< kampesterolio kiekis
β-sitosterolis (3)	m 93,0
Δ-7-stigmasterolis	M 0,5

m = minimumas.

M = maksimumas.

(1) M 0,2 iki 1995 10 31.

(2) Reikalavimas netaikomas pirmojo presavimo aliejui *lampante* (subpozicija 1509 10 10) ir alyvuogių išspaudų aliejui (subpozicija 1510 00 10).

(3) Δ-5,23-stigmastadienolis + klerosterolis + β-sitosterolis + sitostanolis + Δ-5-avenasterolis + Δ-5,24-stigmastadienolis.

Pozicijos Nr. 1509 ir 1510 neapima chemiškai apdoroto alyvuogių aliejaus (ypač peresterinto alyvuogių aliejaus) ir alyvuogių aliejaus mišinių su kitais aliejais. Peresterinto aliejaus ar kitų aliejų buvimu įsitikinama, taikant Reglamento (EEB) Nr. 2568/91 V, VI, X A ir X B prieduose nurodytus metodus.

B. Subpozicija 1509 10 apima tik I ir II skirsniuose apibrėžtus alyvuogių aliejus, kurie gaunami tiktai mechaniniu arba kitokiu fiziniu būdu sąlygomis, ir ypač temperatūros sąlygomis, kuriomis nepabloginama aliejaus kokybė ir kurie nebuvo apdorojami kitaip, išskyrus plovimą, dekantavimą, centrifugavimą arba filtravimą. Aliejai, pagaminti iš alyvuogių naudojant tirpiklius, patenka į poziciją 1510.

I. Subpozicija Nr. 1509 10 10 „pirmojo presavimo aliejus *lampante*“ neatsižvelgiant į rūgštingumą apibūdina alyvuogių aliejų, kuriame:

a) vaško kiekis neviršija 350 mg/kg;

b) eritrodiolio ir uvaolio kiekis neviršija 4,5 %;

c) sočiųjų rūgščių kiekis 2-oje trigliceridų padėtyje neviršija 1,3 %;

d) *trans*-oleato izomerų bendras kiekis neviršija 0,10 %, *trans*-linolatų + *trans*-linolenatų izomerų bendras kiekis neviršija 0,10 %;

ir

e) kuriam tinka vieną arba kelios iš šių charakteristikų:

1) peroksidų skaičius ne mažesnis kaip 20 mekv. (*meq*) O_2/kg;

2) lakiųjų halogenintų tirpiklių kiekis ne mažesnis kaip 0,20 mg/kg arba bet kuriam vienam tirpikliui ne mažesnis kaip 0,10 mg/kg;

3) ekstinkcijos koeficientas K_{270} ne mažesnis kaip 0,250, ir po aliejaus apdorojimo aktyvuotu aliuminio oksidu ne didesnis kaip 0,11. Kai kurie aliejai, kurie 100 g aliejaus turi laisvųjų riebalų rūgščių, skaičiuojant oleino rūgščiai, daugiau kaip 3,3 g, po apdorojimo aktyvuotu aliuminio oksidu pagal Reglamento (EEB) Nr. 2568/91 IX priede nurodytą metodą gali turėti ekstinkcijos koeficientą K_{270} didesnį kaip 0,10. Tokiu atveju po neutralizacijos ir spalvos panaikinimo laboratorijoje pagal anksčiau minėto reglamento XIII priede nurodytą metodą, jie turi turėti tokias charakteristikas:

— ekstinkcijos koeficientą K_{270} ne didesnį kaip 1,20,

— ekstinkcijos koeficiento pokytį (ΔK) 270 nm srityje didesnį kaip 0,01, bet ne didesnį kaip 0,16, t. y.:

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

K_m = ekstinkcijos koeficientas bangos ilgiui 270 nm srityje, esant didžiausiai absorbcijai, ir

K_{m-4} ir K_{m+4} = ekstinkcijos koeficientai bangos ilgiui 4 nm trumpesniam ir ilgesniam kaip K_m nustatymo bangos ilgis;

4) organoleptinės charakteristikos, tarp kurių yra priimtini ribas viršijantys trūkumai, ir degustatorių grupės tikrinimo pagal Reglamento (EEB) Nr. 2568/91 XII priede nurodytą metodą rezultatas mažesnis kaip 3,5;

5) stigmastadienų kiekis ne didesnis kaip 0,50 mg/kg.

II. Subpozicija Nr. 1509 10 90 „pirmojo presavimo aliejus“ apibūdina alyvuogių aliejų, kuris turi tokias charakteristikas:

a) rūgščių kiekis, skaičiuojant oleino rūgščiai, neviršija 3,3 g į 100 g;

b) peroksidų skaičius neviršija 20 mekv. O_2/kg;

c) vaško kiekis neviršija 250 mg/kg;

d) lakiųjų halogenintų tirpiklių bendras kiekis neviršija 0,20 mg/kg arba kiekvienam tirpikliui neviršija 0,10 mg/kg;

e) ekstinkcijos koeficientas K_{270} ne didesnis kaip 0,250 ir po aliejaus apdorojimo aktyvuotu aliuminio oksidu ne didesnis kaip 0,10;

f) ekstinkcijos koeficiento pokytis (ΔK) 270 nm srityje ne didesnis kaip 0,01;

g) organoleptinės charakteristikos, tarp kurių gali būti priimtinas ribas neviršijantys nustatomi trūkumai, ir degustatorių grupės tikrinimo pagal Reglamento (EEB) Nr. 2568/91 XII priede nurodytą metodą rezultatas ne mažesnis kaip 3,5;

h) eritrodiolio ir uvaolio kiekis neviršija 4,5 %;

ij) sočiųjų rūgščių kiekis 2-oje trigliceridų padėtyje neviršija 1,3 %;

k) *trans*-oleato izomerų bendras kiekis neviršija 0,05 %, *trans*-linolatų + *trans*-linolenatų izomerų bendras kiekis neviršija 0,05 %;

l) stigmastadienų kiekis neviršija 0,15 mg/kg.

C. Subpozicija 1509 90 apima alyvuogių aliejų, gaunamą apdorojant alyvuogių aliejus, klasifikuojamus 1509 10 10 arba 1509 10 90 subpozicijose, maišytą arba nemaišytą su pirmojo spaudimo alyvuogių aliejumi ir turintį tokias charakteristikas:

a) rūgščių kiekis, skaičiuojant oleino rūgščiai, neviršija 1,5 g į 100 g;

b) vaško kiekis neviršija 350 mg/kg;

c) ekstinkcijos koeficientas K_{270} (100) ne didesnis kaip 1,0;

d) ekstinkcijos koeficiento pokytis (ΔK) 270 nm srityje ne didesnis kaip 0,13;

e) eritrodiolio ir uvaolio kiekis neviršija 4,5 %;

f) sočiųjų rūgščių kiekis 2-oje trigliceridų padėtyje neviršija 1,5 %;

g) *trans*-oleato izomerų bendras kiekis neviršija 0,20 %, *trans*-linolatų + *trans*-linolenatų izomerų bendras kiekis neviršija 0,30 %.

D. Subpozicija Nr. 1510 00 10 „neapdoroti aliejai“ apibūdina alyvuogių aliejus, ypač maišytas alyvuogių išspaudų aliejus, kurie turi tokias charakteristikas:

a) rūgščių kiekis, skaičiuojant oleino rūgščiai, ne mažesnis kaip 2 g į 100 g;

b) eritrodiolio ir uvaolio kiekis ne mažesnis kaip 12 %;

c) sočiųjų rūgščių kiekis 2-oje trigliceridų padėtyje neviršija 1,8 %;

d) *trans*-oleato izomerų bendras kiekis neviršija 0,20 %, *trans*-linolatų + *trans*-linolenatų izomerų bendras kiekis neviršija 0,10 %.

E. Subpozicija 1510 00 90 apima aliejus, gaunamus apdorojant aliejus, patenkančius į subpoziciją 1510 00 10, maišytus arba nemaišytus su pirmojo presavimo alyvuogių aliejumi, ir aliejus, kurie neturi charakteristikų aliejų, nurodytų papildomose pastabose 2 B, 2 C ir 2 D. Aliejai, patenkantys į šią subpoziciją, 2-oje trigliceridų padėtyje turi turėti sočiųjų rūgščių kiekį ne didesnį kaip 2,0 %, *trans*-oleato izomerų bendras kiekis mažesnis kaip 0,4 %, *trans*-linolatų + *trans*-linolenatų izomerų bendras kiekis mažesnis kaip 0,35 %.

3. Subpozicijos 1522 00 31 ir 1522 00 39 neapima:

a) likučių, gautų apdorojant riebalines medžiagas, turinčias aliejaus, kurio jodo skaičius, nustatytas pagal metodą, nurodytą Reglamento (EEB) Nr. 2568/91 XVI priede, yra mažesnis kaip 70 arba didesnis kaip 100;

b) likučių, gautų apdorojant riebalines medžiagas, turinčias aliejaus su jodo skaičiumi didesniu kaip 70 arba mažesniu kaip 100, kurio β-sitosterolio [1] sulaikytą tūrį atstovaujančios smailės plotas, išmatuotas pagal metodą, nurodytą Reglamento (EEB) Nr. 2568/91 V priede, yra mažesnis kaip 93,0 % bendro sterolių smailių ploto.

4. Ankščiau nurodytų produktų savybių nustatymo analiziniai metodai yra pateikti Reglamento (EEB) Nr. 2568/91 prieduose.

---

[1] Δ-5,23-stigmastadienolis + klerosterolis + β-sitosterolis + sitostanolis + Δ-5-avenasterolis + Δ-5,24-stigmastadienolis.“