REGOLAMENTO (CEE) N. 618/72 DELLA COMMISSIONE

del 29 marzo 1972

relativo alle caratteristiche degli oli d'oliva e di alcuni prodotti contenenti olio d'oliva

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea,

visto il regolamento n. 136/66/CEE del Consiglio, del 22 settembre 1972, relativo all'attuazione di un'organizzazione comune dei mercati nel settore dei grassi (1), modificato da ultimo dal regolamento (CEE) n. 2727/71 (2), in particolare l'articolo 18, paragrafo 3,

visto il regolamento (CEE) n. 443/72 del Consiglio, del 29 febbraio 1972, relativo ai prelievi applicabili all'olio d'oliva che ha subìto un processo di raffinazione e ad alcuni prodotti contenenti olio d'oliva (3), in particolare l'articolo 8,

visto il regolamento n. 162/66/CEE del Consiglio, del 27 ottobre 1966, relativo agli scambi di grassi tra la Comunità e la Grecia (4), in particolare l'articolo 4, paragrafo 2, l'articolo 5, paragrafo 3, e l'articolo 9,

considerando che le restituzioni all'esportazione di olio d'oliva possono essere fissate a livelli diversi secondo i tipi di olio ; che a tal fine occorre distinguere tali oli secondo le loro caratteristiche chimiche ;

considerando che il regolamento (CEE) n. 443/72 prevede prelievi diversi per gli oli d'oliva ottenuti mediante raffinazione di olio d'oliva vergine e per gli oli di sansa di olive che hanno subito un processo di raffinazione ; che occorre distinguere tali oli secondo le loro caratteristiche chimiche ;

considerando che la nomenclatura tariffaria che risulta dall'applicazione del presente regolamento è ripresa nella tariffa doganale comune ;

considerando che le misure previste dal presente regolamento sono conformi al parere del Comitato di gestione per i grassi,

HA ADOTTATO IL PRESENTE REGOLAMENTO:

Articolo 1

1. È considerato olio d'oliva ai sensi della sottovoce 15.07 A della tariffa doganale comune, solo l'olio proveniente esclusivamente dal trattamento delle olive, escluso l'olio d'oliva riesterificato e qualsiasi miscela di olio con oli di altra natura.

2. Appartengono alle sottovoci 15.07 A I a) e 15.07 A I b) della tariffa doganale comune gli oli che presentano le caratteristiche di cui all'allegato I.

3. Appartengono alla sottovoce 15.17 A della tariffa doganale comune i prodotti della voce 15.17 diversi da quelli definiti all'allegato II.

4. Ai fini della concessione della restituzione all'esportazione, appartengono alla sottovoce 15.07 A II (a) e 15.07 A II (b) di cui all'articolo 2 del regolamento (CEE) n. 616/72 (5) gli oli che presentano le caratteristiche di cui all'allegato I.

Articolo 2

Nella tariffa doganale comune la nota complementare del capitolo 15 è sostituita dal testo di cui all'allegato III.

(1) GU n. 172 del 30. 9. 1966, pag. 3025/66.
(2) GU n. L 282 del 23. 12. 1971, pag. 8.
(3) GU n. L 54 del 3. 3. 1972, pag. 3.
(4) GU n. 197 del 29. 10. 1966, pag. 3393/66.

(5) Vedasi pag. 1 della presente Gazzetta ufficiale.

Articolo 3

Il presente regolamento entra in vigore il 1° aprile 1972.

Il regolamento n. 177/66/CEE, del 7 novembre 1966, relativo alla distinzione tra i diversi oli d'oliva che hanno subito un processo di raffinazione [1], è abrogato.

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

Fatto a Bruxelles, il 29 marzo 1972.

Per la Commissione
Il Presidente
S. L. MANSHOLT

[1] GU n. 203 dell'8. 11. 1966, pag. 3491/66.

ALLEGATO I

Caratteristiche degli oli d'oliva appartenenti alle sottovoci 15.07 A I a), 15.07A I b), 15.07 A II (a) e (b)

1. Appartiene alla sottovoce 15.07 A I a) l'olio d'oliva che presenta le seguenti caratteristiche:

   a) un tenore di acidi grassi liberi, espresso in acido oleico, del 3 % al massimo,

   b) un coefficiente d'estinzione K_{270} (coefficiente di assorbimento attraverso uno spessore di 1 cm di una soluzione costituita da 1 g di olio in 100 ml di isoottano (2,2,4 trimetilpentano), alla lunghezza d'onda di 270 nm), superiore a 0,25 e non superiore a 1,10 e, previo trattamento del campione di olio su allumina attivata, superiore a 0,11,

   c) una variazione del coefficiente di estinzione, intorno a 270 nm, superiore a 0,01 e non superiore a 0,16.

      Tale variazione è definita dall'espressione:

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

      ove:

      K_m indica il coefficiente di estinzione alla lunghezza d'onda del massimo della curva di assorbimento intorno a 270 nm.

      K_{m-4} e K_{m+4} indicano i coefficienti di estinzione alla lunghezza d'onda rispettivamente inferiori e superiori di 4 nm a quelle di K_m.

   d) assenza di reazione positiva dell'olio di sansa.

2. Appartiene alla sottovoce 15.07 A I b) l'olio di oliva che presenta:

   a) o le caratteristiche di cui al punto 1 dalla lettera a) alla lettera c) e una reazione positiva dell'olio di sansa,

   b) oppure le caratteristiche di cui al punto 1 lettera a), e un coefficiente di estinzione K_{270} superiore a 1,10 e non superiore a 2,00, e una variazione del coefficiente di estinzione, intorno a 270 nm, non superiore a 0,20.

3. Appartiene alla sottovoce 15.07 A II (a) l'olio d'oliva che presenta le seguenti caratteristiche:

   a) un coefficiente di estinzione K_{270}, dopo trattamento del campione dell'olio su allumina attivata, non superiore a 0,11.

      Alcuni oli a forte acidità possono avere, eccezionalmente, previo trattamento su allumina attivata, un coefficiente di estinzione K_{270} superiore a 0,11. In questo caso, dopo neutralizzazione e decolorazione effettuata in laboratorio, essi devono presentare le caratteristiche degli oli di cui al punto 1;

   b) una variazione del coefficiente d'estinazione verso i 270 nm non superiore a 0,01;

   c) assenza di reazione positiva dell'olio di sansa.

4. Appartiene alla sottovoce 15.07 A II (b), l'olio di oliva che presenta le seguenti caratteristiche:

   a) un tenore di acidi grassi liberi, espresso in acido oleico, superiore al 3 %, e

   b) una reazione positiva dell'olio di sansa, oppure, dopo neutralizzazione e decolorazione effettuate in laboratorio, le caratteristiche degli oli di cui al punto 2 sotto b).

METODO DI ANALISI

I. TRATTAMENTO DEL CAMPIONE CON L'ALLUMINA ATTIVATA

1. Introdurre 30 g di allumina basica, ottenuta mediante il procedimento descritto al paragrafo 2, in una colonna da cromatografia del diametro di circa 35 mm e della lunghezza di 450 mm, munita di un tubo di deflusso del diametro di circa 10 mm.

Pigiare meccanicamente l'allumina, lasciando cadere adagio la colonna mantenuta in posizione verticale, ripetutamente, su una superficie di legno. Introdurre nella colonna cosí preparata 100 ml di una soluzione al 10 % di olio nell'esano.

Raccogliere l'eluato ed evaporare il solvente sotto vuoto a una temperatura inferiore ai 25 °.

Sull'olio così ottenuto la determinazione del coefficiente di estinzione a 270 nm deve essere effettuata immediatamente.

2. L'allumina basica di attività Brockman I (0 % di acqua) si ottiene riscaldando per tre ore a 380-400° allumina basica (per cromatografia) di granulometria compresa tra 30 μm e le 130 μm (80 μm di media). Aggiungere a 100 g del prodotto suddetto 5 ml di acqua distillata per ottenere allumina basica di una attività Brockmann compresa tra II e III.

   Agitare con frequenza e lasciare riposare per una notte in un recipiente chiuso ermeticamente.

Verifica dell'attività dell'allumina:

introdurre 30 g di allumina basica (ottenuta nella maniera sopraindicata) in una colonna per cromatografia del diametro di circa 35 mm e della lunghezza di 450 mm; far passare attraverso questa colonna, alle condizioni specificate dal metodo, una miscela di 95 % di olio vergine con coefficiente di estinzione K_{270} inferiore a 0,18, e di 5 % di un olio d'arachide trattato durante la raffinazione con terre decoloranti e avente un coefficiente di estinzione K_{270} eguale o superiore a 4. Se la miscela presenta un coefficiente di estinzione superiore a 0,11, l'allumina è accettabile. Se l'eluizione dei trieni coniugati non si è prodotta su questa allumina, bisogna utilizzare una allumina più idratata, dopo aver verificato che essa soddisfi le esigenze del testo precedente.

II. REAZIONE DELL'OLIO DI SANSA

1. **Apparecchiatura:**

   — matraccio da 100 ml munito di refrigeratore a riflusso;
   — pipetta, graduata in decimi, da 5 ml;
   — sistema per riscaldare, che consenta di raggiungere la temperatura di circa 80 °;
   — termometro da 15 a 60 °.

2. **Reattivi:**

   — soluzione di idrossido di potassio (42,5 g di KOH sciolti in 72 ml di acqua distillata (il tutto portato a 500 ml con alcool etilico a 95 °);
   — soluzione di alcool etilico, titolo 70 °;
   — soluzione acquosa di acido acetico all'1+2 (in volume), dosata in modo che 1,5 ml neutralizzino esattamente 5 ml della soluzione idroalcolica di idrossido di potassio in presenza di fenolftaleina.

3. **Preparazione del campione:**

   L'olio è privato dell'acqua mediante decantazione e filtrazione su filtro di carta effettuate a una temperatura lievemente superiore al punto di fusione di alcuni costituenti concreti che avrebbero potuto separarsi dalla sostanza grassa fluida.

4. **Modo di operare:**

   Introdurre nel matraccio 1 ml circa di olio preparato come indicato al paragrafo 3. Aggiungere 5 ml di soluzione di idrossido di potassio. Adattare il refrigerante a riflusso e portare ad ebollizione per 10 minuti agitando ogni tanto. Lasciar raffreddare sino a temperatura ambiente. Aggiungere 1,5 ml di soluzione acquosa di acido acetico e 50 ml di soluzione di alcool etilico, precedentemente portata alla temperatura di 50 °. Mescolare agitando, introdurre il termometro e lasciar raffreddare, osservando l'aspetto della soluzione non appena questa raggiunge la temperatura di 45 °. La formazione di un precipitato fioccoso a una temperatura superiore a 40 ° indica che la reazione è positiva. In assenza del precipitato fioccoso caratteristico. mantenere il liquido a temperatura ambiente, che deve essere compresa tra i 20 ° e i 22 °, per almeno 24 ore o, se necessario, per 48 ore.

   Osservare nuovamente la soluzione: la formazione di un precipitato fioccoso che galleggia nel mezzo del liquido indica egualmente che la reazione è positiva.

III. NEUTRALIZZAZIONE E DECOLORAZIONE DELL'OLIO DI OLIVA IN LABORATORIO

A. Neutralizzazione dell'olio

1. **Apparecchiatura:**

— bicchiere da 300 ml a forma alta;

— centrifuga da laboratorio con provette da 100 ml;

— bicchiere da 250 ml;

— palloncini da 100 ml;

— imbuto separatore da 1 litro.

2. **Reattivi:**

— soluzione acquosa di idrossido di sodio al 12 % ;

— soluzione etilalcolica all'1 % di fenolftaleina;

— esano puro per analisi;

— alcool isopropilico puro per analisi.

3. **Modo di operare:**

a) oli con acidità, espressa in acido oleico, inferiore al 30 %.

In un bicchiere da 300 ml a forma alta si pongono 50 g di olio greggio e si riscalda a 65 ° su bagnomaria. Sotto lenta agitazione si aggiunge una quantità di soluzione di idrossido di sodio al 12 % corrispondente all'acidità libera dell'olio, con un eccesso del 5 %. Si prosegue l'agitazione per 5 minuti, mantenendo la temperatura a 65 °.

Si trasferisce il tutto in provette da centrifuga aventi capacità di 100 ml e si separano le paste saponose per centrifugazione. Si versa l'olio decantato in un bicchiere da 250 ml e si lava con 50-60 ml di acqua distillata bollente eliminando per sifonamento lo strato acquoso. Si ripetono i lavaggi sino alla completa rimozione delle tracce di saponi residui (scomparsa della colorazione rosea alla fenolftaleina).

Si centrifuga l'olio per eliminare le piccole quantità di acqua residua.

b) oli con acidità, espressa in acido oleico, superiore al 30 %.

In un imbuto separatore da 1 litro si pongono 50 g di olio greggio, 200 ml di esano, 100 ml di alcool isopropilico e una quantità della soluzione di idrossido di sodio al 12 %, corrispondente all'acidità libera dell'olio, con un eccesso dello 0,3 %.

Si agita energicamente per 1 minuto. Si aggiungono 100 ml di acqua distillata, si agita nuovamente e si lascia a riposo. Dopo stratificazione, si allontana lo strato inferiore contenente i saponi. In molti casi fra i due strati (oleoso superiore, acquoso inferiore), si forma uno strato intermedio, costituito da mucillagini e di sostanze insolubili che devono parimenti essere allontanate.

Si procede quindi al lavaggio della soluzione esanica dell'olio neutro con porzioni di 50-60 ml di una soluzione di alcool isopropilico/acqua distillata 1:1 (v/v) fino a scomparsa della colorazione rosea alla fenolftaleina.

Si allontana quindi completamente l'esano per distillazione sotto vuoto (ad esempio in evaporatore rotavivo).

B. Decolorazione dell'olio neutralizzato:

1. **Apparecchiatura:**

— pallone da 250 ml a 3 colli, con attacchi a smeriglio per l'inserimento di:

a) un termometro con divisioni ogni 1 °, permettente misure fino a 90 °

b) agitatore meccanico con velocità di rotazione di 250-300 giri/minuto equipaggiato per funzionare sotto vuoto;

c) un raccordo per la pompa a vuoto.

— Pompa a vuoto, in grado di dare pressioni residue di 15-30 millibar e relativo manometro.

2. **Modo di operare:**

Nel pallone a 3 colli si pesano circa 100 g dell'olio neutralizzato. Si inseriscono il termometro e l'agitatore; si opera il collegamento con la pompa per vuoto e si riscalda fino

a 90 ° agitando, si mantiene tale temperatura, sempre agitando, sino a quando l'olio in esame non risulti completamente deacquificato (30' circa).

Si interrompe quindi il vuoto e si aggiungono 2-3 g di terra attivata.

Si stabilisce il collegamento con il vuoto fino a raggiungere una pressione residua di 15-30 millibare, sempre mantenendo la temperatura a 90 °, si agita per 30' intorno ai 250 giri/minuto.

Si filtra poi a caldo in stufa termostatica (50-60 °).

ALLEGATO II

Prodotti appartenenti alla voce 15.17 A

Sono esclusi dalla voce 15.17 A:

a) i residui provenienti dalla lavorazione delle sostanze grasse contenenti dell'olio per il quale l'indice di iodio determinato secondo il metodo di Wijs senza catalizzatore, è inferiore a 70 o superiore a 100,

b) i residui provenienti dalla lavorazione delle sostanze grasse contenenti dell'olio per il quale l'indice di iodio è compreso tra 70 e 100, ma la cui superficie del picco corrispondente al volume di ritenzione del betasitosterolo, determinata conformemente alle disposizioni della nota seguente, rappresenta meno del 93 % della superficie totale dei picchi degli steroli.

ANALISI DELLA FRAZIONE STEROLICA DELLE SOSTANZE GRASSE

Analisi per gascromatografia della frazione sterolica separata per cromatografia su strato sottile a partire dall'insaponificabile essiccato con precauzione per brevissimo tempo su bagnomaria.

Apparecchiatura:

1. apparecchiatura per la cromatografia su strato sottile, comprendente in particolare quattro placche di vetro 20 × 20 × 0,4 cm e due placche da 20 × 5 × 0,4 cm e una microsiringa da 0,1 ml;
2. bevuta da 50 ml;
3. filtri porosi, porosità 3, diametro 15 mm;
4. pallone da 100 ml;
5. provetta da centrifuga, a fondo conico, da 10 ml, munita di tappo smerigliato;
6. pipette graduate da 1 ml;
7. gascromatografi con rivelatore a ionizzazione di fiamma e iniettore d'argento o di vetro, oppure munito di un sistema di iniezione diretta nella colonna e raccordato ad un registratore;
8. colonna da gascromatografia di vetro o di acciaio inossidabile a forma di « U » o di spirale, della lunghezza di 1-4 m e del diametro interno di 3-4 mm — fase stazionaria di gomma di silicone (tipo metile) stabile sino ad almeno 300° che impregni al tasso del 2—4 % una terra di diatomee calcinata, lavata con acidi e silanizzata, di granulometria 80/100 o 100/120 mesh;
9. Microsiringa in grado di fornire dosi da 5 o da 10 μl.

Nota: Poiché taluni tipi di acciaio inossidabile potrebbero condurre a risultati erronei a causa della deteriorazione degli steroli, si raccomanda di utilizzare il vetro.

Reattivi:

1. cloroformio per cromatografia;
2. benzolo per cromatografia;
3. gel di silice (per esempio « Kieselgel G »);
4. soluzione di riferimento per cromatografia su placche, costituita da colesterolo al 5 % in cloroformio;
5. acetone per cromatografia;
6. soluzione allo 0,1 % in alcool etilico assoluto del sale sodico della 2' 7' — diclorofluoresceina;
7. soluzione per la prova di sensibilità: 1 mg di colesterolo in 1 ml di n-pentano;
8. soluzione per la prova di risoluzione dei picchi: 0,9 mg di fitosteroli di olio di colza e 0,1 mg di colesterolo in 1 ml di n-pentano. Gli steroli debbono essere di recente preparazione, secondo la procedura descritta al punto A del « modo di operare »;
9. soluzione per la prova di riferimento: 1 mg di fitosteroli di olio di girasole in 1 ml di n-pentano, di recente preparazione come descritto al punto A del « modo di operare ».

Preparazione delle placche per cromatografia:

Collocare sullo stratificatore nell'ordine una placca 20 × 5 × 0,4 cm, quattro placche 20 × 20 × 0,4 cm e una placca 20 × 5 × 0,4 cm.

In un pallone da 500 ml a collo largo, mettere 40 g di gel di silice e circa 80 ml di acqua. Agitare con bacchetta di vetro ed eventualmente con agitatore meccanico di vetro fino ad ottenere una sospensione omogenea.

Eliminati i gas eventualmente presenti facendo il vuoto con una pompa ad acqua per almeno 1 minuto. Si porta poi la sospensione sullo stratificatore regolando lo spessore a 0,5 mm e si ricoprono uniformemente le placche. Si lasciano asciugare le placche all'aria per circa 15 minuti e quindi si essiccano in stufa a 105° per 2 ore. Le placche così preparate si conservano in essiccatore sotto vuoto.

MODO DI OPERARE

A. Separazione della frazione sterolica per cromatografia su strato sottile

Nella camera di sviluppo si introduce la miscela benzolo/acetone 95:5 (v/v) fino all'altezza di circa 1 cm; si chiude con il coperchio e si lascia a sé per almeno 3 ore, in modo che si stabilisca l'equilibrio liquido-vapore. È anche consigliabile fissare sulle superfici interne della camera delle striscie di carta da filtro che peschino nell'eluente.

Questa precauzione offre il vantaggio di ridurre di circa 1/3 la durata di migrazione del fronte del liquido e di fare eluire i componenti in modo più uniforme.

Si prepara nel frattempo una soluzione al 5 % di insaponificabile estratto all'etere di petrolio nel cloroformio. Si preleva circa 0,3 ml della soluzione così ottenuta e la sia deposita con l'aiuto della microsiringa di 0,1 ml sulla placca cromatografica a circa 1,5 cm dal bordo inferiore, in banda continua ed uniforme in modo da ottenere una linea di partenza la più sottile possibile.

Con la tecnica consueta si deposita ad una estremità della lastra qualche *µl* della soluzione di riferimento contenente colesterolo, allo scopo di identificare l'Rf della frazione sterolica.

Si pone la placca nella camera di sviluppo, preparata come sopra detto. La temperatura dell'ambiente deve essere intorno ai 20°.

Si chiude con il coperchio e si eluisce fino a che il fronte del solvente sia arrivato ad 1 cm circa dal bordo superiore della placca.

Si rimuove la placca della camera di sviluppo e si lascia evaporare il solvente in corrente di aria calda.

La placca viene spruzzata uniformemente e con cautela mediante la soluzione alcoolica del sale sodico della 2', 7' — diclorofluoresceina. Esaminando la placca all'ultravioletto, si individua la posizione degli steroli, in base all'allineamento con la macchia di colesterolo, proveniente dalla soluzione di riferimento.

Con una spatola metallica si recupera la banda degli steroli.

Si riprende il gel di silice separato in bevuta da 50 ml con 15 ml di cloroformio caldo, si agita e si trasferisce quantitativamente tutto il gel di silice sul setto poroso e si filtra. Si lava tre volte il setto con porzioni di 15 ml di cloroformio caldo, raccogliendo il filtrato in un pallone da 100 ml.

Si evapora la soluzione cloroformica fino a 4—5 ml e si trasferisce in provetta da centrifuga precedentemente tarata a fondo conico della capacità di 10 ml circa munita di tappo smerigliato. Si porta a secco evaporando il solvente per blando riscaldamento in corrente di azoto e si pesa la frazione sterolica così ottenuta, e la si riprende in 2 ml di cloroformio.

B. Analisi gascromatografica degli steroli

1. *Condizioni dell'analisi per gascromatografia*

Temperatura della colonna: 220—250°.

Temperatura del sistema di iniezione, se riscaldato separatamente: 20—40° al di sopra della temperatura della colonna. Emissione di azoto: 30—60 ml/min.

Disgiungere il rivelatore ed equilibrare le nuove colonne in queste condizioni durante 16—24 ore. Collegare il rivelatore, accendere la fiamma e regolare la portata di idrogeno, di ossigeno o di aria in modo da ottenere un'altezza della fiamma e una sensibilità idonee. Far funzionare il rivelatore, far svolgere la carta ad una velocità appropriata e azzerare l'attenuatore. Quando la linea di base è stabile, l'apparecchio è pronto per l'uso.

2. *Prova di sensibilità*

Iniettare 3—5 μl della soluzione per la prova di sensibilità (7). Sul cromatogramma deve apparire un solo picco di colesterolo. Regolare l'attenuatore in modo da poter impiegare quasi tutta la scala del registratore.

3. *Prova di risoluzione dei picchi*

Iniettare 3—5 μl della soluzione per la prova di risoluzione (8). I picchi di colesterolo, brassicasterolo, campesterolo e β-sitosterolo debbono apparire sul cromatogramma. Misurare le distanze di ritenzione (distanza dal punto d'iniezione al punto dell'altezza massima del picco) dei picchi, d_{CH} per il colesterolo, d_B per il brassicasterolo, d_C per il campesterolo e d_S per il β-sitosterolo e la larghezza alla base dei picchi (lunghezza di ritenzione tra le intersecazioni con la linea di base delle tangenti ai punti di inflessione situate sui lati anteriore e posteriore del picco) w_{CH} per il colesterolo e w_B per il brassicasterolo. La risoluzione dei picchi, espressa con la formula

$$PR = 2 (d_B - d_{CH}) / (w_B + w_{CH})$$

deve essere almeno uguale a 1.

Calcolare i tempi di ritenzione relativi (colesterolo = 1,00) per il brassicasterolo, il campesterolo e il β-sitosterolo.

4. **Prova di riferimento**

Iniettare 3-5 μl della soluzione per la prova di riferimento (9). I picchi del campesterolo, dello stigmasterolo del β-sitosterolo e del Δ7 stigmastenolo debbono apparire sul cromatogramma. Si misurino le distanze di ritenzione dei picchi, d_C per il campesterolo, d_{ST} per lo stigmasterolo, d_S per il β-sitosterolo e d_{ST} -7 per Δ7 stigmastenolo.

Si calcolino i tempi di ritenzione relativa, che sono approssimativamente:

Colesterolo	1,00 (circa 15 minuti)
Brassicasterolo	1,13—1,15
Campesterolo	1,32—1,34
Stigmasterolo	1,44—1,46
β-sitosterolo	1,66—1,68
Δ7 stigmastenolo	1,88—1,92

5. **Analisi**

Iniettare 3-5 μl della soluzione da analizzare e registrare il cromatogramma.

C. **Espressione dei risultati**

Ai fini dell'interpretazione della composizione della frazione sterolica analizzata, non sono da rilevare picchi aventi tempi di ritenzione diversi da quelli determinati sperimentalmente per i 6 steroli sopra elencati.

Il tenore in % di β-sitosterolo è dato dalla formula:

$$\frac{\text{Area del picco del β-sitosterolo}}{\text{Somma delle aree dei sei picchi degli steroli}} \times 100$$

ALLEGATO III

NOTE COMPLEMENTARI

1. Per l'applicazione della voce n. 15.07:

A. gli oli vegetali fissi, fluidi o concreti, ottenuti per pressione sono da considerare « greggi » quando abbiano subito soltanto i trattamenti seguenti:

— decantazione entro i termini normali;

— centrifugazione, o filtrazione, purché, per separare l'olio dai suoi costituenti solidi, si sia ricorso unicamente alla « forza meccanica », quale la gravità, la pressione o la forza centrifuga, escluso qualsiasi processo di filtrazione per assorbimento e qualsiasi altro processo fisico o chimico.

B. gli oli vegetali fissi, fluidi o concreti, ottenuti per estrazione sono da considerare « greggi » quando non si distinguono dagli oli e dai grassi vegetali ottenuti per pressione né per il colore, l'odore o il gusto, né per proprietà speciali analitiche riconosciute.

C. sono da considerare ugualmente « oli greggi », l'olio di soia depurato delle mucillagini e l'olio di cotone depurato del gossipolo;

2. A. è considerato olio d'oliva ai sensi della sottovoce 15.07 A, solo l'olio proveniente esclusivamente dal trattamento delle olive, escluso l'olio d'oliva riesterificato e qualsiasi miscela di olio d'oliva con oli di altra natura.

B. Appartiene alla sottovoce 15.07 A I a) l'olio d'oliva che presenta le seguenti caratteristiche:

a) un tenore di acidi grassi liberi, espresso in acido oleico, del 3 % al massimo;

b) un coefficiente d'estinzione K_{270} (coefficiente di assorbimento attraverso uno spessore di 1 cm di una soluzione costituita da 1 g di olio in 100 ml di isoottano (2,2,4-trimetilpentano), alla lunghezza d'onda di 270 nm), superiore a 0,25 e non superiore a 1,10 e, previo trattamento del campione di olio su allumina attivata, superiore a 0,11°,

c) una vaziazione del coefficiente di estinzione, intorno a 270 nm, superiore a 0,01 e non superiore a 0,16.

Tale variazione è definita dall'espressione:

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

ove:

K_m indica il coefficiente di estinzione alla lunghezza d'onda del massimo della curva di assorbimento intorno a 270 nm.

K_{m-4} e K_{m+4} indicano i coefficienti di estinzione alla lunghezza d'onda rispettivamente inferiori e superiori di 4 nm a quelle di K_m.

d) assenza di reazione positiva dell'olio di sansa.

C. Appartiene alla sottovoce 15.07 A I b) l'olio di oliva che presenta:

a) o le caratteristiche di cui al punto 2 B dalla lettera a) alla lettera c) e una reazione positiva dell'olio di sansa,

b) oppure le caratteristiche di cui al punto 2 B lettera a) e un coefficiente di estinzione K_{270} superiore a 1,10 e non superiore a 2,00, e una variazione del coefficiente di estinzione, intorno a 270 nm, non superiore a 0,20.

D. È considerato olio d'oliva vergine l'olio d'oliva naturale ottenuto soltanto mediante processi meccanici, compresa la pressione, esclusa qualsiasi miscela con olio d'oliva ottenuto con altro processo.

3. Sono esclusi dalla voce 15.17 A:

   a) i residui provenienti dalla lavorazione delle sostanze grasse contenenti dell'olio per il quale l'indice di iodio, determinato secondo il metodo di Wijs senza catalizzatore, è inferiore a 70 o superiore a 100 ;

   b) i residui provenienti dalla lavorazione delle sostanze grasse contenenti dell'olio per il quale l'indice di iodio è compreso tra 70 e 100, ma la cui superficie del picco corrispondente al volume di ritenzione del beta-sitosterolo determinata conformemente alle disposizioni dell'allegato II del regolamento di cui alla seguente nota complementare 4 rappresenta meno del 93 % della superficie totale dei picchi degli steroli.

4. I metodi di analisi per la determinazione delle caratteristiche dei prodotti di cui sopra sono quelli previsti rispettivamente negli allegati I e II del regolamento (CEE) n. 618/72.