

31995R0656

29.3.1995.

SLUŽBENI LIST EUROPSKIH ZAJEDNICA

L 69/1

UREDBA KOMISIJE (EZ) br. 656/95**od 28. ožujka 1995.****o izmjeni Uredbe (EEZ) br. 2568/91 o karakteristikama maslinovog ulja i ulja komine maslina te o odgovarajućim metodama analize i Uredbe Vijeća (EEZ) br. 2658/87 o tarifnoj i statističkoj nomenklaturi i o Zajedničkoj carinskoj tarifi**

KOMISIJA EUROPSKIH ZAJEDNICA,

uzimajući u obzir Ugovor o osnivanju Europske zajednice,

uzimajući u obzir Uredbu Vijeća br. 136/66/EEZ od 22. rujna 1966. o zajedničkom uređenju tržišta ulja i masti ⁽¹⁾, kako je zadnje izmijenjena Uredbom (EZ) br. 3179/93 ⁽²⁾, a posebno njezin članak 35.a,uzimajući u obzir Uredbu Vijeća (EEZ) br. 2658/87 od 23. srpnja 1987. o tarifnoj i statističkoj nomenklaturi i o Zajedničkoj carinskoj tarifi ⁽³⁾, kako je zadnje izmijenjena Uredbom Komisije (EZ) br. 3330/94 ⁽⁴⁾, a posebno njezin članak 9.,budući da su Uredbom Komisije (EEZ) br. 2568/91 ⁽⁵⁾, kako je zadnje izmijenjena Uredbom (EZ) br. 2632/94 ⁽⁶⁾, određene karakteristike maslinovog ulja i ulja komine maslina te odgovarajuće metode analize, budući da se Uredbom (EEZ) br. 2568/91 također izmjenjuju dodatne napomene 2., 3. i 4. uz poglavlje 15. kombinirane nomenklature sadržane u Prilogu I. Uredbi (EEZ) br. 2658/87;

budući da, zbog razvoja istraživanja, treba izmijeniti karakteristike maslinovog ulja, kako su određene u Uredbi (EEZ) br. 2568/91, kako bi se bolje osigurala čistoća proizvoda na tržištu te treba odrediti odgovarajuće metode analize;

budući da iskustvo ukazuje da su potrebne određene prilagodbe metode za utvrđivanje sadržaja trilinoleina; budući da se, povrh

toga, kako bi se nastavio postupak usklađivanja s međunarodnim standardima koje je utvrdilo Međunarodno vijeće za maslinovo ulje, trebaju prilagoditi određena ograničenja u vezi s karakteristikama maslinovoga ulja i ulja komine maslina;

budući da gore navedene promjene karakteristika maslinovog ulja zahtijevaju izmjenu dodatnih napomena 2., 3. i 4. uz poglavlje 15. kombinirane nomenklature;

budući da, kako bi se omogućilo razdoblje prilagodbe novim standardima i uvođenje sredstava koja su potrebna za njihovu primjenu te kako bi se izbjegao poremećaj trgovine, stupanje na snagu ove Uredbe treba odgoditi za približno dva mjeseca te treba osigurati ograničeno vrijeme za prodaju ulja koje je pakirano prije stupanja na snagu te Uredbe;

budući da, stoga, treba izmijeniti Uredbe (EEZ) br. 2658/87 i (EEZ) br. 2568/91, čijim su Prilogom XIV. izmijenjene navedene dodatne napomene;

budući da su mjere predviđene u ovoj Uredbi u skladu s mišljenjem Upravnog odbora za ulja i masti,

DONIJELA JE OVU UREDBU:

Članak 1.

Uredba (EEZ) br. 2568/91 mijenja se kako slijedi:

1. U članku 2. dodaje se sljedeća alineja:

„— za određivanje stigmastadiena, metoda postavljena u Prilogu XVII.”;

2. Prilozi se izmjenjuju u skladu s Prilogom I. ovoj Uredbi.

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

Članak 2.

Dodatne napomene 2., 3. i 4. uz poglavlje 15. kombinirane nomenklature sadržane u Prilogu I. Uredbi (EEZ) br. 2658/87 zamjenjuju se tekstem određenim u Prilogu II. ovoj Uredbi.

Članak 3.

Ova Uredba stupa na snagu šezdesetog dana od dana objave u *Službenom listu Europskih zajednica*.

Ne primjenjuje se na maslinovo ulje i ulje komine maslina koji su pakirani prije dana stupanja na snagu ove Uredbe i koji su stavljeni na tržište do kraja desetog mjeseca nakon navedenog stupanja na snagu.

Ova je Uredba u cijelosti obvezujuća i izravno se primjenjuje u svim državama članicama.

Sastavljeno u Bruxellesu 28. ožujka 1995.

Za Komisiju
Franz FISCHLER
Član Komisije

PRILOG I.

1. U sažetak Priloga Uredbi (EEZ) br. 2568/91 dodaje se sljedeći naslov:

„Prilog XVII.: Određivanje stigmastadiena u biljnim uljima 84”.

2. Prilog I. zamjenjuje se sljedećim tablicama i tekstom:

„PRILOG I.

KARAKTERISTIKE MASLINOVOG ULJA

Vrsta	Kiselost % meq	Peroksidni broj meq O ₂ /kg	Halogeni- rana otapala mg/kg ⁽¹⁾	Voskovi mg/kg	Zasićene masne kiseline u položaju 2 na trigliceridu %	Stigmasta- dieni ⁽²⁾ mg/kg	Eritrodiolu- vaol %	Trilinolein %	Kolesterol %	Brasika- sterol %	Kampe- sterol %	Stigmaterol %	Betasitoste- rol ⁽³⁾ % ²	Delta-7- stigma- stenol %	Ukupni steroli mg/kg
1. Ekstradjevičansko maslinovo ulje	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 1 000
2. Djevičansko maslinovo ulje	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 1 000
3. Obično maslinovo ulje	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 1 000
4. Djevičansko maslinovo ulje 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. Rafinirano maslinovo ulje	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 1 000
6. Maslinovo ulje	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 1 000
7. Sirovo ulje komine maslina	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. Rafinirano ulje komine maslina	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 1 800
9. Ulje komine maslina	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 1 600

M = maximum, m = minimum

⁽¹⁾ Ukupna gornja granica za spojeve otkrivene detektorom zahvata elektrona. Gornja granica za pojedinačno otkrivene sastojke iznosi 0,10 mg/kg.

⁽²⁾ Zbroj izomera koji se (ne) može odvojiti kapilarnom kolonom.

⁽³⁾ Delta-5,23-stigmastadienol + klerosterol + sitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5,24-stigmastadienol.

Napomena:

Ako je ijedna karakteristika nekog ulja izvan određenih granica, to se ulje ne smije prihvatiti.

Vrsta	Sastav kiselina						Zbroj transoleinskih izomera	Zbroj transolinoleinskih i translinoleinskih izomera %	K ₂₃₂	K ₂₇₀	K ₂₇₀ s aluminijevim oksidom	Delta-K	Sezonska ocjena
	Miristinska %	Linolenska %	Arahidonska %	Eikosenska %	Behenska %	Lignocerinska %							
1. Ekstradjevičansko maslinovo ulje	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. Djevičansko maslinovo ulje	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. Obično maslinovo ulje	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. Djevičansko maslinovo ulje 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. Rafinirano maslinovo ulje	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. Maslinovo ulje	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. Sirovo ulje komine maslina	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. Rafinirano ulje komine maslina	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. Ulje komine maslina	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 = maksimum, m = minimum

Bilješka:

Ako je ijedna karakteristika nekog ulja izvan određenih granica, to se ulje ne smije prihvatiti.

Za potrebe utvrđivanja čistoće, u slučaju kad K₂₇₀ prelazi granicu za kategoriju koja je u pitanju, treba ga ponovno odrediti nakon prelaska preko aluminijevog oksida.”

3. Napomena 5. uz Prilog VIII. zamjenjuje se sljedećim:

„Napomena 5.:

Kako bi se jasno odvojio pik trilinoleina od susjednih pikova ili od bilo kakvih tvari koje bi na njega mogle utjecati, djevičansko maslinovo ulje lampante i sirovo ulje komine maslina trebaju se prethodno pročistiti prema sljedećoj metodi:

Nanijeti 200 μ l nerazrijeđenoga ulja na stupac sa silika-gelom za tekuće-krutu ekstrakciju (type SEP PAC silica cartridge-waters part. No. 51900).

Eluirati trigliceride s 20 ml bezvodnoga heksana HPLC čistoće ne dulje od 20 sekundi.

Osušiti eluat u toku dušika i zatim rastopiti u izopropanolu ili acetonu (5 ml). Ubrizgati 10 do 20 μ l u HPLC. Treba provjeriti sastav masnih kiselina u ulju kako bi se osiguralo da je jednak prije i poslije pročišćenja, u granicama točnosti korištene metode analize.”;

4. Dodaje se sljedeći prilog XVII.:

„PRILOG XVII.:

METODA ZA ODREĐIVANJE STIGMASTADIENA U BILJNIM ULJIMA

1. CILJ

Određivanje stigmastadiena u biljnim uljima koja sadrže niske koncentracije tih ugljikovodika, posebno u djevičanskom maslinovom ulju i sirovom ulju komine maslina.

2. OPSEG

Taj se standard može primijeniti na sva biljna ulja, iako su mjerenja pouzdana samo u slučaju kada sadržaj tih ugljikovodika iznosi od 0,01 do 4,0 mg/kg. Ta je metoda posebno primjerena za otkrivanje prisutnosti rafiniranih biljnih ulja (maslinovog, ulja komine maslina, suncokretovog, palminog itd.) u djevičanskom maslinovom ulju budući da rafinirana ulja sadrže stigmastadiene, za razliku od djevičanskih ulja.

3. PRINCIP

Izdvajanje neosapunjive tvari. Odvajanje frakcije steroidnih ugljikovodika kromatografijom na koloni sa silika-gelom i analiza kapilarnom plinskom kromatografijom.

4. OPREMA

4.1. Tikvica volumena 250 ml za uporabu s povratnim hladilom.

4.2. Lijevci za odjeljivanje volumena 500 ml.

4.3. Tikvica okruglog dna volumena 100 ml.

4.4. Rotirajući isparivač

4.5. Staklena kromatografska kolona (unutarnjega promjera 1,5 do 2,0 cm i dužine 50 cm) s teflonskim ventilom i zatvaračem od staklene vune ili pločicom od sinter-stakla na dnu. Za pripremu kolone sa silika-gelom u kromatografsku kolonu treba uliti heksan do razine od 5 cm od dna te napuniti emulzijom silika-gela u heksanu (15 g u 40 ml) uz pomoć dodatka heksana. Pričekati da se staloži te primjenom laganih vibracija dovršiti taloženje. Dodati bezvodni natrijev sulfat do razine od približno 0,5 cm i konačno eluirati višak heksana.

4.6. Plinski kromatograf s plameno-ionizacijskim detektorom, injektor s dijeljenjem uzorka ili injektorom koji omogućava izravno ubrizgavanje na početak (hladne) kolone (*cold on-column*) i peći s mogućnošću podešavanja temperature na ± 1 °C.

4.7. Kvarcna kapilarna kolona za plinsku kromatografiju (unutarnjega promjera 0,25 ili 0,35 mm i dužine 25 m) obložena s 5 %-tnom fenilmetilsilikonskom fazom debljine sloja od 0,25 mm.

Napomena 1.:

Mogu se upotrijebiti i druge kolone slične ili niže polarnosti.

- 4.8. Snimač-integrator s mogućnošću uporabe integracijskoga načina dolina-dolina (*valley-valley*).
- 4.9. Mirkoštrcaljka od 5 do 10 ml za plinsku kromatografiju s neodvojivom iglom.
- 4.10. Električni pokrivač ili grijača ploča.

5. REAGENSI

Svi reagensi trebaju biti analitičke kvalitete, osim ako je drukčije određeno. Voda koja se koristi treba biti destilirana ili barem jednake čistoće.

- 5.1. Heksan ili smjesa alkana intervala vrelišta od 65 do 70 °C, destilirani s kolonom za ispravljanje.

Napomena 2.:

Otapalo se mora destilirati kako bi se odstranile nečistoće.

- 5.2. 96 %-tni v/v etanol.
- 5.3. Bezvodni natrijev sulfat
- 5.4. 10 %-tna alkoholna otopina kalijevoga hidroksida. Dodati 10 ml vode u 50 g kalijevoga hidroksida, promiješati, a zatim tu smjesu otopiti u etanolu tako da ukupni volumen bude 500 ml.

Napomena 3.:

Alkoholna otopina kalijevog hidroksida stajanjem posmeđi. Treba se svakodnevno pripremati iznova te je treba čuvati u dobro zatvorenim bocama od tamnoga stakla.

- 5.5. Silika-gel 60 za kromatografiju na koloni, 70 do 230 mesh, (Merck, referenca 7734 ili slično).

Napomena 4.:

Silika-gel se obično može izravno upotrebljavati bez ikakve obrade. Međutim, određene serije silika-gela mogu imati nisku aktivnost te time uzrokovati slabije kromatografsko odvajanje. U tim okolnostima silika-gel treba obraditi na sljedeći način: aktivirati silika-gel zagrijavanjem na 550 °C najmanje četiri sata. Nakon zagrijavanja staviti silika-gel u eksikator dok se hladi, a zatim ga premjestiti u začepljenu tikvicu. Dodati 2 % vode i protresti smjesu sve dok u njoj više nema vidljivih grudica i ona postane sipka.

U slučaju da serije silika-gela uzrokuju kromatograme s pikovima koji se preklapaju, silika-gel treba obraditi na gore navedeni način. Alternativa bi mogla biti uporaba ekstra čistog silika-gela 60 (Merck, referenca 7754).

- 5.6. Ishodišna otopina (200 ppm) kolesta-3,5-diena (Sigma, 99 %-tne čistoće) u heksanu (10 mg u 50 ml).
- 5.7. Standardna otopina kolesta-3,5-diena u heksanu koncentracije 20 ppm, dobivena razrjeđivanjem gore navedene otopine.

Napomena 5.:

Otopine pod 5.6 i 5.7. stabilne su najmanje četiri mjeseca ako se čuvaju na temperaturi nižoj od 4 °C.

- 5.8. Otopina n-nonakozana u heksanu približne koncentracije 100 ppm.
- 5.9. Plin nosač za kromatografiju: helij ili vodik 99,9990 %-tne čistoće.
- 5.10. Pomoćni plinovi za plameno-ionizacijski detektor: vodik 99,9990 %-tne čistoće i pročišćeni zrak.

6. POSTUPAK

6.1. Priprema neosapunjive tvari

- 6.1.1. Izvagati $20 \pm 0,1$ g ulja u tikvicu od 250 ml (4.1.), dodati 1 ml standardne otopine kolesta-3,5-diena (20 µg) i 75 ml alkoholne otopine kalijevog hidroksida koncentracije 10 %, postaviti na povratno hladilo i zagrijati na lagano vrenje 30 minuta. Odvojiti tikvicu s uzorkom od izvora topline i pustiti otopinu da se lagano ohladi (ne smije se potpuno ohladiti jer će se uzorak staložiti). Dodati 100 ml vode i otopinu uz pomoć 100 ml heksana preliti u lijevak za odjeljivanje (4.2.). Smjesu snažno tresti 30 sekundi i ostaviti da se odvoji.

Napomena 6.:

Ako se pojavi emulzija koja brzo ne nestane, dodati malu količinu etanola.

- 6.1.2. Premjestiti donju vodenu fazu u drugi lijevak za odjeljivanje i opet je ekstrahirati s 100 ml heksana. Vodenu fazu još jednom odliti i tri puta isprati heksanske ekstrakte (pomiješane u još jednom lijevku za odjeljivanje), svaki put sa 100 ml smjese vode i etanola (1:1), dok se ne postigne neutralni pH faktor.
- 6.1.3. Heksansku otopinu prelići preko bezvodnog natrijevog sulfata (50 g), isprati s 20 ml heksana i heksan ispariti u rotirajućem isparivaču na 30 °C pod sniženim tlakom dok se ne osuši.

6.2. Odvajanje frakcije steroidnih ugljikovodika

- 6.2.1. Taj talog prenijeti na kolonu za frakcije dodavanjem dva puta po 1 ml heksana, pustiti da se razina otopine spusti na vrh natrijevog sulfata kako bi se dobio uzorak na koloni te započeti kromatografsku eluciju s heksanom protoka od približno 1 ml/min. Zanemariti prvih 25 do 30 ml eluata i zatim skupiti sljedećih 40 ml frakcije. Nakon prikupljanja frakciju premjestiti u tikvicu okruglog dna volumena 100 ml (4.3.).

Napomena 7.:

Prva frakcija sadrži zasićene ugljikovodike (slika 1 a), a druga frakcija steroidne ugljikovodike. Daljnjom se elucijom dobivaju skvalen i skvalenu srodni spojevi. Kako bi se postiglo dobro odvajanje zasićenih od steroidnih ugljikovodika potrebna je optimizacija frakcijskih volumena. Radi toga, volumen prve frakcije treba biti tako podešen da pri analizi druge frakcije pikovi koji predstavljaju zasićene ugljikovodike budu niski (pogledati sliku 1 c); ako se ne pojave, ali intenzitet standardnog pika bude nizak, volumen treba smanjiti. Uostalom, potpuno odvajanje sastojaka prve i druge frakcije nije potrebno; budući da se pikovi u analizi plinskom kromatografijom ne preklapaju ako se uvjeti plinske kromatografije prilagode kako je navedeno pod 6.3.1. Optimiranje volumena druge frakcije općenito nije potrebno budući da postoji dobro odvajanje kod daljnjih sastojaka. Ipak, prisutnost velikog pika s otprilike 1,5 minuta kraćim retencijskim vremenom od standardnog nastaje zbog skvalena i ukazuje na loše odvajanje.

- 6.2.2. Ispariti drugu frakciju u rotirajućem isparivaču na 30 °C pod sniženim tlakom dok se ne osuši te nastali talog odmah rastopiti u 0,2 ml heksana. Otopinu do analize čuvati u hladnjaku.

Napomena 8.:

Taloz pod 6.1.3. i 6.2.2. ne smiju se čuvati u suhom stanju niti na sobnoj temperaturi. Čim se dobiju treba im dodati otapalo, a ta se otopina treba čuvati u hladnjaku.

6.3. Plinska kromatografija

- 6.3.1. Radni uvjeti za injektiranje s razdvajanjem:

- temperatura injektora: 300 °C,
- temperatura detektora: 320 °C,
- snimač-integrator: parametri integracije trebaju biti namješteni tako da omogućuju točnu procjenu područja. Preporučuje se integracijski način dolina-dolina (*valley-valley*),
- osjetljivost: otprilike 16 puta veća od najmanje atenuacije,
- količina ubrizgane otopine: 1 µl,
- podešavanje temperature peći: početno šest minuta na 235 °C, a zatim temperatura raste za 2 °C/min do 285 °C,
- injektor s razdvojnikom protoka 1: 15,
- plin nosač: helij ili vodik pri tlaku od 120 kPa.

Ti se uvjeti mogu prilagoditi u skladu s karakteristikama kromatografa i kolone da bi se dobili kromatogrami koji udovoljavaju sljedećim zahtjevima: pik unutarnjeg standarda mora se pojaviti u roku od 5 minuta od vremena koje je navedeno pod 6.3.2.; pik unutarnjeg standarda treba dosežati barem 80 % punog raspona.

Sustav plinske kromatografije mora se provjeriti ubrizgavanjem smjese ishodišne otopine kolestadiena i (5.6.) i n-nonakozana (5.8.). Pik kolesta-3,5-diena treba se pojaviti prije pika n-nonakozana (slika 1 c); u slučaju da se to ne dogodi, mogu se poduzeti dvije mjere: sniziti temperaturu peći i/ili upotrijebiti kolonu niže polarnosti.

6.3.2. Identificiranje pikova

Pik unutarnjeg standarda pojavljuje se nakon približno 19 minuta, dok je relativno retencijsko vrijeme 3,5-stigmastadiena 1,29 (vidjeti sliku 1 b). 3,5-stigmastadien pojavljuje se s malim količinama svog izomera te obično zajedno eluiraju kao jedan kromatografski pik. Međutim, ako je kolona previše polarna ili ima visoku razlučivost, izomer se može pojaviti kao mali pik ispred i blizu pika 3,5-stigmastadiena (slika 2). Da bi se osigurala elucija stigmastadiena kao jednog pika, preporučuje se zamijeniti kolonu onom manje polarnom ili kolonom s većim unutarnjim promjerom.

Napomena 9.:

Stigmastadieni za referencu mogu se dobiti analizom rafiniranog biljnog ulja uz uporabu manje količine uzorka (1 do 2 g). Stigmastadieni tvore istaknut i lako uočljiv pik.

6.3.3. Kvantitativna analiza

Sadržaj se stigmastadiena određuje na temelju formule:

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

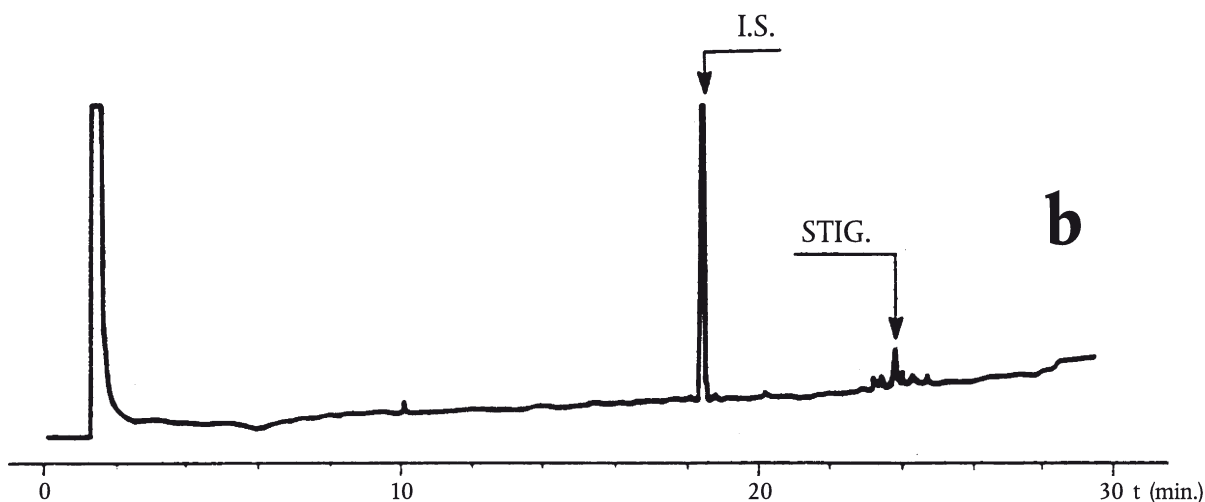
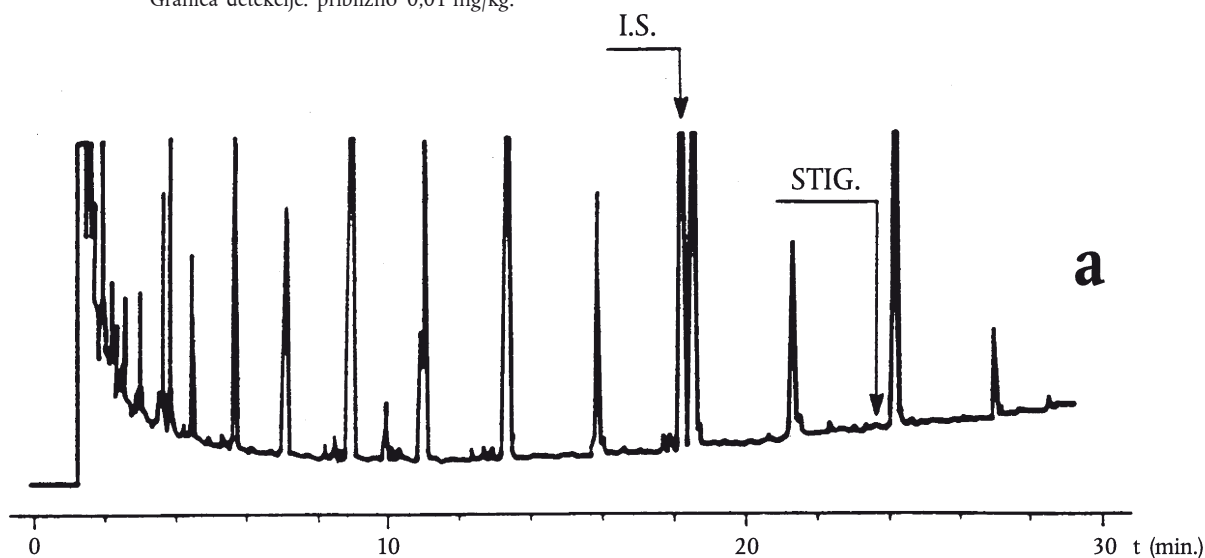
gdje je: A_s = područje stigmastadienskoga pika (ako se pik razdvoji na dva izomera, zbroj područja oba vrha),

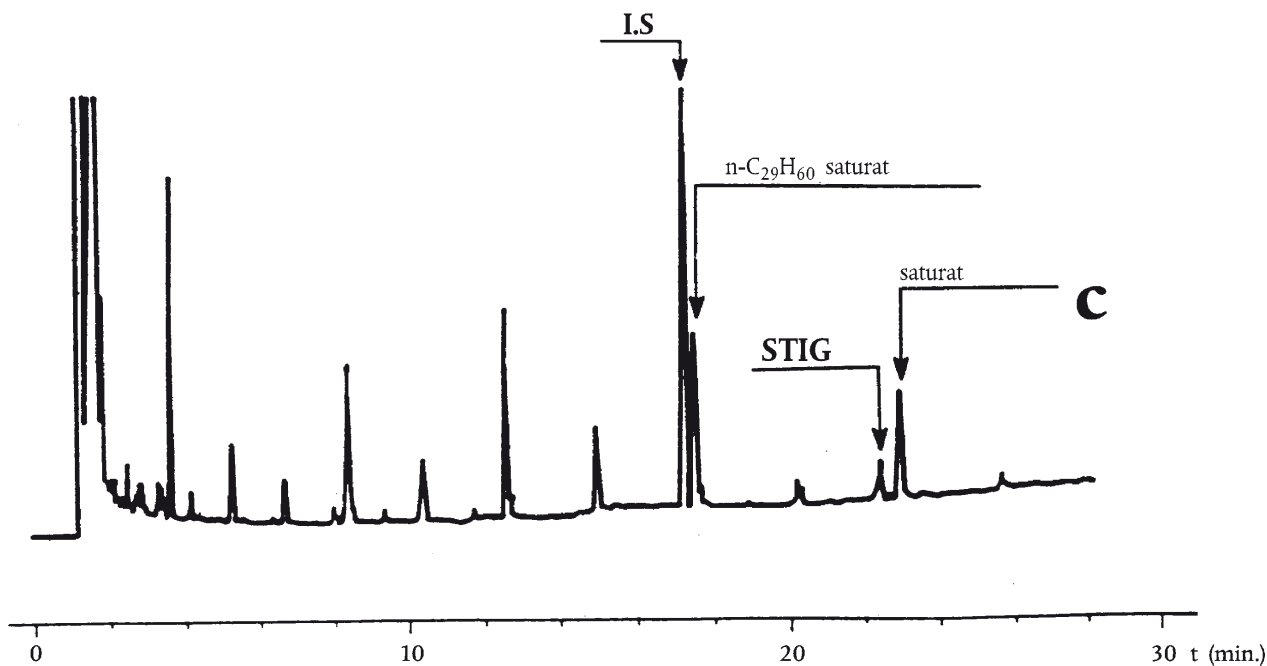
A_c = područje unutarnjeg standarda (kolestadien),

M_c = masa dodanog standarda u mikrogramima,

M_o = masa korištenog ulja u gramima.

Granica detekcije: približno 0,01 mg/kg."

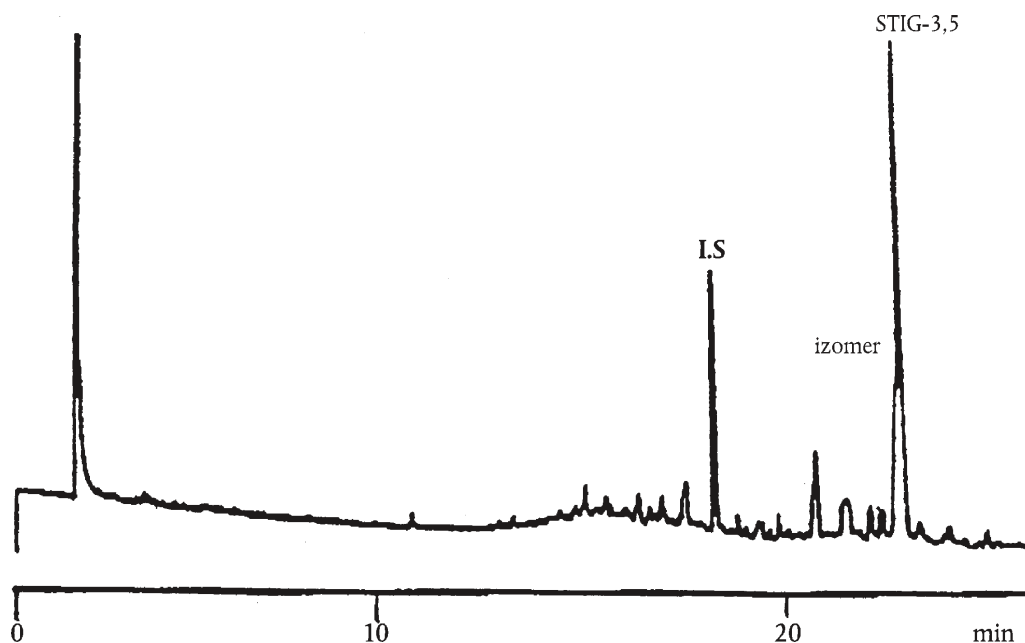




Slika 1

Plinski kromatogrami dobiveni analizom uzoraka maslinovog ulja na kvarcnoj kapilarnoj koloni (unutarnjeg promjera 0,25 mm i dužine 25 m) obloženoj s 5 %-tnom fenilmetilsilikonskom fazom debljine sloja od 0,25 mm.

- (a) Prva frakcija (30 ml) djevičanskog ulja s dodatkom standarda.
- (b) Druga frakcija (40 ml) maslinovog ulja koje sadrži 0,10 mg/kg stigmastadiena.
- (c) Druga frakcija (40 ml) koja sadrži mali postotak prve frakcije.



Slika 2

Plinski kromatogram dobiven analizom uzoraka rafiniranog maslinovog ulja na stupcu DB-5 i koji pokazuje izomer 3,5-stigmastadiena.

PRILOG II.

„2. A. Tarifni brojevi 1509 i 1510 obuhvaćaju samo ulja dobivena isključivo obradom maslina sljedećih analitičkih karakteristika kiselinskog i sterolnog sastava:

Tablica I.

Sastav masnih kiselina kao postotak ukupnih masnih kiselina

Masne kiseline	Postotni udjeli
Miristinska kiselina	M 0,05
Linolenska kiselina	M 0,9
Arahidska kiselina	M 0,6
Eikozenska kiselina	M 0,4
Behenska kiselina ⁽¹⁾	M 0,3
Lignocerinska kiselina	M 0,2

M = maksimum

⁽¹⁾ M 0,2 za ulja iz tarifnoga broja 1509.

Tablica II.

Sastav sterola kao postotak ukupnih sterola

Steroli	Postotni udjeli
Kolesterol	M 0,5
Brasikasterol ⁽¹⁾	M 0,1
Kampesterol	M 4,0
Stigmasterol ⁽²⁾	< Kampesterol
Betasitosterol ⁽³⁾	m 93,0
Delta-7-stigmasterol	M 0,5

m = minimum

M = maksimum

⁽¹⁾ M 0,2 do 30.10.1995.

⁽²⁾ Uvjet ne vrijedi za djevičansko maslinovo ulje lampante (tarifni podbroj 1509 10 10) te za ulje komine maslina (tarifni podbroj 1510 00 10).

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

Tarifni brojevi 1509 i 1510 ne obuhvaćaju kemijski modificirano maslinovo ulje (posebno reesterificirano maslinovo ulje) i mješavine maslinovog ulja s drugim uljima. Prisutnost reesterificiranoga maslinovog ulja ili drugih ulja utvrđuje se primjenom metoda određenih u Prilozima V., VI., X.A i X.B Uredbi (EEZ) br. 2568/91.

- B. Tarifni podbroj 1509 10 obuhvaća samo maslinova ulja definirana u odjeljcima I. i II. koja su dobivena isključivo mehaničkim postupkom ili kakvim drugim fizikalnim putem pod uvjetima, a posebno toplinskim uvjetima, koji ne dovode do kvarenja ulja te koja nisu bila podvrgnuta niti jednom drugom postupku osim pranja, dekantiranja, centrifugiranja ili filtriranja. Ulja dobivena iz maslina pomoću otapala obuhvaćena su tarifnim brojem 1510.
- I. Za potrebe tarifnog podbroja 1509 10 10, „djevičansko maslinovo ulje lampante”, bez obzira na njegovu kiselost, označava maslinovo ulje sa:
- sadržajem voska ne većim od 350 mg/kg;
 - sadržajem eritrodiole i uvaole ne većim od 4,5 %;
 - sadržajem zasićenih masnih kiselina u položaju 2. na trigliceridima ne većim od 1,3 %;
 - ukupnim iznosom transoleinskih izomera ne većim od 0,10 % i ukupnim iznosom translinoleinskih + translinolenskih izomera ne većim od 0,10 %;

(e) s jednim od sljedećih svojstava:

1. peroksidni broj ne niži od 20 meq O₂/kg;
2. sadržaj hlapivih halogeniranih otapala ne niži od 0,20 mg/kg ili ne niži od 0,10 mg/kg za bilo koje pojedino otapalo;
3. Ekstinkcijski koeficijent K₂₇₀ ne niži od 0,250 i, nakon tretiranja ulja aktivnim aluminijevim oksidom, ne viši od 0,11. Neka ulja u kojima je sadržaj slobodnih masnih kiselina, koje su iskazane kao oleinska kiselina, veći od 3,3 g na 100 g, mogu nakon prelaska preko aktiviranog aluminijevog oksida, u skladu s metodom određenom u Prilogu IX. Uredbi (EEZ) br. 2568/91, imati ekstinkcijski koeficijent K₂₇₀ viši od 0,10. U tome slučaju, nakon neutralizacije i dekolorizacije u laboratoriju, u skladu s metodom određenom u Prilogu XIII. gore navedenoj Uredbi, moraju imati sljedeća svojstva:
 - ekstinkcijski koeficijent K₂₇₀ ne viši od 1,20,
 - odstupanje ekstinkcijskog koeficijenta (delta K) u području 270 nm, više od 0,01, ali ne višu od 0,16, tj.:

ΔK	=	$K_m - 0,5 (K_{m-4} + K_{m+4})$,
K_m	=	ekstinkcijski koeficijent na valnoj duljini maksimuma apsorpcijske krivulje u području 270 nm, i
K_{m-4} i K_{m+4}	=	ekstinkcijski koeficijenti na valnim duljinama 4 nm nižima i višima od valne duljine K_m ;
4. organoleptičke karakteristike koje uključuju prepoznatljive nedostatke koji prelaze granice prihvatljivosti i ocjenu ocjenjivačke komisije nižu od 3,5 u skladu s Prilogom XII. Uredbi (EEZ) br. 2568/91;
5. sadržaj stigmastadiena ne veći od 0,50 mg/kg.

II. Za potrebe tarifnog podbroja 1509 10 90, „djevičansko ulje” označava maslinovo ulje sljedećih karakteristika:

- (a) sadržaj kiselina, koje su iskazane kao oleinska kiselina, koji nije viši od 3,3 g na 100 g;
- (b) peroksidni broj koji ne prelazi 20 meq O₂/kg;
- (c) sadržaj voska koji ne prelazi 250 mg/kg;
- (d) sadržaj hlapivih halogeniranih otapala koji ne prelazi 0,20 mg/kg ukupno i ne prelazi 0,10 mg/kg za svako pojedino otapalo;
- (e) ekstinkcijski koeficijent K₂₇₀ ne viši od 0,250 i, nakon tretiranja ulja aktivnim aluminijevim oksidom, ne viši od 0,10;
- (f) odstupanje ekstinkcijskog koeficijenta (delta K), u području 270 nm, ne veće od 0,01;
- (g) organoleptičke karakteristike koje mogu uključivati prepoznatljive nedostatke koji se nalaze unutar granica prihvatljivosti i ocjenu ocjenjivačke komisije ne nižu od 3,5 u skladu s Prilogom XII. Uredbi (EEZ) br. 2568/91;
- (h) sadržaj eritrodiola i uvaola koji ne prelazi 4,5 %;
- (ij) sadržaj zasićenih masnih kiselina u položaju 2. na trigliceridima koji ne prelazi 1,3 %;
- (k) ukupni iznos transoleinskih izomera koji ne prelazi 0,05 % i ukupni iznos translinoleinskih + translinolenskih izomera koji ne prelazi 0,05 %;
- (l) sadržaj stigmastadiena koji ne prelazi 0,15 mg/kg.

C. Tarifni podbroj 1509 90 obuhvaća maslinovo ulje dobiveno obradom maslinovih ulja koja su obuhvaćena tarifnim podbrojem 1509 10 10 ili 1509 10 90, bez obzira jesu li miješana s djevičanskim maslinovim uljem ili ne, a koja imaju sljedeće karakteristike:

- (a) sadržaj kiselina, koje su izražene kao oleinska kiselina, koji ne prelazi 1,5 g na 100 g;
- (b) sadržaj voska koji ne prelazi 350 mg/kg;
- (c) ekstinkcijski koeficijent K₂₇₀ (100) ne viši od 1,0;
- (d) odstupanje ekstinkcijskog koeficijenta (ΔK), u području 270 nm, ne veće od 0,13;
- (e) sadržaj eritrodiola i uvaola koji ne prelazi 4,5 %;
- (f) sadržaj zasićenih masnih kiselina u položaju 2. na trigliceridima koji ne prelazi 1,5 %;
- (g) ukupni iznos transoleinskih izomera koji ne prelazi 0,20 % i ukupni iznos translinoleinskih + translinolenskih izomera koji ne prelazi 0,30 %.

- D. Za potrebe tarifnog podbroja 1510 00 10, „sirova ulja” znači ulja, posebno ulja komine maslina, koja imaju sljedeće karakteristike:
- (a) sadržaj kiselina, koje su iskazane kao oleinska kiselina, ne niži od 2 g na 100 g;
 - (b) sadržaj eritrodiola i uvaola ne niži od 12 %;
 - (c) sadržaj zasićenih masnih kiselina u položaju 2. na trigliceridima koji ne prelazi 1,8 %;
 - (d) ukupni iznos transoleinskih izomera koji ne prelazi 0,20 % i ukupni iznos translinoleinskih + translinolenskih izomera koji ne prelazi 0,10 %.
- E. Tarifni podbroj 1510 00 90 obuhvaća ulja dobivena obradom ulja obuhvaćenih tarifnim podbrojem 1510 00 10, bez obzira jesu li miješana ili ne s djevičanskim maslinovim uljem, i ulja koja nemaju karakteristike ulja iz dodatnih napomena 2.B, 2.C i 2.D. Ulja koja su obuhvaćena tim podbrojem moraju imati sadržaj zasićenih masnih kiselina u položaju 2. na trigliceridima koji ne prelazi 2,0 %, ukupni iznos transoleinskih izomera niži od 0,4 % i ukupni iznos translinoleinskih + translinolenskih izomera niži od 0,35 %.
3. Tarifni podbrojevi 1522 00 31 i 1522 00 39 ne obuhvaćaju:
- (a) komine koje su nastale kao rezultat obrade masnih tvari koje sadrže ulje čiji je jodni broj, koji je određen u skladu s metodom utvrđenom u Prilogu XVI. Uredbi (EEZ) br. 2568/91, niži od 70 ili viši od 100;
 - (b) komine koje su nastale kao rezultat obrade masnih tvari koje sadrže ulje čiji je jodni broj viši od 70 ili niži od 100, a čija je površina pika koja predstavlja retencijski volumen betasitosterola ⁽¹⁾, koji je određen u skladu s Prilogom V. Uredbi (EEZ) br. 2568/91, obuhvaća manje od 93 % ukupne površine pika sterola.
4. Analitičke metode za određivanje karakteristika gore navedenih proizvoda su one koje su utvrđene u Prilozima Uredbi (EEZ) br. 2568/91.
-

⁽¹⁾ Delta-5,23-stigmastadienol + klorosterol + betasitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5,24-stigmastadienol.”