31995R0656

KOMISIJAS REGULA (EK) Nr. 656/95
(1995. gada 28. marts),
kas groza Regulu (EEK) Nr. 2568/91 par olīveļļas un olīvu atlikumu eļļas īpašībām un attiecīgām analīzes metodēm, kā arī groza Padomes Regulu (EEK) Nr. 2658/87 par tarifu un statistikas nomenklatūru un Kopējo muitas tarifu

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

ņemot vērā Eiropas Kopienas dibināšanas līgumu,

ņemot vērā Padomes 1966. gada 22. septembra Regulu Nr. 136/66/EEK par eļļu un tauku tirgus kopīgo organizāciju ([1]), kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Regulu (EK) Nr. 3179/93 ([2]), un jo īpaši tās 35.a pantu,

ņemot vērā Padomes 1987. gada 23. jūlija Regulu (EEK) Nr. 2658/87 par tarifu un statistikas nomenklatūru un Kopējo muitas tarifu ([3]), kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Komisijas Regulu (EK) Nr. 3330/94 ([4]), un jo īpaši tās 9. pantu,

tā kā Komisijas Regulā (EEK) Nr. 2568/91 ([5]), kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Regulu (EK) Nr. 2632/94 ([6]), ir definētas olīveļļas un olīvu atlikumu eļļas īpašības un attiecīgās analīzes metodes; tā kā Regula (EEK) Nr. 2568/91 groza arī Kombinētās nomenklatūras 15. nodaļas 2., 3. un 4. papildu piezīmi Regulas (EEK) Nr. 2658/87 I pielikumā;

tā kā pētījumu attīstības dēļ Regulā (EEK) Nr. 2568/91 definētās olīveļļas īpašības būtu jāgroza, lai labāk nodrošinātu tirgojamo produktu tīrību, un būtu jādefinē attiecīgās analīzes metodes;

tā kā pieredze rāda, ka trilinoleīna satura noteikšanas metodei ir vajadzīgas dažas korekcijas; tā kā turklāt, lai turpinātu saskaņošanas procesu ar Starptautiskās olīveļļas padomes noteiktajiem standartiem, ir jākoriģē daži ierobežojumi, kas attiecas uz olīveļļsa un olīvu atlikumu eļļas īpašībām;

tā kā, lai mainītu iepriekš minētās olīveļļas īpašības, ir jāgroza Kombinētās nomenklatūras 15. grupas 2., 3. un 4. papildu piezīme;

tā kā, lai piešķirtu laiku pārejai uz jaunajiem standartiem un to piemērošanai vajadzīgo līdzekļu ieviešanai un lai izvairītos no traucējumiem tirdzniecībā, šīs regulas stāšanās spēkā būtu jāatliek uz aptuveni diviem mēnešiem un jāparedz ierobežots laika posms, lai pārdotu eļļu, kas ir iepakota pirms šīs regulas stāšanās spēkā;

tā kā tādēļ būtu jāgroza Regula (EEK) Nr. 2658/87 un Regula (EEK) Nr. 2568/91, ar kuras XIV pielikumu ir grozītas minētās papildu piezīmes;

tā kā šajā regulā paredzētie pasākumi saskan ar Eļļu un tauku pārvaldības komitejas atzinumu,

IR PIEŅĒMUSI ŠO REGULU.

1. pants

Regulu (EEK) Nr. 2568/91 groza šādi:

1. Šādu ievilkumu pievieno 2. pantam:

   "— stigmastadiēnus nosaka ar XVII pielikumā izklāstīto metodi.";

2. Pielikumus groza saskaņā ar šīs regulas I pielikumu.

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

2. pants

Kombinētās nomenklatūras, kas ir iekļauta Regulas (EEK) Nr. 2658/87 I pielikumā, 15. grupas 2., 3. un 4. papildu piezīmi aizstāj ar šīs regulas II pielikumā izklāstīto tekstu.

3. pants

Šī regula stājas spēkā 60. dienā pēc tās publicēšanas *Eiropas Kopienu Oficiālajā Vēstnesī*.

To nepiemēro olīveļļai un olīvu atlikumu eļļai, kas iepakota pirms tās spēkā stāšanās dienas un tirgota līdz 10. mēneša beigām pēc minētās spēkā stāšanās.

Šī regula uzliek saistības kopumā un ir tieši piemērojama visās dalībvalstīs.

Briselē, 1995. gada 28. martā

Komisijas vārdā —

Komisijas loceklis

Franz FISCHLER

I PIELIKUMS

1. Regulas (EEK) Nr. 2568/91 pielikumu kopsavilkumā pievieno šādu virsrakstu:
"XVII pielikums: Stigmastadiēnu noteikšana augu eļļās 84".....

2. I pielikumu aizstāj ar šādām tabulām un tekstu:

"I PIELIKUMS

OLĪVEĻĻAS ĪPAŠĪBAS

Veids	Skābums % mekv.	Peroksīda skaitlis mekv. O_2/kg	Halogenētie šķīdinātāji mg/kg (1)	Vaski mg/kg	Piesātināto taukskābes triglicerīda 2-stāvoklī %	Stigmastadiēni mg/kg (2)	Eritrodiols + uvaols %	Trilinoleīns	Holesterīns %	Brasikasterīns %	Kampesterīns %	Stigmasterīns %	β-sitosterīns (3)	δ-7-stigmastenols %	Kopējie steroli mg/kg
1. Ekstra neapstrādāta olīveļļa	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. Neapstrādāta olīveļļa	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. Parastā olīveļļa	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. Neapstrādāta lampantes olīveļļa	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. Rafinēta olīveļļa	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. Olīveļļa.	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. Nerafinēta olīvu atlikumu eļļa	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. Rafinēta olīvu atlikumu eļļa	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. Olīvu atlikumu eļļa	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) Summārā augšējā robeža, kas noteikta ar elektronu satveres detektoru, atsevišķi noteiktiem komponentiem augšējā robeža ir 0,10 mg/kg.

(2) Izomēru, ko var (vai nevar) sadalīt kapilārajā kolonnā, summa.

(3) δ-5,23-stigmastahenols + klerosterīns + sitostanols + δ-5-avenasterīns + δ-5,24-stigmastadenols.

Piezīme:

Eļļa ir izbrāķējama, ja kaut viena īpašība neatbilst noteiktajam ierobežojumam.

M = maksimāli, m = minimāli

Veids	Skābju sastāvs						*trans* — Oleīnu izomēru summa	*trans* — Linolu un *trans* — linolēnu izomēru summa	K_{232}	K_{270}	K_{270} ar alumīnija oksīdu	ΔK	Žūrijas tests
	Miristīnskābe (%)	Linolēnskābe (%)	Arahinskābe (%)	Eikozēnskābe (%)	Behenskābe (%)	Lignocerīnskābe (%)							
1. Ekstra neapstrādāta olīveļļa	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. Neapstrādāta olīveļļa	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. Parasta neapstrādāta olīveļļa	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. Neapstrādāta lampantes olīveļļa	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. Rafinēta olīveļļa	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. Olīveļļa	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. Nerafinēta olīvu atlikumu eļļa	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. Rafinēta olīvu atlikumu eļļa —	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. Olīvu atlikumu eļļa —	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	—

Piezīme:

Eļļa ir izbrāķējama, ja jebkura īpašība ir ārpus noteiktās robežas.

Lai noteiktu tīrību, ja K_{270} ir lielāks par attiecīgai kategorijai noteikto robežu, tad K_{270} nosaka vēlreiz pēc laišanas pār alumīnija oksīdu

M = maksimāli, m = minimāli"

3. VIII pielikuma 5. piezīmi aizstāj ar šādu piezīmi:

"5. piezīme:

Lai varētu skaidri atdalīt trilinoleīna pīķi no blakus esošiem pīķiem vai no traucējošām vielām, neapstrādāta lampantes olīveļļa un nerafinēta olīvu atlikumu eļļa būtu iepriekš jāattīra saskaņā ar šādu metodi:

Absorbē 200? l neatšķaidītas eļļas šķidruma/cietas vielas ekstrakcijas silikagēla kolonnā (tips SEP PAK silica cartridge-waters part No 51900).

Eluē triglicerīdus ar 20 ml HPLC kvalitātes bezūdens heksāna ne ilgāk par 20 sekundēm.

Eluēto produktu žāvē slāpekļa straumē un izšķīdina izopropanolā vai acetonā (5ml). Iešļircina 10 līdz 20? l augstas izšķiršanas šķidruma hromatogrāfā. Ir jāpārbauda eļļas taukskābju sastāvs, lai nodrošinātu, ka tas pirms un pēc tīrīšanas ir tāds pats izmantotās analīzes metodes precizitātes diapazonā.";

4. Pievieno šādu XVII pielikumu:

"XVII PIELIKUMS

STIGMASTADIĒNU NOTEIKŠANAS METODE AUGU EĻĻĀS

1. MĒRĶIS

Stigmastadiēnu noteikšana augu eļļās, kas satur nelielas šo ogļūdeņražu koncentrācijas, jo īpaši neapstrādātā olīveļļā un nerafinētā olīvu atlikumu eļļā.

2. LIETOŠANAS JOMA

Metodi var izmantot visām augu eļļām, kaut arī mērījumi ir ticami tikai, ja šo ogļūdeņražu saturs ir starp 0,01 un 4,0 mg/kg. Metode ir īpaši piemērota, lai noteiktu rafinētu augu eļļu (olīveļļas, olīvu atlikumu eļļas, saulespuķu eļļas, palmu eļļas utt.) klātbūtni neapstrādātā olīveļļā, jo rafinētas eļļas satur stigmastadiēnus, bet neapstrādātas eļļas tos nesatur.

3. PRINCIPS

Nepārziepojamās vielas izolēšana. Ogļūdeņražu steroīdu frakcijas atdalīšana ar kolonnas hromatogrāfiju uz silikagēla un analīze ar kapilārās kolonnas gāzu hromatogrāfiju.

4. APARATŪRA

4.1. 250 ml kolbas, kas piemērotas lietošanai ar atteces dzesinātāju.

4.2. 500 ml dalāmās piltuves.

4.3. 100 ml apaļkolbas.

4.4. Rotācijas iztvaicētājs.

4.5. Stikla hromatogrāfijas kolonna (iekšējais diametrs 1,5 līdz 2,0 cm, garums 50 cm) ar teflona krānu un stikla vates aizbāzni vai poraina stikla disku apakšā. Lai sagatavotu silikagēla kolonnu, hromatogrāfijas kolonnā ielej heksānu aptuveni 5 cm augstumā un pēc tam piepilda ar silikagēla suspensiju heksānā (15 g 40 mililitros), izmantojot vairākas porcijas heksāna. Atstāj nogulsnēties un pabeidz nogulsnēšanu, viegli klauvējot pa kolonnu. Pievieno bezūdens nātrija sulfātu aptuveni 0,5 cm augstumā, pēc tam eluē heksāna pārākumu.

4.6. Gāzu hromatogrāfs ar liesmas jonizācijas detektoru, ar plūsmas dalīšanu vai ar aukstu *"on column"* inžektoru un krāsni, kas programmējama ± 1 °C robežās.

4.7. Kvarca kapilārā kolonna gāzu hromatogrāfijai (iekšējais diametrs 0,25 vai 0,32 mm, garums 25 m), pārklāta ar 5 % fenilmetilsilikona nekustīgo fāzi, plēves biezums 0,25? m.

1. piezīme:

Var izmantot citas kolonnas ar līdzīgu vai mazāku polaritāti.

4.8. Integrators/reģistrējošā iekārta, kas var integrēt starp diviem minimumiem.

4.9. 5 līdz 10 ml mikrošļirce gāzu hromatogrāfijai ar nemaināmu adatu.

4.10. Elektriskais sildīšanas apvalks vai elektriskā plītiņa.

5. REAĢENTI

Visiem reaģentiem jābūt analīzes kvalitātes, ja nav noteikts citādi. Izmantojamam ūdenim ir jābūt destilētam vai vismaz līdzvērtīgas tīrības ūdenim.

5.1. Heksāns vai alkānu maisījums ar virš. p. starp 65 un 70 °C, destilējot ar rektifikācijas kolonnu.

2. piezīme:

Šķīdinātājam jābūt destilētam, lai atbrīvotos no piemaisījumiem.

5.2. Etilspirts, 96 % tilp./tilp.

5.3. Bezūdens nātrija sulfāts.

5.4. Kālija hidroksīda 10 % šķīdums spirtā. Pievieno 50 gramiem kālija hidroksīda 10 ml ūdens, samaisa un pēc tam maisījumu atšķaida ar etilspirtu līdz 500 ml.

3. piezīme:

Kālija hidroksīda šķīdums spirtā stāvot kļūst brūns. Tas katru dienu ir jāpagatavo svaigs un jāglabā labi aizkorķējamās tumša stikla pudelēs.

5.5. Silikagēls 60 kolonnas hromatogrāfijai, 70 līdz 230 *mesh* (Merck, Nr. 7734 vai līdzīgs).

4. piezīme:

Silikagēlu parasti var izmantot tieši no trauka bez apstrādes. Tomēr dažas silikagēla partijas var būt mazaktīvas, kas rada sliktu hromatogrāfisko sadalījumu. Šādos apstākļos silikagēls jāapstrādā šādi: Silikagēlu aktivē, sildot vismaz četras stundas 550 °C grādu temperatūrā. Pēc sildīšanas silikagēlu ievieto eksikatorā, līdz gēls atdziest, un pēc tam silikagēlu pārnes noslēdzamā kolbā. Pievieno 2 % ūdens un krata, līdz nav redzami gabaliņi un pulveris plūst brīvi.

Ja silikagēla partijas dod hromatogrammas ar pīķiem, kas pārklājas, silikagēls ir jāapstrādā, kā minēts iepriekš. Alternatīva ir lietot ekstra tīru silikagēlu 60 (Merck, Nr. 7754).

5.6. Holesta-3,5-diēna (Sigma, 99 % tīrība) izejas šķīdums (200 ppm) heksānā (10 mg 50 mililitros).

5.7. Holesta-3,5-diēna standartšķīdums ar koncentrāciju 20 ppm, ko iegūst atšķaidot izejas šķīdumu.

5. piezīme:

Šķīdumi 5.6 un 5.7 ir stabili vismaz četrus mēnešus, ja tos glabā temperatūrā, kas zemāka par 4 °C.

5.8. n-Nonakozāna šķīdums heksānā ar aptuveno koncentrāciju 100 ppm.

5.9. Nesējgāze hromatogrāfijai: hēlijs vai ūdeņradis ar 99,9990 % tīrības pakāpi.

5.10. Palīggāzes liesmas jonizācijas detektoram: ūdeņradis ar 99,9990 % tīrības pakāpi un attīrīts gaiss.

6. DARBA GAITA

6.1. **Nepārziepojamās vielas sagatavošana**

6.1.1. Nosver 20 ± 0, 1 g eļļas 250 ml kolbā (4.1), pievieno 1 ml holesta-3,5-diēna standartšķīduma (20? g holesta-3,5-diēna), pievieno 75 ml 10 % kālija hidroksīda šķīduma spirtā, uzliek atteces dzesinātāju un 30 minūtes silda, lēni vārot. Noņem kolbu ar paraugu no sildītāja un ļauj šķīdumam nedaudz atdzist (neļauj pilnīgi atdzist, lai paraugs nesacietētu). Pievieno 100 ml ūdens un pārnes šķīdumu dalāmajā piltuvē (4.2), izmantojot 100 ml heksāna. Maisījumu enerģiski krata 30 sekundes un ļauj atdalīties.

6. piezīme:

Ja rodas emulsija, kas drīz nepazūd, pievieno nedaudz etilspirta.

6.1.2. Apakšā esošo ūdens fāzi pārnes otrā dalāmajā piltuvē un vēlreiz ekstrahē ar 100 ml heksāna. Vēlreiz iztecina apakšējo fāzi un heksāna ekstraktus (apvienotus citā dalāmajā piltuvē) mazgā trīs reizes ar etilspirta un ūdens maisījumu (1:1), izlietojot katru reizi 100 ml, līdz sasniegts neitrāls pH.

6.1.3. Heksāna šķīdumu laiž cauri bezūdens nātrija sulfātam (50 g), mazgā ar 20 ml heksāna un rotācijas ietvaicētājā 30 °C temperatūrā pie samazināta spiediena iztvaicē sausu.

6.2. **Steroīdu ogļūdeņražu frakcijas atdalīšana**

6.2.1. Atlikumu, izmantojot divas 1 ml porcijas heksāna, pārnes frakcionēšanas kolonnā, laiž paraugu cauri kolonnai, ļaujot šķīduma līmenim nolaisties līdz nātrija sulfāta virmai, un sāk hromatogrāfisko eluēšanu ar heksānu pie aptuvenā plūsmas ātruma 1 ml/min. Izlej pirmos 25 līdz 30 ml eluāta un pēc tam savāc nākošo 40 ml frakciju. Pēc savākšanas pārnes šo frakciju 100 ml apaļkolbā (4.3).

7. piezīme:

Pirmā frakcija satur piesātinātos ogļūdeņražus (1.a zīmējums) un otrā frakcija — steroīdu ogļūdeņražus. Turpmākā eluēšanā iegūst skvalēnu un tam radnieciskus savienojumus. Lai panāktu labu piesātināto un steroīdu ogļūdeņražu atdalīšanu, ir jāoptimizē frakciju tilpumi. Šajā nolūkā pirmās frakcijas tilpums ir jānoregulē tā, lai, analizējot otro frakciju, pīķi, kas atbilst piesātinātajiem ogļūdeņražiem, būtu zemi (sk. 1.c zīmējumu); ja tie neparādās, bet standarta pīķa intensitāte ir zema, tilpums ir jāsamazina. Tomēr pirmās un otrās frakcijas komponentu pilnīga atdalīšana nav vajadzīga, jo GH analīzē pīķi nepārklājas, ja GH apstākļi ir noregulēti, kā norādīts 6.3.1. Otrās frakcijas tilpuma optimizācija parasti nav vajadzīga, jo nākamie komponenti ir labi atdalīti. Tomēr liela pīķa klātbūtne ar aptuveni 1,5 minūtes mazāku aiztures laiku nekā standartam ir skvalēna dēļ, un tas norāda uz sliktu atdalīšanu.

6.2.2. Otro frakciju rotācijas ietvaicētājā 30 °C temperatūrā pie pazemināta spiediena iztvaicē sausu un atlikumu tūlīt šķīdina 0,2 ml heksāna. Šķīdumu līdz analīzei glabā ledusskapī.

8. piezīme:

Atlikumus 6.1.2 un 6.2.2 neglabā sausus un istabas temperatūrā. Tūlīt pēc to iegūšanas jāpievieno šķīdinātājs, un šķīdumi jāglabā ledusskapī.

6.3. **Gāzu hromatogrāfija**

6.3.1. Darba apstākļi iešļircināšanai ar plūsmas dalīšanu:

— inžektora temperatūra: 300 °C,

— detektora temperatūra: 320 °C,

— integrators/reģistrējošā iekārta: integrēšanas parametri ir jāizvēlas tā, lai pareizi novērtētu pīķu laukumus. Ir ieteicama integrēšana starp diviem minimumiem,

— jutība: aptuveni 16 reižu lielāka par mazāko jutības dzišanu,

— iešļircinātā šķīduma daudzums: 1 µl,

— krāsns programmēšanas temperatūras: sākuma temperatūra 235 °C sešas minūtes, pēc tam temperatūru palielina pa 2 °C/minūtē līdz 285 °C,

— inžektors ar plūsmas dalīšanu 1:15,

— nesējgāze: hēlijs vai ūdeņradis pie 120 kPa spiediena.

Šos apstākļus var regulēt saskaņā ar hromatogrāfa un kolonnas īpašībām, lai hromatogrammas atbilstu šādām prasībām: iekšējā standarta pīķim jāparādās aptuveni piecu minūšu intervālā pirms vai pēc 6.3.2 norādītā laika; iekšējā standarta pīķim ir jābūt vismaz 80 % no pilnas skalas.

Gāzu hromatogrāfa sistēma ir jāpārbauda, iešļircinot holestadiēna izejas šķīduma (5.6) un n-nonakozāna šķīduma (5.8) maisījumu. Holesta-3,5-diēna pīķim ir jāparādās pirms n-nonakozāna pīķa (1.c zīmējums); ja tā nenotiek, var rīkoties divējādi: samazināt krāsns temperatūru un/vai lietot mazāk polāru kolonnu.

6.3.2. Pīķu identificēšana Iekšējā standarta pīķis parādās aptuveni pēc 19 minūtēm, un stigmasta-3,5-diēna pīķis — pēc relatīvā iznākšanas laika aptuveni 1,29 (sk. 1.b zīmējumu). Stigmasta-3,5-diēnā gadās mazi izomēra daudzumi, un parasti abi eluējas kopā kā viens hromatogrāfiskais pīķis. Tomēr, ja kolonna ir pārāk polāra vai tai ir augsta izšķirtspēja, izomērs var parādīties kā mazs pīķis pirms stigmasta-3,5-diēna pīķa un tuvu tam (2. zīmējums). Lai nodrošinātu, ka stigmastadiēni eluējas kā viens pīķis, ir ieteicams aizstāt kolonnu ar tādu, kura ir mazāk polāra vai kurai ir lielāks iekšējais diametrs.

9. piezīme:

Stigmastadiēnus standartam var iegūt no rafinētas augu eļļas analīzes, izmantojot mazāku parauga daudzumu (1 līdz 2 g). Stigmastadiēni veido izteiktu un viegli identificējamu pīķi.

6.3.3. Kvantitatīvā analīze

Stigmastadiēnu saturu nosaka saskaņā ar formulu:

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

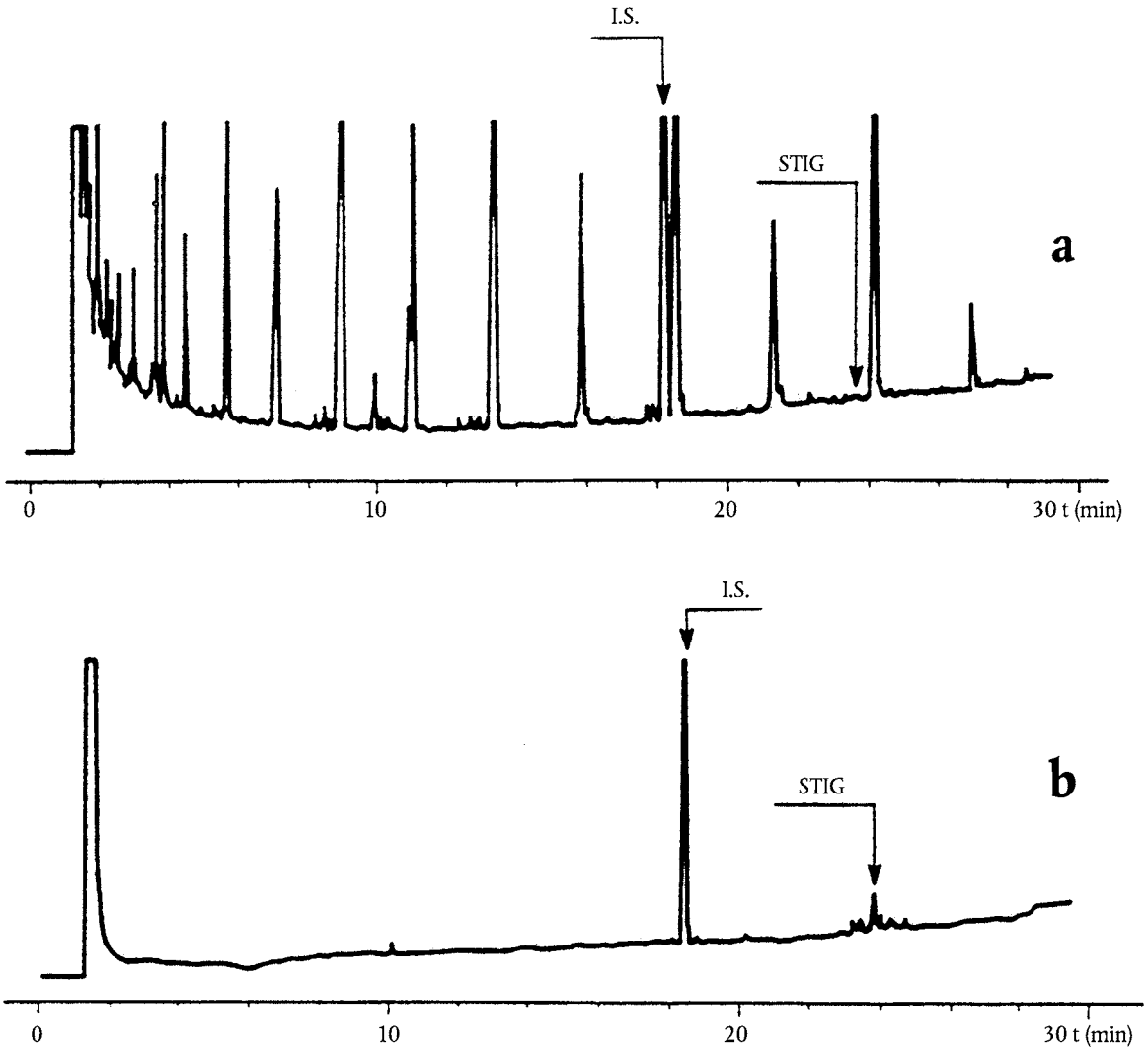
kur: A_s = stigmastadiēnu pīķa laukums (ja pīķis ir izšķirts divos izomēru pīķos, — abu pīķu laukumu summa)

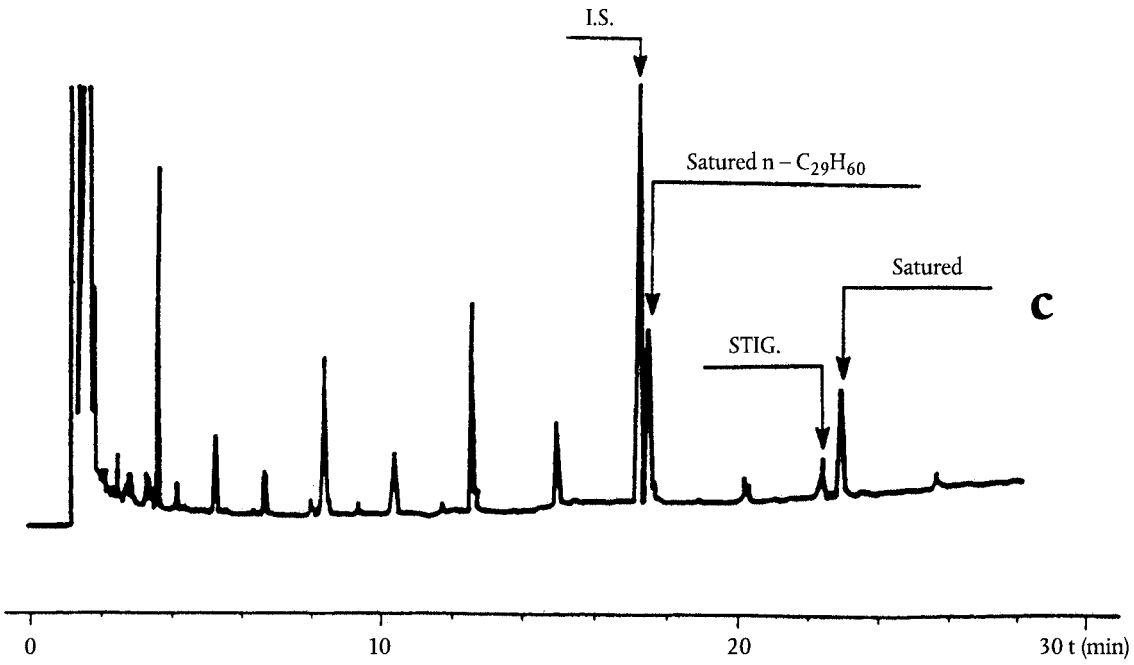
A_c = iekšējā standarta (holestadiēna) pīķa laukums,

M_c = pievienotā standarta masa mikrogramos,

M_o = ņemtā eļļas masa gramos.

Noteikšanas robeža: ap 0,01 mg/kg.”





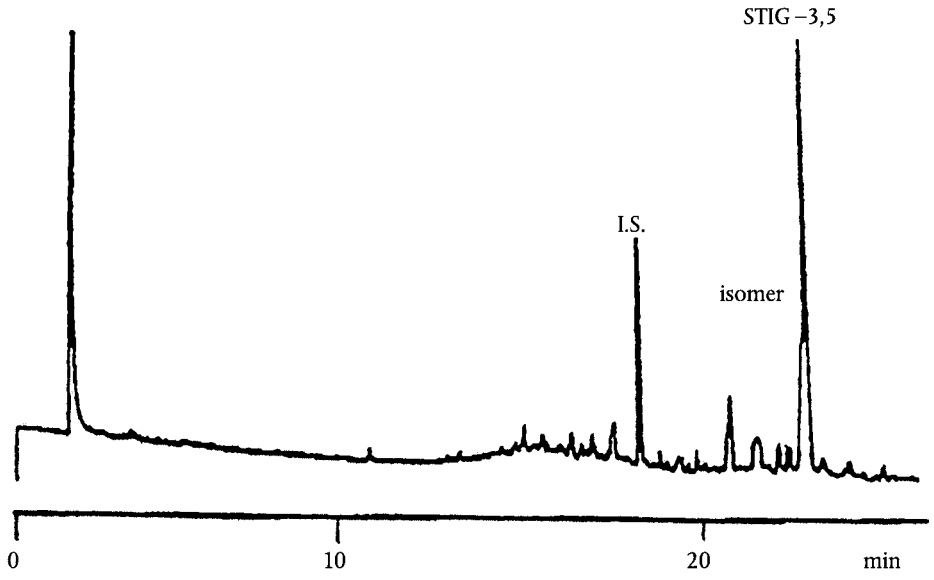
1. zīmējums

Gāzu hromatogramma, iegūta olīveļļas paraugiem, kas analizēti ar kvarca kapilāro kolonnu (iekšējais diametrs 0,25 mm, garums 25 m), kura pārklāta ar 5 % fenilmetilsilikonu, plēves biezums 0,25 μm).

a) Neapstrādātas eļļas pirmā frakcija (30 ml), eluēta ar standartu.

b) Olīveļļas otrā frakcija (40 ml), kas satur 0,10 mg/kg stigmastadiēnu.

c) Otrā frakcija, kas satur nedaudz pirmās frakcijas.



2. zīmējums

Gāzu hromatogramma, iegūta rafinētas olīveļļas paraugam, kas analizēts ar DB-5 kolonnu, redzams stigmasta-3,5-diēna izomērs.

II PIELIKUMS

"2. A. Pozīcija 1509 un 1510 attiecas vienīgi uz eļļām, kuras radušās tikai olīvu pārstrādē un kuru skābju un sterīnu sastāva analītiskās īpašības ir šādas:

I tabula

Taukskābju sastāvs procentos no kopējā taukskābju daudzuma

Taukskābes	Procenti
Miristīnskābe	M 0,05
Linolēnskābe	M 0,9
Arahinskābe	M 0,6
Eikozēnskābe	M 0,4
Behenskābe (1)	M 0,3
Lignocerīnskābe	M 0,2

(1) M 0,2 1509 pozīcijas 1509 eļļām.

M = maksimāli

II tabula

Sterīnu sastāvs procentos no kopējā sterīnu daudzuma

Sterīni	Procenti
Holesterīns	M 0,5
Brasikasterīns (1)	M 0,1
Kampesterīns	M 4,0
Stigmasterīns (2)	Kampesterīns
β-sitosterīns (3)	m 93,0
δ-7-stigmasterīns	M 0,5

(1) M 0,2 līdz 31.10.1995.

(2) Nosacījums neattiecas uz neapstrādātu lampantes eļļu (apakšpozīcija 1509 10 10) un olīvu atlikumu eļļu (apakšpozīcija 1510 00 10).

(3) δ-5,23-stigmasterīns + hlerosterīns + β -sitosterīns + sitostanols + δ -5-avenasterīns + δ - 5,24-stigmasterīns

m = minimāli
M = Maksimāli

Pozīcijās 1509 un 1510 nav ietvertas ķīmiski pārveidotas olīveļļas (īpaši reesterificēta olīveļļa) un olīveļļu maisījumi ar citām eļļām. Reesterificētas olīveļļas vai citu eļļu klātbūtni var konstatēt, lietojot metodes, kuras minētas Regulas (EEK) Nr. 2568/91 V, VI, X A un X B pielikumā.

B. Apakšpozīcijā 1509 10 ietilpst vienīgi tās olīveļļas, kas definētas I un II iedaļā un iegūtas tikai ar mehāniskiem vai citādiem fizikāliem paņēmieniem apstākļos, īpaši termiskos apstākļos, kuri neizraisa eļļu pasliktināšanos, un kas nav pakļautas citai apstrādei, izņemot mazgāšanu, dekantēšanu, centrifugēšanu vai filtrēšanu. Eļļas, kas iegūtas no olīvām, izmantojot šķīdinātājus, minētas pozīcijā 1510.

I. Apakšpozīcijā 1509 10 10 "neapstrādāta lampantes olīveļļa" neatkarīgi no tās skābuma nozīmē olīveļļu, kurā:

a) vasku saturs nepārsniedz 350 mg/kg;

b) eritrodiola un uvaola saturs nepārsniedz 4,5 %;

c) piesātināto taukskābju saturs triglicerīdu 2.stāvoklī nepārsniedz 1,3 %;

d) *trans* — oleīnizomēru summa nepārsniedz 0,10 % un *trans* — linolizomēru + *trans* — linolēnizomēru summa nepārsniedz 0,10 %;

e) piemīt viena no šādām īpašībām:

1. peroksīda skaitlis nav mazāks par 20 mekv. O_2/kg;

2. gaistošo halogenēto šķīdinātāju saturs nav mazāks par 0,20 mg/kg vai nav mazāks par 0,10 mg/kg jebkuram no šķīdinātājiem;

3. ekstinkcijas koeficients K_{270} nav mazāks par 0,250 un pēc eļļas apstrādes ar aktivētu alumīnija oksīdu nav lielāks par 0,11. Īstenībā dažām eļļām, kam brīvo taukskābju saturs, izteikts kā oleīnskābe, pēc laišanas pār aktivētu alumīnija oksīdu saskaņā ar Regulas (EEK) Nr. 2568/91 IX pielikumā izklāstīto metodi ir vairāk par 3,3 g uz 100 g, ekstinkcijas koeficients K_{270} var būt lielāks par 0,10. Tādā gadījumā pēc neitralizācijas un atkrāsošanas laboratorijā saskaņā ar iepriekš minētās Regulas XIII pielikumā izklāstīto metodi tām ir jābūt šādām īpašībām:

— ekstinkcijas koeficients K_{270} nepārsniedz 1,20,

— ekstinkcijas koeficienta izmaiņa (ΔK) 270 nm apgabalā pārsniedz 0,01, bet nepārsniedz 0,16, t. i.:

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

K_m = ekstinkcijas koeficients pie absorbcijas maksimuma viļņu garuma 270 nm apgabalā, un

K_{m-4} un K_{m+4} = ekstinkcijas koeficienti pie viļņu garumiem 4 nm zemāk un augstāk nekā K_m viļņu garums;

4. organoleptiskās īpašības, kas ietver nosakāmus trūkumus, kuri pārsniedz pieļaujamās robežas, un žūrijas testa punkti ir mazāki nekā 3,5 saskaņā ar Regulas (EEK) Nr. 2568/91 XII pielikumu.

5. stigmastadiēnu saturs nepārsniedz 0,50 mg/kg.

II. Apakšpozīcijā 1509 10 90 "neapstrādāta olīveļļa" ir olīveļļa, kam ir šādas īpašības:

a) skābju saturs, kas izteikts kā oleīnskābe, nepārsniedz 3,3 g uz 100 g;

b) peroksīda skaitlis nepārsniedz 20 mekv. O_2/kg;

c) vasku saturs nepārsniedz 250 mg/kg;

d) gaistošo halogenēto šķīdinātāju saturs kopā nepārsniedz 0,20 mg/kg un katram šķīdinātājam nepārsniedz 0,10 mg/kg;

e) ekstinkcijas koeficients K_{270} nepārsniedz 0,250 un pēc eļļas apstrādes ar aktivizētu alumīnija oksīdu nepārsniedz 0,10;

f) ekstinkcijas koeficienta izmaiņa (? K) 270 nm apgabalā nepārsniedz 0,01;

g) organoleptiskās īpašības var ietvert nosakāmus trūkumus pieļaujamās robežās, un žūrijas testa punkti nav mazāki par 3,5 saskaņā ar Regulas (EEK) Nr. 2568/91 XII pielikumu;

h) eritrodiola un uvaola saturs nepārsniedz 4,5 %;

ij) piesātināto taukskābju saturs nepārsniedz 1,3 % triglicerīdu 2. stāvoklī;

k) trans-oleīnizomēru summa nepārsniedz 0,05 % un *trans* — linolēnizomēru + *trans* — linolizomēru summa nepārsniedz 0,05 %;

l) stigmastadiēnu saturs nepārsniedz 0,15 mg/kg.

C. Apakšpozīcijā 1509 90 ietilpst olīveļļa, kura iegūta, apstrādājot apakšpozīcijā 1509 10 10 un/vai 1509 10 90 minētās olīveļļas, sajaukta vai nesajaukta ar neapstrādātām olīveļļām, un kurai ir šādas īpašības:

a) skābju saturs, kas izteikts kā oleīnskābe, nepārsniedz 1,5 g uz 100 g;

a) vasku saturs nepārsniedz 350 mg/kg;

c) ekstinkcijas koeficients K_{270} (100) nepārsniedz 1,0;

d) ekstinkcijas koeficienta izmaiņa (ΔK) 270 nm apgabalā nepārsniedz 0,13;

e) eritrodiola un uvaola saturs nepārsniedz 4,5 %;

f) piesātināto taukskābju saturs nepārsniedz 1,5 % triglicerīdu 2. stāvoklī;

g) trans-oleīnizomēru summa nepārsniedz 0,20 % un *trans* — linolizomēru + *trans* — linolēnizomēru summa nepārsniedz 0,30 %.

D. Apakšpozīcijā 1510 00 10 "nerafinētas eļļas" nozīmē eļļas, jo īpaši olīvu atlikumu eļļas, ar šādām īpašībām:

a) skābju saturs, kas izteikts kā oleīnskābe, nav mazāks par 2 g uz 100 g;

b) eritrodiola un uvaola saturs nav zemāks par 12 %;

c) piesātināto taukskābju saturs nepārsniedz 1,8 % triglicerīdu 2. stāvoklī;

d) *trans* — oleīnizomēru summa nepārsniedz 0,20 % un *trans* — linolizomēru + *trans* — linolēnizomēru summa nepārsniedz 0,10 %.

E. Apakšpozīcijā 1510 00 90 ietilpst olīveļļa, kas iegūta apstrādājot eļļas, kuras ietvertas apakšpozīcijā 1510 00 10, sajaukta vai nesajaukta ar neapstrādātu olīveļļu, un eļļa, kam nav papildu piezīmēs 2 B, 2 C un 2 D minēto eļļu īpašības. Šajā apakšpozīcijā ietilpstošajām eļļām ir jābūt ar piesātināto taukskābju saturu triglicerīdu 2. stāvoklī ne lielāku par 2,0 %, *trans* — oleīnizomēru summu mazāku par 0,4 % un *trans* — linolizomēru + *trans* — linolēnizomēru summu mazāku par 0,35 %.

3. Apakšpozīcijās 1522 00 31 un 1522 00 39 neietilpst:

a) atlikumi, kas iegūti, apstrādājot taukvielas, kuras satur eļļu ar joda skaitli, mazāku par 70 vai lielāku par 100, kas noteikts saskaņā ar Regulas (EEK) Nr. 2568/91 XVI pielikumā izklāstīto metodi;

b) atlikumi, kas iegūti, apstrādājot taukvielas, kuras satur eļļu ar joda skaitli, mazāku par 70 vai lielāku par 100, un kam β -sitosterola ([1]) aiztures laikam atbilstīgā pīķa laukums, kurš noteikts saskaņā ar Regulas (EEK) Nr. 2568/91 V pielikumu, ir mazāks nekā 93,0 % no kopējā sterīnu pīķa laukuma.

4. Iepriekš minēto produktu īpašību analītiskās noteikšanas metodes ir tās, kas izklāstītas Regulas (EEK) Nr. 2568/91 pielikumos.

([1]) δ-5,23-stigmasterīns + hlerosterīns + β -sitosterīns + sitostanols + δ -5-avenasterīns + δ - 5,24-stigmasterīns"