31995R0656

29.3.1995 ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV L 69/1

NARIADENIE KOMISIE (ES) č. 656/95
z 28. marca 1995,
ktorým sa mení a dopĺňa nariadenie (EHS) č. 2568/91 o charakteristikách olivového oleja a oleja z olivových zvyškov a o príslušných analytických metódach a nariadenie Rady (EHS) č. 2658/87 o colnej a štatistickej nomenklatúre a o Spoločnom colnom sadzobníku

KOMISIA EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho spoločenstva,

so zreteľom na nariadenie Rady č. 136/66/EHS z 22. septembra 1966 o vytvorení spoločnej organizácie trhu s olejmi a tukmi ([1]), naposledy zmenené a doplnené nariadením (ES) č. 3179/93 ([2]), a najmä na jeho článok 35a,

so zreteľom na nariadenie Rady (EHS) č. 2658/87 z 23. júla 1987 o colnej a štatistickej nomenklatúre a o Spoločnom colnom sadzobníku ([3]), naposledy zmenené a doplnené nariadením Komisie (ES) č. 3330/94 ([4]), a najmä na jeho článok 9,

keďže nariadenie Komisie (EHS) č. 2568/91 ([5]), naposledy zmenené a doplnené nariadením (ES) č. 2632/94 ([6]), definuje charakteristiky olivového oleja a oleja z olivových zvyškov a príslušné analytické metódy; keďže nariadením (EHS) č. 2568/91 sa taktiež menia a dopĺňajú dodatočné poznámky 2, 3 a 4 ku kapitole 15 kombinovanej nomenklatúry obsiahnuté v prílohe I k nariadeniu (EHS) č. 2658/87;

keďže — vzhľadom na vývoj v oblasti výskumu — charakteristiky olivového oleja definované v nariadení (EHS) č. 2568/91 by sa mali zmeniť a doplniť tak, aby bola lepšie zabezpečená čistota predávaných výrobkov a definované príslušné analytické metódy;

keďže skúsenosti ukázali nevyhnutnosť určitých úprav metódy stanovovania obsahu trilinoleínu; keďže s cieľom pokračovať v procese harmonizácie s medzinárodnými normami stanovenými Medzinárodnou Radou pre olivový olej určité limity, týkajúce sa charakteristík olivového oleja a oleja z olivových zvyškov, by sa mali upraviť;

keďže vyššie uvedené zmeny charakteristík olivového oleja si vyžadujú zmeny a doplnky dodatočných poznámok 2, 3 a 4 ku kapitole 15 kombinovanej nomenklatúry;

keďže s cieľom poskytnúť čas na prispôsobenia sa novým normám a na zavedenie prostriedkov nevyhnutných na ich uplatňovanie a s cieľom zabrániť narušeniam obchodu uvedenie tohto nariadenia do účinnosti by sa malo odložiť o približne dva mesiace a malo by sa prijať ustanovenie, ktoré umožní nakladať počas obmedzenej doby s olejom zabaleným pred nadobudnutím účinnosti tohto nariadenia;

keďže z tohto dôvodu nariadenia (EHS) č. 2658/87 a (EHS) č. 2568/91, ktorých príloha XIV menila a dopĺňala uvedené dodatočné poznámky, by sa mali zmeniť a doplniť;

keďže opatrenia uvedené v tomto nariadení sú v súlade so stanoviskom Riadiaceho výboru pre oleje a tuky,

PRIJALA TOTO NARIADENIE:

Článok 1

Nariadenie (EHS) č. 2568/91 sa mení a dopĺňa takto:

1. v článku 2 sa pridáva nasledujúca zarážka:

   „— na stanovenie stigmastadiénov, metóda uvedená v prílohe XVII.“;

2. prílohy sa menia a dopĺňajú v súlade s jeho prílohou I.

([1]) Ú. v. ES 172, 30.9.1966, s. 3025/66.
([2]) Ú. v. ES L 285, 20.11.1993, s. 9.
([3]) Ú. v. ES L 256, 7.9.1987, s. 1.
([4]) Ú. v. ES L 350, 31.12. 1994, s. 51.
([5]) Ú. v. ES L 248, 5.9.1991, s. 1.
([6]) Ú. v. ES L 280, 29.10.1994, s. 43.

Článok 2

Dodatočné poznámky 2, 3 a 4 ku kapitole 15 kombinovanej nomenklatúry uvedené v prílohe I k nariadeniu Rady (EHS) č. 2658/87 sa nahrádzajú textom uvedeným v jeho prílohe II.

Článok 3

Toto nariadenie nadobúda účinnosť 60. deň po jeho uverejnení v *Úradnom vestníku Európskych spoločenstiev*.

Neuplatňuje sa na olivový olej a olej z olivových zvyškov zabelený pre dátumom jeho nadobudnutia účinnosti a obchodovaný do konca 10. mesiaca nasledujúceho po uvedenom nadobudnutí účinnosti.

Toto nariadenie je záväzné vo svojej celistvosti a je priamo uplatniteľné vo všetkých členských štátoch.

V Bruseli 28. marca 1995

Za Komisiu

Franz FISCHLER

člen Komisie

PRÍLOHA I

1. V sumarizácii príloh k nariadeniu (EHS) č. 2568/91 sa pridáva tento názov:
„Príloha XVII: Stanovenie stigmastadiénov v rastlinných olejoch .....84“.

2. Príloha I sa nahrádza týmito tabuľkami a textom:

„*PRÍLOHA I*

CHARAKTERISTIKY OLIVOVÉHO OLEJA

Druh	Kyslosť % meq	Peroxidové číslo meq/ O_2/ kg	Halogenované rozpúšťadlá mg/kg (1)	Vosky mg/kg	Nasýtené mastné kyseliny na pozícii 2 triglyceridu %	Stigmastadiény (2) mg/kg	Erytrodiol + uvaol %	Trilioleín %	Cholesterol %	Brasikasterol %	Campesterol %	Stigmasterol %	Betasitosterol (3) %	Delta-7-stigmastenol %	Steroly celkom mg/kg
1. Extra panenský olivový olej	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 1 000
2. Panenský olivový olej	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 1 000
3. Obyčajný olivový olej	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 1 000
4. Panenský lampantový olivový olej	m 3,3	m 20	m 0,20	M 350	M 1,3	M0,50	M 4,5	M 0,5	M 0,5	M 0,1	M 4,0	–	m 93,0	M 0,5	m 1 000
5. Rafinovaný olivový olej	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 1 000
6. Olivový olej	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 1 000
7. Surový olej z olivových zvyškov	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 2 500
8. Rafinovaný olej z olivových zvyškov	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 1 800
9. Olej z olivových zvyškov	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 1 600

(1) Celkový horný limit pre zlúčeniny zistené pomocou detektora elektrónového záchytu. Pre komponenty zložky zistené individuálne je horný limit 0,10 mg/kg.

(2) Suma izomérov, ktoré sa dajú (alebo nedajú) oddeliť pomocou kapilárnej kolóny.

(3) Delta-5-23-stigmastadeniol + clerosterol + sitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5-24-stigmastadeniol.

Poznámka:

Ak sa ktorákoľvek z charakteristík nachádza mimo rámca stanovených limitov, olej sa musí odmietnuť.

M = maximum, m = minimum

Druh	Kyselinové zloženie						Suma trans-olejových izomérov	Suma trans-olejových a translino-lenových izomérov %	K_{242}	K_{270}	K_{270} s oxi-dom hlini-tým	delta-K	panelová skú-ška
	Myristová %	Linolenová %	Arašidová %	Eikozánová %	Behenová %	Lignocerová %							
1. Extra panenský olivový olej	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. Panenský olivový olej	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. Obyčajný olivový olej	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. Panenský lampantový olivový olej	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. Rafinovaný olivový olej	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. Olivový olej	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. Surový olej z olivových zvyškov	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. Rafinovaný olej z olivových zvyškov	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. Olej z olivových zvyškov	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	–

Poznámka:

Ak sa ktorákoľvek z charakteristík nachádza mimo rámca stanovených limitov, olej sa musí odmietnuť.
Na účely stanovenia čistoty — v prípade, že K_{270} prekračuje limit pre príslušnú kategóriu — sa táto musí stanoviť znovu po prechode cez aluminu.

M = maximum, m = minimum“.

3. Poznámka 5 k Prílohe VIII sa nahrádza takto:

„*Poznámka 5:*

S cieľom umožniť jasné oddelenie trilinoleinového píku od priľahlých píkov alebo od akýchkoľvek interferujúcich látok, lampantový panenský olej a surový olej z olivových zvyškov sa musí vopred rafinovať v súlade s nasledujúcou metódou:

Absorbujte 200 ml nezriedeného oleja v kolóne z oxidu kremičitého určeného na extrakciu tuhej látky kvapalinou (typ SEP PAC patróny s oxidom kremičitým vlhčené vodou časť č. 51900).

Eluujte triglyceridy s použitím 20 ml bezvodého hexánu pre určeného na HPLC (vysoko účinná kvapalinová chromatografia) po dobu najviac 20 sekúnd.

Eluovaný produkt sušte prúdom dusíka a rozpustite ho v izopropanole alebo v acetóne (5 ml). Vstreknite 10 až 20 ml do HPLC (vysoko účinného kvapalinového chromatografu). Musí sa skontrolovať zloženie mastných kyselín v oleji tak, aby bola istota, že bude rovnaké pred aj po rafinácii, v rámci rozsahu správnosti schválenej analytickej metódy.;“

4. Pridáva sa táto príloha XVII:

„*PRÍLOHA XVII:*

METÓDY STANOVENIA STIGMASTADIÉNOV V RASTLINNÝCH OLEJOCH

1. ÚČEL

Stanovenie stigmastadiénov v rastlinných olejoch obsahujúcich nízke koncentrácie týchto uhľovodíkov, a to najmä v panenskom olivovom oleji a v surovom oleji z olivových zvyškov.

2. ROZSAH

Norma sa môže uplatňovať na všetky rastlinné oleje, hoci merania sú spoľahlivé iba v prípade, keď obsah týchto uhľovodíkov sa pohybuje v rozmedzí 0,01 až 4,0 mg/kg. Táto metóda je obzvlášť vhodná na zistenie prítomnosti rafinovaných rastlinných olejov (olivový olej, olej z olivových zvyšky, slnečnicový olej, palmový olej atď.) v panenskom olivovom oleji, nakoľko rafinované oleje obsahovali stigmastadiény a panenské oleje ich neobsahujú.

3. POSTUP

Izolácia nezmydelniteľnej látky. Oddelenie frakcie steroidných uhľovodíkov pomocou stĺpcovej chromatografie na silikagély a analyzovanie pomocou kapilárnej plynovej chromatografie.

4. APARATÚRA

4.1. 250 ml banky vhodné na použitie so spätným chladičom.

4.2. Oddeľovacie lieviky o objeme 500 ml.

4.3. 100 ml banky s guľatým dnom.

4.4. Rotačná odparka.

4.5. Sklená chromatografická kolóna (vnútorný priemer 1,5 až 2,0 cm, dĺžka 50 cm) s teflónovým kohútikom a so zátkou z vlákien sklenej vlny alebo s fritovým kotúčom na dne. S cieľom pripraviť silikagélovú kolónu nalejte do chromatografickej kolóny hexán do výšky približne 5 cm a potom ju naplňte suspenziou silikagélu v hexáne (15 g v 40 ml) pomocou dávok hexánu. Nechajte usadiť a usadzovanie ukončite aplikovaním slabých vibrácií. Pridajte bezvodý síran sodný do výšky približne 0,5 cm a nakoniec prebytočný hexán eluujte.

4.6. Plynový chromatograf s plameňovým ionizačným detektorom, deleným alebo studeným injektorom na kolóne a pecou programovateľnou s presnosťou ± 1 °C.

4.7. Kapilárna kolóna z taveného kremeňa určená na plynovú chromatografiu (vnútorný priemer 0,25 alebo 0,32 mm a dĺžka 25 m) potiahnutá fázou 5 % fenylmetylsilikónu, s hrúbkou filmu 0,25 mm.

Poznámka 1:

Môžu sa používať aj iné kolóny s podobnou alebo nižšou polaritou.

4.8. Integrátor-zapisovač s možnosťou pracovať v integračnom režime údolie-údolie.

4.9. 5 až 10 ml mikrostriekačka na plynovú chromatografiu s cementovanou ihlou.

4.10. Plášť s elektrickým ohrevom alebo zahrievacia platnička.

5. ČINIDLÁ

Všetky činidlá musia mať analytickú kvalitu, pokiaľ nie je stanovené inak. Musí sa používať destilovaná voda alebo voda minimálne ekvivalentnej čistoty.

5.1. Hexán alebo zmes alkánov s rozmedzím bodov varu 65 až 70 °C, destilované v rektifikačnej kolóne.

Poznámka 2:

Rozpúšťadlo sa musí kvôli odstráneniu nečistôt destilovať.

5.2. etanol 96 obj /obj.

5.3. Bezvodý síran sodný.

5.4. Alkoholický roztok hydroxidu draselného s koncentráciou 10 %. Pridajte 10 ml vody k 50 g hydroxidu draselného, zamiešajte a zmes potom rozpustite v etanole na celkový objem 500 ml.

Poznámka 3:

Alkoholický hydroxid draselný pri státí hnedne. Musí sa pripravovať čerstvý každý deň a uchovávať v tesne zazátkovaných fľašiach z tmavého skla.

5.5. Silikagél 60 pre stĺpcovú chromatografiu, 70 až 230 meš (Merck, referencia 7734 alebo podobne).

Poznámka 4:

Silikagél sa môže obvykle použiť priamo z kontejnera bez akejkoľvek ďalšej úpravy. Niektoré šarže silikagélu môžu vykazovať nízku aktivitu, čo bude mať za následok zlé chromatografické oddelenie. Za takýchto okolností sa musí silikagél upraviť nasledujúcim spôsobom: Aktivujte silikagél zahrievaním po dobu najmenej štyroch hodín pri teplote 550 °C. Po zahriatí vložte silikagél do exsikátora, pričom sa silikagél ochladí a potom ho preneste do zazátkovanej fľaše. Pridajte 2 % vody a trepte dovtedy, až kým nebudú viditeľné žiadne hrudky a prášok bude voľne prúdiť.

Ak niektoré šarže silikagélu budú mať za následok chromatogramy s interferujúcimi píkmi, tak silikagél sa musí upraviť spôsobom opísaným vyššie. Alternatívou môže byť použitie extra čistého silikagélu 60 (Merck, referencia 7754).

5.6. Zásobný roztok (200 ppm) cholesta-3, 5-diénu (Sigma, čistota 99 %) v hexáne (10 mg v 50 ml).

5.7. Štandardný roztok cholesta-3, 5-diénu v hexáne pri koncentrácii 20 ppm, získaný zriedením roztoku uvedeného vyššie.

Poznámka 5:

Roztoky 5.6 a 5.7 sú stále po dobu najmenej štyroch mesiacov, ak sa uchovávajú pri teplote nižšej ako 4 °C.

5.8. Roztok n-nonakozánu v hexáne pri koncentrácii približne100 ppm.

5.9. Nosný plyn pre chromatografiu: hélium alebo vodík o čistote 99,9990 %.

5.10. Pomocné plyny pre plameňový ionizačný detektor: vodík o čistote 99,9990 % a čistený vzduch.

6. POSTUP

6.1. **Prípravanezmydelniteľnej látky**

6.1.1. Navážte 20 ± 0, 1 g oleja do 250 ml banky (4.1), pridajte 1 ml štandardného roztoku cholesta-3, 5-diénu (20 mg) a 75 ml 10 % alkoholického hydroxidu draselného, namontujte spätný chladič a zahrievajte do mierneho varu po dobu 30 minút. Vyberte banku obsahujúcu vzorku zo zdroja tepla a nechajte roztok trochu ochladnúť (nenechajte roztok úplne vychladnúť, nakoľko vzorka by stuhla). Pridajte 100 ml vody a preneste roztok do oddeľovacieho lievika (4.2) pomocou 100 ml hexánu. Zmesou 30 sekúnd intenzívne trepte a potom ju nechajte oddeliť sa.

Poznámka 6:

Pokiaľ by sa vytvorila emulzia, ktorá by sa rýchle nerozplynula, tak pridajte etanol v malom množstve.

6.1.2. Preneste spodnú vodnú fázu do druhého oddeľovacieho lievika a znovu extrahujte s použitím 100 ml hexánu. Spodnú fázu znovu vypustite a hexánové extrakty premyte (spojené v ďalšom oddeľovacom lieviku) trikrát, pričom zakaždým použijete 100 ml zmesi etanol-voda (1:1), až kým sa nedosiahne neutrálne pH.

6.1.3. Nechajte prejsť roztok hexánu cez bezvodý síran sodný (50 g), premyte s 20 ml hexánu a nechajte odparovať v rotačnej odparke pri 30 °C pri zníženom tlaku až do vysušenia.

6.2. **Oddeleniefrakcie steroidných uhľovodíkov**

6.2.1. Preneste zvyšok do frakcionačnej kolóny pomocou dvoch 1-ml dávok hexánu, nechajte vzorku pretekať kolónou a umožnite, aby hladina roztoku poklesla k hornej časti síranu sodného, a začnite chromatografické eluovanie pomocou hexánu s rýchlosťou prietoku približne 1ml/min. Prvých 25 až 30 ml eluátu vyraďte a nasledujúcich 40 ml frakcie zachyťte. Po zachytení preneste túto frakciu do 100-ml banky s guľatým dnom. (4.3)

Poznámka 7:

Prvá frakcia obsahuje nasýtené uhľovodíky (obr. 1 a) a druhá frakcia steroidné uhľovodíky. Ďalšie eluovanie poskytne skvalen a príbuzné zlúčeniny. Ak sa má dosiahnuť dobré oddelenie nasýtených a steroidných uhľovodíkov, tak sa vyžaduje optimalizácie objemov frakcie. Za týmto účelom sa musí objem prvej frakcie upraviť tak, aby pri analýze druhej frakcie, píky predstavujúce nasýtené uhľovodíky boli nízke (pozri obr. 1 c); ak sa neobjavia, ale intenzita štandardného píku je pritom nízka, objem sa musí znížiť. V každom prípade, úplné oddelenie zložiek prvej a druhej frakcie nie je nevyhnutné, nakoľko počas GC (plynovo-chromatografickej) analýzy nedochádza k prekrývaniu píkov, pokiaľ sú podmienky plynovej chromatografie upravené tak, ako je uvedené v 6.3.1. Optimalizácia objemu druhej frakcie nie je spravidla potrebná, nakoľko dochádza k dobrému oddeleniu od ostatných komponentov. Tak či onak, prítomnosť veľkého píku pri približne o 1,5 minútu kratšom retenčnom čase v porovnaní so štandardom je zapríčinená skvalénom a svedčí o zlom oddelení.

6.2.2. Odparujte druhú frakciu v rotačnej odparke pri 30 °C pri zníženom tlaku až do vysušenia a zvyšok ihneď rozpustite v 0,2 ml hexánu. Roztok uchovávajte až do analýzy v chladničke.

Poznámka 8:

Zvyšky 6.1.3 a 6.2.2 sa nesmú držať na suchom mieste a pri izbovej teplote. Ihneď po ich získaní sa musí pridať rozpúšťadlo a roztoky sa musia uchovávať v chladničke.

6.3. **Plynová chromatografia**

6.3.1. Pracovné podmienky deleného vstrekovania

— teplota injektora: 300 °C,

— teplota detektora: 320 °C,

— integrátor-zapisovač: parametre integrácie sa musia stanoviť tak, aby sa dosiahlo správne vyhodnotenie plôch. Odporúča sa integračný režim údolie-údolie.

— citlivosť: približne 16 násobok minimálneho tlmenia,

— množstvo vstreknutého roztoku: 1 ml,

— teploty programovania pece: spočiatku 235 °C po dobu šesť minút a následné zvyšovanie rýchlosťou 2 °C/minúta na teplotu 285 °C,

— injektor s deličom prietoku 1: 15,

— nosný plyn: hélium alebo vodík pri tlaku približne 120 kPa.

Tieto podmienky sa môžu upravovať v súlade s charakteristikami chromatografu a kolóny tak, aby sa získali chromatogramy spĺňajúce nasledujúce požiadavky: pík vnútorného štandardu do približne 5 minút času uvedeného v 6.3.2; pík vnútorného štandardu musí predstavovať aspoň 80 % rozsahu stupnice.

Systém na plynovú chromatografiu sa musí skontrolovať vstreknutím zmesi zásobného roztoku cholestadiénu (5.6) a roztoku n- nonakozánu (5.8). Pík cholesta-3, 5-diénu sa musí objaviť pred píkom n-nonakozánu (obr. 1c); pokiaľ sa neobjaví, tak možno vykonať dva kroky: znížiť teplotu pece a/alebo menej polárnu kolónu.

6.3.2. Identifikácia píku

Pík vnútorného štandardu sa objaví približne za 19 minút a pík 3,5-stigmastadiénu s relatívnym retenčným časom približne 1,29 (pozri obr. 1b). 3,5-stigmastadién sa vyskytuje s malými množstvami izoméru a obvykle sa obidva eluujú spolu ako jeden chromatografický pík. Ak však bude kolóna príliš polárna alebo sa bude vyznačovať vysokou rozlišovacou schopnosťou, izomér sa môže objaviť ako malý pík skôr tesne pred píkom stigmasta-3, 5-diénu (obr. 2). S cieľom zabezpečiť, aby sa stigmastadiény eluovali ako jeden pík, je rozumné nahradiť kolónu kolónou, ktorá je buď menej polárna, alebo má väčší vnútorný priemer.

Poznámka 9:

Stigmastadiény určené ako referencia sa môžu získať analýzou rafinovaného rastlinného oleja s použitím menšieho množstva vzorky (1až 2 g). Stigmastadiény vytvárajú prominentný a ľahko identifikovateľný pík.

6.3.3. Kvantitatívna analýza

Obsah stigmastadiénov sa stanoví podľa vzorca:

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

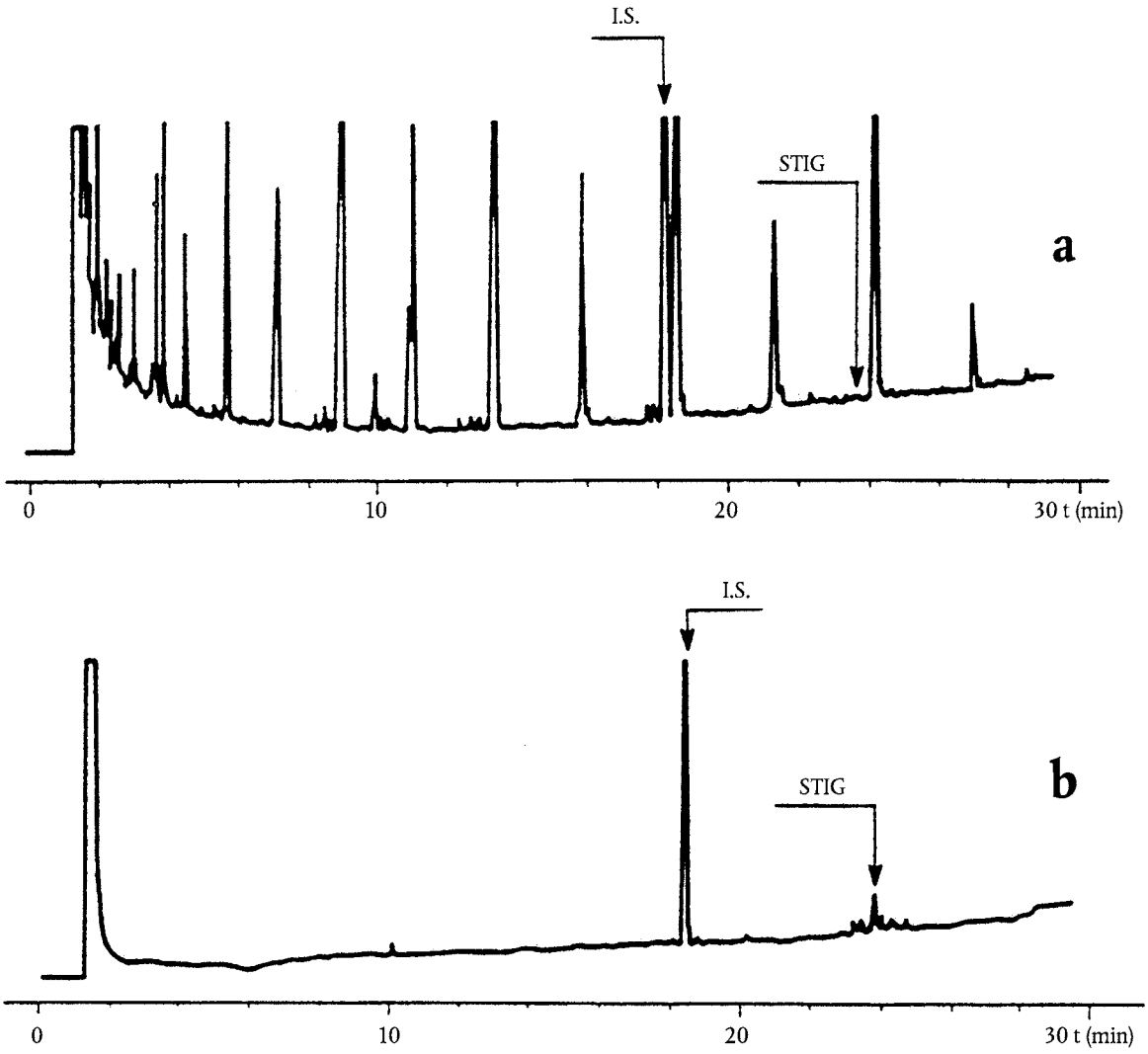
pričom: A_s = plocha píku stigmastadiénov (ak je pík rozložený na dva izoméry, tak súčet plôch týchto dvoch píkov),

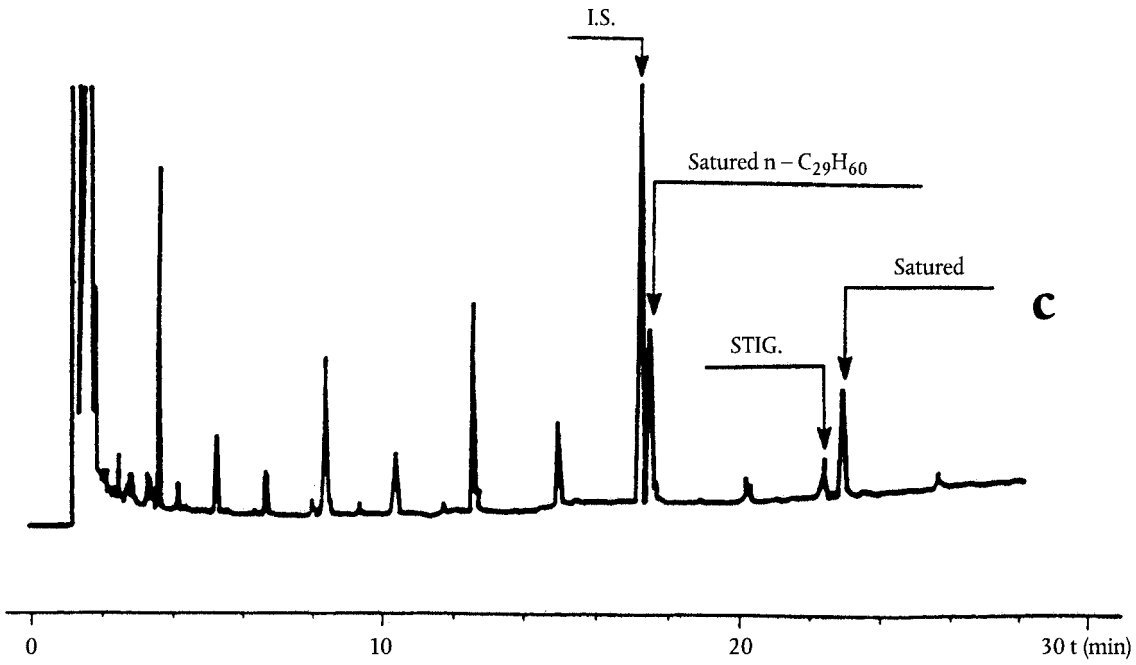
A_c = plocha vnútorného štandardu (cholestadién),

M_c = hmotnosť pridaného štandardu v mikrogramoch,

M_o = hmotnosť použitého oleja v gramoch.

Hranica postrehu: približne 0,01 mg/kg.“





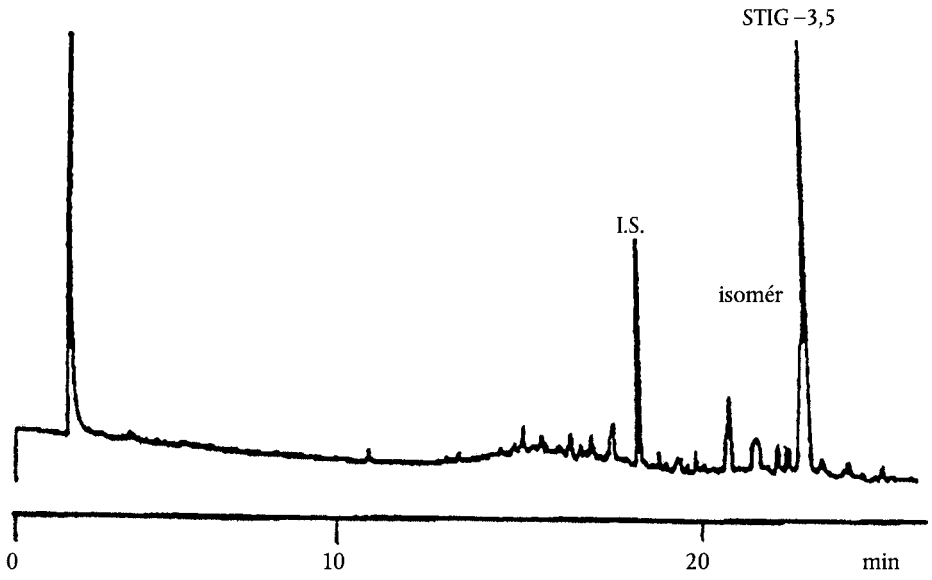
Obrázok 1

Plynové chromatogramy získané zo vzoriek olivového oleja analyzovaných na kremennej kapilárnej kolóne (vnútorný priemer 0,25 mm a dĺžka 25 m), potiahnutej 5 % fenylmetylsilikónom s hrúbkou filmu 0,25 mm.

a) Prvá frakcia (30 ml) z panenského oleja, s prídavkom štandardu.

b) Druhá frakcia (40 ml) z olivového oleja obsahujúceho 0,10 mg/kg stigmastadiénov.

c) Druhá frakcia (40 ml) obsahujúca malý podiel prvej frakcie.



Obrázok 2

Plynový chromatogram získaný zo vzorky rafinovaného olivového oleja analyzovaného na DB-5-kolóne vykazujúci izomér 3,5-stigmastadiénu.

PRÍLOHA II

„2. A. Čísla 1509 a 1510 sa vzťahujú výlučne na oleje získané výlučne rafináciou olív, ktorých analytické charakteristiky kyselinového a sterolového zloženia sú takéto:

Tabuľka I

Zloženie mastných kyselín ako percento celkových mastných kyselín

Mastné kyseliny	Percentá
Kyselina myristová	M 0,05
Kyselina linolenová	M 0,9
Kyselina arašidová	M 0,6
Kyselina eikozánová	M 0,4
Kyselina behenová (1)	M 0,3
Kyselina lignocerová	M 0,2

(1) M = 0,2 pre oleje položky č. 1509.

M = maximum

Tabuľka II

Zloženie sterolov ako percento celkových sterolov

Steroly	Percentá
Cholesterol	M 0,5
Brasikasterol (1)	M 0,1
Campesterol	M 4,0
Stigmasterol (2)	< campesterol
Betasitosterol (3)	m 93,0
Delta-7-stigmasterol	M 0,5

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

(2) Podmienka neplatí pre panenský lampantový olej (podpoložka 1509 10 10) a pre olej z olivových zvyškov (podpoložka 1510 00 10).

(3) Delta-5,23- stigmastadienol + cholesterol + betasitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5,24-stigmastadienol.

m = minimum
M = maximum

Čísla položiek 1509 a 1510 sa nevzťahujú na chemicky zmenený olivový olej (najmä reesterifikovaný olivový olej) a na zmesi olivového oleja s inými olejmi. Prítomnosť reesterifikovaného olivového oleja alebo ostatných olejov sa zistí pomocou metód uvedených v prílohách V, VI, X A a X B k nariadeniu (EHS) č. 2568/91.

B. Podpoložka 1509 10 sa vzťahuje iba na olivové oleje definované v častiach I a II získané výlučne s použitím mechanických alebo iných fyzikálnych spôsobov za podmienok — a najmä za tepelných podmienok — ktoré nevedú k zhoršeniu kvality oleja, a ktoré neboli podrobené žiadnemu inému ošetreniu ako je premytie, dekantácia, odstredenie alebo filtrácia. Oleje získané z olív s použitím rozpúšťadiel spadajú pod položku 1510.

I. Na účely podpoložky 1509 10 10 sa pod pojmom ‚panenský lampantový olivový olej' bez ohľadu na jeho kyslosť rozumie olivový olej:

a) s obsahom vosku nie vyšším ako 350 mg/kg;

b) s obsahom erytrodiolu a uvaolu nie vyšším ako 4,5 %;

c) s obsahom nasýtených mastných kyselín na pozícii 2 v triglyceridoch nie vyšším ako 1,3 %;

d) so sumou transolejových izomérov nie vyššou ako 0,10 % a so sumou transolejových + translinolenových izomérov nie vyššou ako 0,10 %

e) jednou z nasledujúcich charakteristík:

1. peroxidové číslo nie nižšie ako 20 meq O_2/kg;

2. obsah prchavých halogenovaných rozpúšťadiel nie nižší ako 0,20 mg/kg alebo nie nižší ako 0,10 mg/kg pre jedno rozpúšťadlo;

3. K_{270} koeficient extinkcie nie nižší 0,250 a po úprave oleja pomocou aktivovanej aluminy, nie vyšší ako 0,11. V skutočnosti niektoré oleje s obsahom voľných mastných kyselín vyjadreným ako kyselina olejová, vyšším ako 3,3 g na100 g môžu, po prechode cez aktivovanú aluminu v súlade s metódu uvedenou v prílohe IX k nariadeniu (EHS) č. 2568/91, mať K_{270}koeficient extinkcie vyšší ako 0,10. Ak to tak bude aj po neutralizácii a odfarbení v laboratóriu, v súlade s metódou uvedenou v prílohe XIII k vyššie uvedenému nariadeniu, tak sa musia vyznačovať nasledovnými charakteristikami:

— K_{270} koeficient extinkcie nie vyšší ako 1,20,

— zmena koeficientu extinkcie (delta K), v oblasti 270 nm, vyššia ako 0,01, avšak nie vyššia ako 0,16, t. j.:

DK = $K_m - 0,5 (K_{m-4} + K_{m+4})$

K_m = koeficient ektinkcie pri vlnovej dĺžke maxima absorbčnej krivky v oblasti 270 nm a

K_{m-4}a K_{m+4} = koeficienty extinkcie pri vlnových dĺžkach o 4 nm nižších a vyšších ako je vlnová dĺžka K_m;

4. organoleptické charakteristiky, ktoré zahŕňajú detektovateľné defekty prekračujúce hranice akceptovateľnosti a bodové ohodnotenie v senzorickej skúške nižšie ako 3,5 v súlade s prílohou XII k nariadeniu (EHS) č. 2568/91;

5. obsah v stigmastadiénov nie vyšší ako 0,50 mg/kg.

II. Na účely podpoložky 1509 10 90 sa pod pojmom ‚panenský olej' rozumie olivový olej vyznačujúci sa nasledujúcimi charakteristikami:

a) obsah kyselín, vyjadrený ako kyselina olejová, nie vyšší ako 3,3 g na 100 g;

b) peroxidové číslo nie vyššie ako 20 meq O_2/kg;

c) obsah vosku nie vyšší ako 250 mg/kg;

d) obsah prchavých halogenovaných rozpúšťadiel nie vyšší ako 0,20 mg/kg celkove a nie vyšší ako 0,10 mg/kg pre každé rozpúšťadlo;

e) K_{270} koeficient extinkcie nie vyšší ako 0,250 a po ošetrení oleja pomocou aktivovanej aluminy nie vyšší ako 0,10;

f) zmena koeficientu extinkcie (delta K), v oblasti 270 nm, nie vyššia ako 0,01;

g) organoleptické charakteristiky, ktoré môžu zahŕňať detegovateľné defekty v rámci limitov akceptovateľnosti a bodové ohodnotenie v senzorickej skúške nie nižšie ako 3,5 v súlade s prílohou XII k nariadeniu (EHS) č. 2568/91;

h) obsah erytrodiolu a uvaolu nie vyšší ako 4,5 %;

ij) obsah nasýtených mastných kyselín v polohe 2 v triglyceridoch nie vyšší ako 1,3 %;

k) so sumou transolejových izomérov nie vyššou ako 0,05 % a so sumou transolejových + translinolenových izomérov nie vyššou ako 0,05 %;

l) obsah stigmastadiénov nie vyšší ako 0,15 mg/kg.

C. Podpoložka 1509 90 sa vzťahuje na olivový olej získaný ošetrením olivových olejov podpoložiek 1509 10 10 alebo 1509 10 90, aj zmiešaných s panenským olivovým olejom, vyznačujúci sa nasledujúcimi charakteristikami:

a) obsah kyselín, vyjadrený ako kyselina olejová, nie vyšší ako 1,5 g na 100 g;

b) obsah vosku nie vyšší ako 350 mg/kg;

c) K_{270} koeficient extinkcie (100) nie vyšší ako 1,0;

d) zmena koeficientu extinkcie (delta K), v oblasti 270 nm, nie vyššia ako 0,13;

e) obsah erytrodiolu a uvaolu nie vyšší ako 4,5 %;

f) obsah nasýtených mastných kyselín v polohe 2 v triglyceridoch nie vyšší ako 1,5 %;

g) suma transolejových izomérov nie vyššia ako 0,20 % a suma transolejových + translinolenových izomérov nie vyššia ako 0,30 %.

D. Na účely podpoložky 1510 00 10 sa pod pojmom ‚surové oleje' rozumejú oleje, najmä oleje z olivových zvyškov, vyznačujúce sa nasledujúcimi charakteristikami:

a) obsah kyselín, vyjadrený ako kyselina olejová, nie nižší ako 2 g na 100 g;

b) obsah erytrodiolu a uvaolu nie nižší ako 12 %;

c) obsah nasýtených mastných kyselín v polohe 2 v triglyceridoch nie vyšší ako 1,8 %;

d) suma transolejových izomérov nie vyššia ako 0,20 % a suma transolejových + translinolenových izomérov nie vyššia ako 0,10 %.

E. Podpoložka 1510 00 90 sa vzťahuje na oleje získané ošetrením olejov podpoložky 1510 00 10, aj zmiešaných s panenským olivovým olejom, a na oleje nevyznačujúce sa charakteristikami olejov uvedenými v dodatočných poznámkach 2 B, 2C a 2 D. Oleje tejto podpoložky musia mať obsah nasýtených mastných kyselín na pozícii 2 v triglyceridoch nie vyšší ako 2,0 %, sumu transolejových izomérov nižšiu ako 0,4 % a sumu transolejových + translinolenových izomérov nižšiu ako 0,35 %.

3. Podpoložky 1522 00 31 a 1522 00 39 sa nevzťahujú na:

a) zvyšky vznikajúce pri ošetrení mastných látok obsahujúcich olej s jódovým číslom stanoveným v súlade s metódou uvedenou v prílohe XVI k nariadeniu (EHS) č. 2568/91, nižším ako 70 alebo vyšším ako 100;

b) zvyšky vznikajúce pri ošetrení mastných látok obsahujúcich olej s jódovým číslom vyšším ako 70 alebo nižším ako 100, ktorého plocha píku predstavujúca elučný objem ([1]) beta-sitosterolu 1, stanovená v súlade s prílohou V k nariadeniu (EHS) č. 2568/91, je menšia ako 93,0 % všetkých plôch píkov sterolu.

4. Analytické metódy stanovenia charakteristík produktov uvedených vyššie sú uvedené v prílohách k nariadeniu (EHS) č. 2568/91.

([1]) Delta-5,23-stigmastadienol + chlerosterol + betasitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5,24-stigmastadienol."