

## I

*(Actos cuja publicação é uma condição da sua aplicabilidade)*

## REGULAMENTO (CE) Nº 656/95 DA COMISSÃO

de 28 de Março de 1995

que altera o Regulamento (CEE) nº 2568/91, relativo às características dos azeites e dos óleos de bagaço de azeitona, bem como aos métodos de análise relacionados, e o Regulamento (CEE) nº 2658/87 do Conselho, relativo à nomenclatura pautal e estatística e à pauta aduaneira comum

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Europeia,

Tendo em conta o Regulamento nº 136/66/CEE do Conselho, de 22 de Setembro de 1966, que estabelece uma organização comum de mercado no sector das matérias gordas<sup>(1)</sup>, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) nº 3179/93<sup>(2)</sup>, e, nomeadamente, o seu artigo 35ºA,

Tendo em conta o Regulamento (CEE) nº 2658/87 do Conselho, de 23 de Julho de 1987, relativo à nomenclatura pautal e estatística e à pauta aduaneira comum<sup>(3)</sup>, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) nº 3330/94 da Comissão<sup>(4)</sup>, e, nomeadamente o seu artigo 9º,

Considerando que o Regulamento (CEE) nº 2568/91 da Comissão<sup>(5)</sup>, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) nº 2632/94<sup>(6)</sup>, definiu as características dos azeites e dos óleos de bagaço de azeitona, bem como as características dos azeites e dos óleos de bagaço de azeitona, bem como os métodos de análise relacionados; que, além disso, o Regulamento (CEE) nº 2568/91 alterou as notas complementares 2, 3 e 4 do capítulo 15 da Nomenclatura Combinada constantes do anexo I do Regulamento (CEE) nº 2658/87;

Considerando que, devido ao desenvolvimento da investigação, é conveniente adaptar as características dos azeites definidas pelo Regulamento (CEE) nº 2568/91, para assegurar de uma forma mais adequada a pureza dos produtos comercializados, e prever o correspondente método de análise;

<sup>(1)</sup> JO nº 172 de 30. 9. 1966, p. 3025/66.

<sup>(2)</sup> JO nº L 285 de 20. 11. 1993, p. 9.

<sup>(3)</sup> JO nº L 256 de 7. 9. 1987, p. 1.

<sup>(4)</sup> JO nº L 350 de 31. 12. 1994, p. 51.

<sup>(5)</sup> JO nº L 248 de 5. 9. 1991, p. 1.

<sup>(6)</sup> JO nº L 280 de 29. 10. 1994, p. 43.

Considerando que, dada a experiência adquirida, se revelam necessárias certas adaptações do método de determinação da trinoleína; que, por outro lado, com o objectivo de prosseguir a harmonização com as normas internacionais do Conselho Oleícola Internacional, parece oportuno ajustar certos valores-limite relativos às características dos azeites e óleos de bagaço de azeitona;

Considerando que as referidas alterações das características dos azeites implicam a adaptação das notas complementares 2, 3 e 4 do capítulo 15 da Nomenclatura Combinada;

Considerando que, para permitir um período de adaptação às novas normas e a criação dos meios necessários à sua aplicação e para não causar perturbações no que respeita às transacções comerciais, é conveniente adiar por dois meses a entrada em vigor do presente regulamento, bem como prever um período limitado para o escoamento do azeite acondicionado antes da sua entrada em vigor;

Considerando que, em consequência, é necessário adaptar os Regulamentos (CEE) nºs 2658/87 e 2568/91, cujo anexo XIV alterou as referidas notas complementares;

Considerando que as medidas previstas no presente regulamento estão em conformidade com o parecer do Comité de gestão das matérias gordas,

ADOPTOU O PRESENTE REGULAMENTO:

### Artigo 1º

O Regulamento (CEE) nº 2568/91 é alterado do seguinte modo:

1. Ao artigo 2º, é aditado o seguinte travessão:

« — para a determinação dos estigmastadienos, o método constante do Anexo XVII. ».

2. Os anexos são alterados em conformidade com o anexo I do presente regulamento.

*Artigo 2º*

As notas complementares 2, 3 e 4 do capítulo 15 da Nomenclatura Combinada constantes do anexo I do Regulamento (CEE) nº 2658/87 são substituídas pelo texto do anexo II do presente regulamento.

*Artigo 3º*

O presente regulamento entra em vigor no sexagésimo dia seguinte ao da sua publicação no *Jornal Oficial das Comunidades Europeias*.

Não é aplicável aos azeites e óleos de bagaço de azeitona acondicionados antes da data da sua entrada em vigor e comercializados até ao termo do décimo mês seguinte ao da sua entrada em vigor.

O presente regulamento é obrigatório em todos os seus elementos e directamente aplicável em todos os Estados-membros.

Feito em Bruxelas, em 28 de Março de 1995.

*Pela Comissão*

Franz FISCHLER

*Membro da Comissão*

---

## ANEXO I

1. Ao sumário dos anexos do Regulamento (CEE) nº 2568/91 é aditado o seguinte título :

« Anexo XVII: Método de determinação dos estigmastadienos nos óleos vegetais .....84 ».

2. O anexo I é substituído pelos seguintes quadros e texto :

## ANEXO I

## CARACTERÍSTICAS DOS AZEITES E ÓLEOS DE BAGAÇO DE AZEITONA

Categoria	Acidez %	Índice de peróxidos meq O <sub>2</sub> /kg	Solventes halogenados mg/kg (1)	Ceras mg/kg	Ácidos gordos saturados na posição 2 dos triglicéridos %	Índice de Estigmastadienos (2) mg/kg	Eritrodíol + Úvool %	Trilino-leína %	Coolesterol %	Brasi-casterol %	Cam-pestero %	Estignas-terol %	Beta-sitoste-rol (3) %	Delta-7-Estigma-tenol %	Esteróis totais mg/kg
1. Azeite virgem extra	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. Azeite virgem	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. Azeite virgem corrente	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. Azeite virgem 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. Azeite refinado	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. Azeite	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. Óleo de bagaço de azei-tona refinado	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. Óleo de bagaço de azei-tona refinado	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. Óleo de bagaço de azei-tona	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

M = máximo, m = mínimo

(1) Limite total para os compostos detectados pelo detector de captura de electrões.

Para os compostos detectados individualmente o limite é de 0,10 mg/kg

(2) Soma de isómeros que podem (ou não) ser separados em coluna capilar.

(3) Delta-5-23-Estigmastadienol + Clerosterol + Sitosterol + Sitostanol + delta-5-Avenasterol + delta-5-Estigmastadienol.

Nota:

Basta que uma dos característicos esteja fora dos limites fixados para que o produto seja desclassificado ou declarado não conforme quanto à sua pureza.

Categoria	Composição ácida						Sommas (dos) isómeros transoleicos	Soma (dos) isómeros transolinsoleicos e translinoleicos %	K <sub>212</sub>	K <sub>270</sub>	K <sub>270</sub> com alumina	Delta-K	Exame organoléptico
	Mirístico %	Linoléico %	Araquídico %	Eicosanólico %	Bécnico %	Lignocérico %							
1. Azeite virgem extra	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. Azeite virgem	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. Azeite virgem corrente	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. Azeite virgem 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. Azeite refinado	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. Azeite	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. Óleo de bagaço de azeitona refinada	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. Óleo de bagaço de azeitona refinado	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2	M 0,40	M 0,35	M 5,50	M 2,50	—	M 0,25	—
9. Óleo de bagaço de azeitona refinado	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2	M 0,40	M 0,35	M 5,30	M 2,00	—	M 0,20	—

M = máximo, m = mínimo

Nota:

Basta que uma das características esteja fora dos limites fixados para que o produto seja desclassificado ou declarado não conforme quanto à sua pureza.

Para determinação da pureza, quando o K<sub>270</sub> ultrapassar o limite da respectiva categoria, é necessário fazer-se uma nova determinação do K<sub>270</sub> após passagem pela alumina.

3. A nota 5 do anexo VIII passa a ter a seguinte redacção :

« Nota 5 :

Em relação aos azeites virgens lampantes e aos óleos de bagaço de azeitona brutos, para se obter uma boa separação do pico relativo à trilinoleína dos picos adjacentes ou dos picos de eventuais substâncias interferentes, é necessário purificar previamente o azeite ou o óleo em conformidade com o seguinte método :

Fazer passar 200 ml do azeite ou óleo, não diluído, numa coluna de sílica para extracção líquido-sólido (tipo SEP PAK sílica *cartridge-waters* port. nº 51 900).

Os triglicéridos são eluídos com 20 ml de hexano anidro para HPLC, durante, no máximo, 20 segundos.

O produto eluído é seco sob uma corrente de azoto e dissolvido em isopropanol ou acetona (5 ml). Injetam-se 10-20 ml no aparelho de HPLC. É necessário verificar que o teor de ácidos gordos do azeite ou óleo seja o mesmo antes e depois da purificação, dentro dos limites de erro do método analítico adoptado.»

4. É aditado o seguinte Anexo XVII :

« ANEXO XVII :

### MÉTODO PARA A DETERMINAÇÃO DE ESTIGMASTADIENOS EM ÓLEOS VEGETAIS

#### 1. OBJECTIVO

Determinação de estigmastadienos em óleos vegetais que contenham concentrações reduzidas destes hidrocarbonetos, nomeadamente azeites virgens e óleos de bagaço de azeitona.

#### 2. ÂMBITO

O método é aplicável a todos os óleos vegetais, embora as determinações apenas sejam fiáveis nos casos em que o teor de hidrocarbonetos em causa esteja compreendido entre de 0,01 e 4,0 mg/kg. O método é particularmente adequado para detectar a presença de óleos vegetais refinados (azeite, óleo de bagaço de azeitona, óleo de girassol, óleo de palma, etc.) em azeites virgens, uma vez que, contrariamente a estes últimos, os azeites refinados contêm estigmastadienos.

#### 3. PRINCÍPIO

Isolamento da matéria insaponificável, seguido de separação da fracção que contém hidrocarbonetos esteróides por cromatografia em coluna de silicagel e análise por cromatografia em fase gasosa com coluna capilar.

#### 4. EQUIPAMENTO

- 4.1. Balões de 250 ml adequados para uso com refrigerante de refluxo.
- 4.2. Ampolas de decantação de 500 ml.
- 4.3. Balões de fundo redondo de 100 ml.
- 4.4. Evaporador rotativo.
- 4.5. Coluna de vidro para cromatografia (1,5-2,0 cm de diâmetro interno e 50 cm de comprimento), equipada com uma torneira de *teflon* e um tampão de lã de vidro ou um disco de vidro sinterizado. Para preparar a coluna de silicagel, deitar hexano na coluna cromatográfica até uma altura aproximada de 5 cm, enchendo de seguida com uma suspensão de silicagel em hexano (15 g em 40 ml), com o auxílio de várias porções de hexano. Deixar assentar, com o eventual recurso a uma ligeira vibração. Adicionar sulfato de sódio anidro até uma altura aproximada de 0,5 cm e eluir o excesso de hexano.
- 4.6. Cromatógrafo de fase gasosa equipado com um detector de ionização de chama, um injector com divisão de fluxo ou um sistema de injeção directa na coluna a frio e forno com programação de temperatura com precisão de  $\pm 1^\circ\text{C}$ .
- 4.7. Coluna capilar de sílica fundida para cromatografia em fase gasosa (0,25 ou 0,30 mm de diâmetro interno e 25 m de comprimento), revestidas com uma fase de fenilmetilsilicone a 5 %, de 0,25 mm de espessura.

*Nota 1.*

Podem utilizar-se outras colunas de polaridade idêntica inferior.

- 4.8. Registador-integrador com possibilidade de integração entre dois mínimos consecutivos.
- 4.9. Microseringa de 5-10 ml para cromatografia em fase gasosa, com agulha cementada.
- 4.10. Manta ou placa de aquecimento.

**5. REAGENTES**

Salvo indicação em contrário, todos os reagentes devem ser de qualidade analítica. Deve utilizar-se água destilada ou de grau de pureza equivalente.

- 5.1. Hexano ou mistura de alcanos com intervalo de ebulição 65-70 °C, destilada numa coluna de rectificação.

*Nota 2.*

O solvente deve ser destilado, com vista a remover as impurezas.

- 5.2. Etanol a 96 % v/v.
- 5.3. Sulfato de sódio anidro.
- 5.4. Solução alcoólica de hidróxido de potássio a 10 %. Adicionar 10 ml de água a 50 g de hidróxido de potássio, agitar e dissolver a mistura em etanol, até perfazer 500 ml.

*Nota 3.*

Em repouso, a solução alcoólica de hidróxido de potássio adquire uma coloração acastanhada, pelo que deve preparar-se diariamente antes do uso e armazenar-se, pelo que deve preparar-se diariamente antes do uso e armazenar-se em recipientes de vidro escuro, devidamente rolhados.

- 5.5. Silicagel 60 para cromatografia em coluna, 70-230 mesh (Merck ref. 7734 ou similar)

*Nota 4.*

De um modo geral, a silicagel pode ser utilizada directamente, sem qualquer tratamento prévio. Contudo, alguns lotes podem exibir uma actividade reduzida, originando separações cromatográficas deficientes. Nestas circunstâncias, a silicagel deve ser tratada do seguinte modo: desactivar a silicagel por aquecimento a 500 °C durante 4 horas. Após o aquecimento, colocar a silicagel num exsiccador, transferindo-a, após arrefecimento, para um balão rolhado. Adicionar 2 % de água e agitar até que deixem de observar-se aglomerados e o pó flua livremente.

Caso os lotes de silicagel originem cromatogramas com picos atribuíveis a interferências, a silicagel deve ser tratada de modo *supra*. Como alternativa, pode utilizar-se silicagel de qualidade extra (Merck, ref. 7754).

- 5.6. Solução-mãe (200 ppm) de colest-3,5-dieno (Sigma, 99 % de pureza) em hexano (10 mg em 50 ml).
- 5.7. Solução-padrão de colest-3,5-dieno em hexano, numa concentração de 20 ppm, obtida por diluição da solução *supra*.

*Nota 5.*

Se mantidas a uma temperatura inferior a 4 °C, as soluções 5.6 e 5.7 não sofrem deterioração durante um período de, pelo menos, 4 meses.

- 5.8. Solução de n-nonacosano em hexano com uma concentração aproximada de 100 ppm.
- 5.9. Gás de arrastamento para cromatografia: hélio ou hidrogénio com um grau de pureza de 99,9990 %.
- 5.10. Gases auxiliares para o detector de ionização de chama: hidrogénio com um grau de pureza de 99,9990 % ou ar depurado.

**6. PROCEDIMENTO****6.1. Preparação da matéria insaponificável:**

- 6.1.1. Pesar  $20 \pm 0,1$  g de óleo num balão de 250 ml (4.1), adicionando 1 ml de solução-padrão de colest-3,5-dieno (20 mg) e 75 ml de solução alcoólica de hidróxido de potássio a 10 %. Adaptar o refrigerante e aquecer à ebulição ligeira durante 30 minutos. Remover o balão da fonte de calor e deixar arrefecer ligeiramente (não deixar arrefecer até à temperatura ambiente, uma vez que a amostra poderá aderir ao fundo do balão). Adicionar 100 ml de água e transferir a solução para uma ampola de decantação (4.2), com o auxílio de 100 ml de hexano. Agitar a mistura vigorosamente durante 30 segundos e deixar separar as fases.

*Nota 6.*

Caso se observe a formação de uma emulsão persistente, adicionar pequenas quantidades de etanol

- 6.1.2. Transferir a fase aquosa inferior para outra ampola de decantação e extrair novamente com 100 ml de hexano. Como anteriormente, recolher a fase inferior, lavando os extractos de hexano (combinados numa terceira ampola de decantação) com três porções de 100 ml de mistura etanol-água (1 : 1), até obter pH neutro.
  - 6.1.3. Tratar a solução de hexano com sulfato de sódio anidro (50 g), lavar com 20 ml de hexano e evaporar à secura num evaporador rotativo a 30 °C e pressão reduzida.
- 6.2. Separação da fracção que contém hidrocarbonetos esteróides :**
- 6.2.1. Remover o resíduo com o auxílio de duas porções de 1 ml de hexano, transferir para a coluna, de modo a que o nível da solução atinja no topo da camada de sulfato de sódio, e iniciar a eluição cromatográfica com hexano, a um fluxo aproximado de 1 ml/min. Desprezar os primeiros 25-30 ml de eluído e recolher os 40 ml seguintes. Transferir a fracção recolhida para um balão de fundo redondo em 100 ml (4.3).

*Nota 7.*

A primeira fracção contém os hidrocarbonetos saturados (figura 1a) e a segunda os hidrocarbonetos esteróides. O prosseguimento da eluição permite obter esqualeno e compostos afins. Para uma separação adequada dos hidrocarbonetos saturados e esteróides, é necessário otimizar os volumes das diversas fracções. Assim, o volume da primeira fracção deve ser ajustado de modo a que, aquando da análise da segunda fracção, os picos relativos aos hidrocarbonetos saturados sejam pouco intensos (veja-se a figura 1c); se estes picos estiverem ausentes e a intensidade do pico-padrão for reduzida, o volume deve ser reduzido. De qualquer modo, não é necessário efectuar a separação completa dos componentes da primeira e da segunda fracção, uma vez que, no caso de se ajustarem as condições de trabalho de acordo com 6.3.1, não ocorre a sobreposição dos picos durante a análise cromatográfica. Em geral, a optimização do volume da segunda fracção não é também necessária, em virtude da separação adequada dos restantes componentes. Todavia, a presença de um pico intenso com um tempo de retenção aproximadamente 1,5 minutos inferior ao pico relativo ao padrão resulta de uma separação deficiente, sendo atribuível ao esqualeno.

- 6.2.2. Evaporar a segunda fracção num evaporador, a 30 °C e pressão reduzida, até à secura, e dissolver imediatamente o resíduo em 0,2 ml de hexano. Manter a solução no frigorífico até efectuar a análise.

*Nota 8.*

Os resíduos 6.1.3 e 6.2.2 não devem permanecer a seco, à temperatura ambiente. Logo que obtidos, deve adicionar-se solvente, devendo as soluções resultantes ser armazenadas no frigorífico.

**6.3. Cromatografia em fase gasosa :****6.3.1. Condições de trabalho no caso de injeção com divisão de fluxo :**

- temperatura do injector : 300 °C,
- temperatura do detector : 320 °C.
- integrador-registrador : os parâmetros de integração devem ser seleccionados de modo a obter uma estimativa adequada das áreas. Recomenda-se um modo de integração entre dois mínimos consecutivos,
- sensibilidade : cerca de 16 vezes superior à atenuação mínima,
- quantidade de solução a injectar : 1ml,
- programação de temperatura : temperatura inicial de 235 °C durante 6 minutos, aumentando de seguida à razão de 2 °C/min até atingir 285 °C,
- injector com divisão de fluxo na proporção 1 : 15,
- gás de arrastamento : hélio ou hidrogénio, a uma pressão aproximada de 120 kPa.

Estas condições podem ser ajustadas em função das características do cromatógrafo e da coluna, de modo a que, no cromatograma, o pico correspondente ao padrão interno ocorra a cerca de 5 minutos do tempo referido em 6.3.2 e tenha uma intensidade equivalente a, pelo menos 80 % da escala.

Deve proceder-se à verificação do sistema mediante a injeção de uma mistura de solução-mãe de colestadieno (5.6) e n-nonacosano (5.8). O pico correspondente ao colestadieno deve surgir antes do pico correspondente ao n-nonacosano (veja-se a figura 1c); se tal não suceder, pode proceder-se de dois modos : reduzir a temperatura do forno ou utilizar uma coluna de polaridade inferior.

## 6.3.2. Identificação dos picos

O pico correspondente ao padrão interno surge a cerca de 19 minutos; o estigmasta-3,5-dieno possui um tempo de retenção relativo de aproximadamente 1,29 (veja-se a figura 1b). O estigmasta-3,5-dieno é acompanhado de pequenas quantidades de um isómero que não origina, em geral, um pico independente. Todavia, se a coluna possuir uma elevada polaridade ou um elevado poder de resolução, poderá surgir um pico pouco intenso imediatamente antes do pico relativo ao estigmasta-3,5-dieno (veja-se a figura 2). De modo a assegurar que a eluição dos estigmastadienos produza um único pico, é aconselhável substituir a coluna por outra menos polar ou de diâmetro interno superior.

*Nota 9.*

Pode obter-se um pico de referência para os estigmastadienos através da aplicação do método para a determinação de hidrocarbonetos esteróides a óleos vegetais; os estigmastadienos originam um pico característico, facilmente identificável.

## 6.3.3. Análise quantitativa

O teor de estigmastadienos é determinado por recurso à fórmula:

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

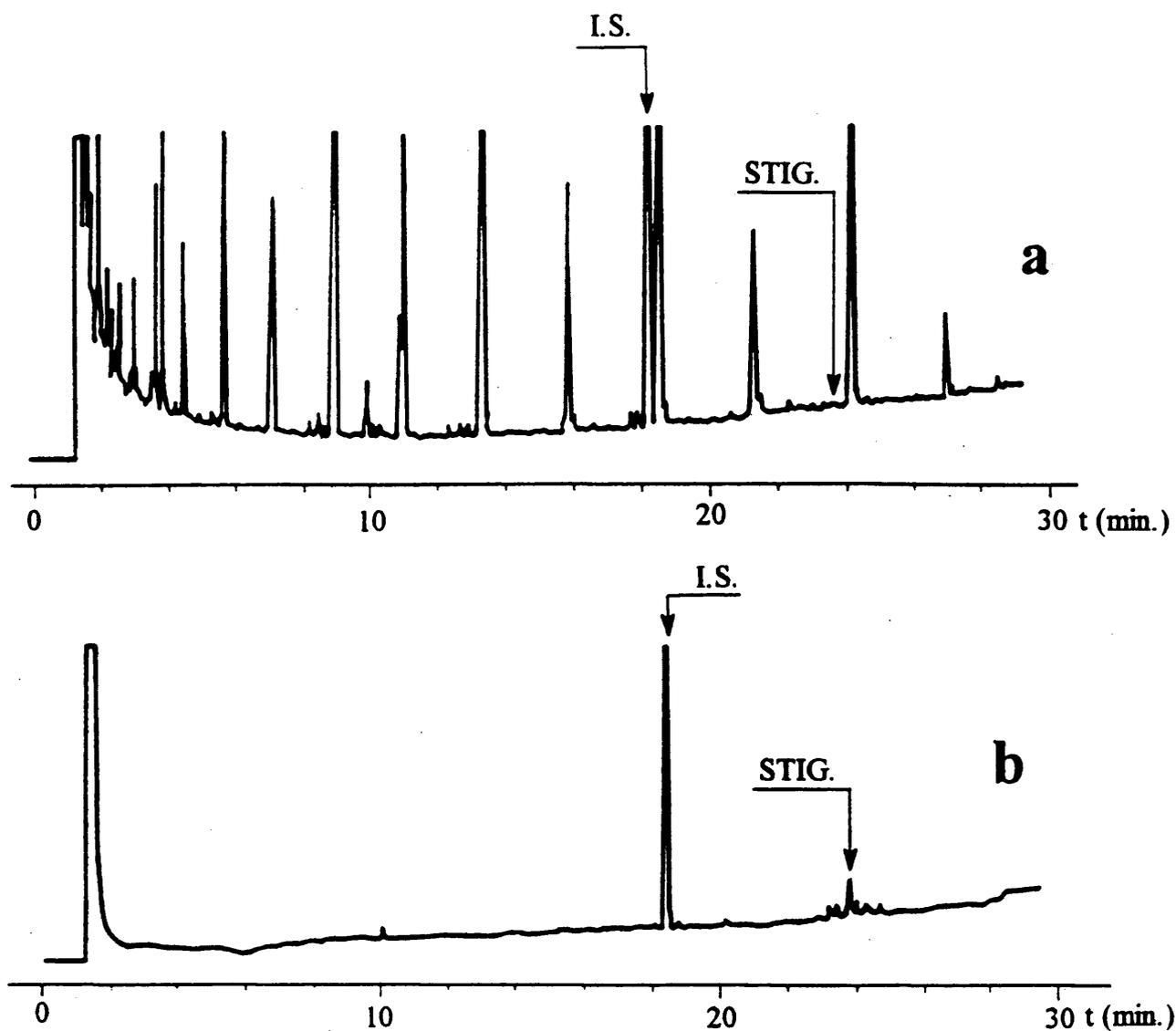
em que:  $A_b$  = área do pico relativo aos estigmastadienos (ou soma das áreas dos picos correspondentes aos dois isómeros, se for caso disso).

$A_c$  = área do pico relativo ao padrão interno (colestadieno).

$M_c$  = massa de padrão adicionada, em microgramas.

$M_o$  = massa de óleo, em gramas.

Limite de detecção: cerca de 0,01 mg/kg.



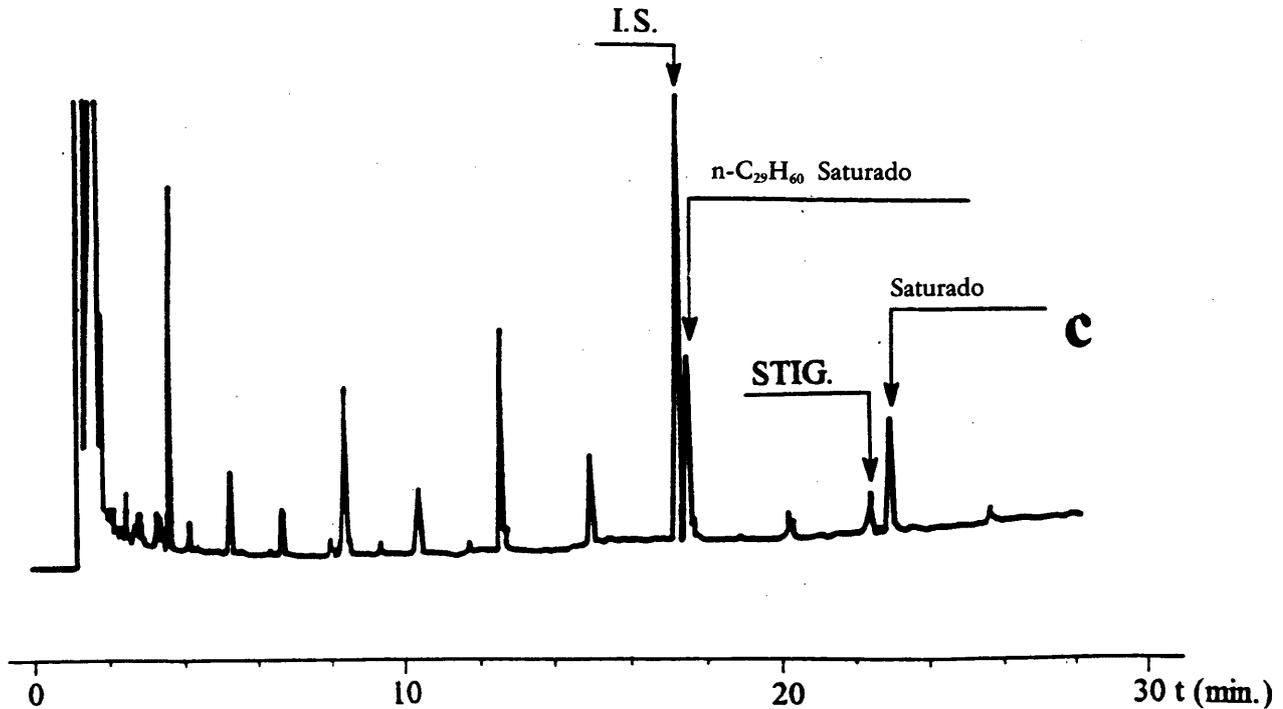


Figura 1

Cromatogramas obtidos na análise de amostras de azeite com uma coluna capilar de sílica fundida (0,25 mm de diâmetro interno e 25 m de comprimento), revestida com uma película de fenilmetilsilicone a 5 % de 0,25 mm de espessura.

- Primeira fracção (30 ml) de um azeite virgem, adicionada do padrão.
- Segunda fracção (40 ml) de um azeite contendo 0,10 mg/kg de estigmastadienos.
- Segunda fracção (40 ml), contendo uma pequena quantidade da primeira fracção.

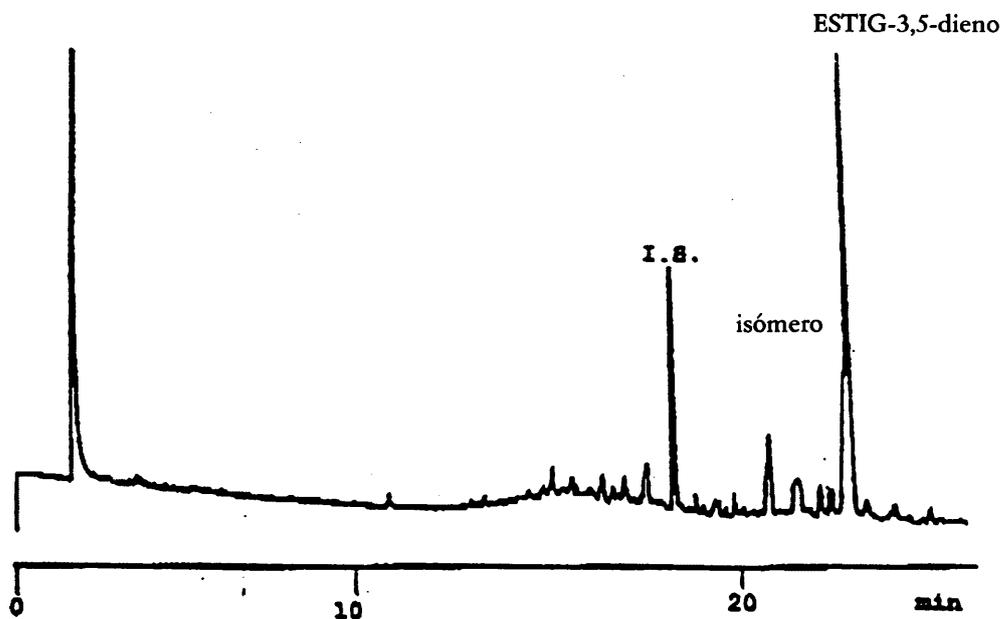


Figura 2

Cromatogramas obtidos na análise de uma amostra de azeite refinado com uma coluna DB-5, em que se observa o pico correspondente ao isómero do estigmasta-3,5-dieno.

## ANEXO II

- 2. A. Só se classifica nas posições 1509 e 1510 o azeite proveniente exclusivamente do tratamento de azeitonas a cujas características analíticas respeitantes aos teores de ácidos gordos e de esteróis são as seguintes :

## Quadro I

## Teor de ácidos gordos em percentagem dos ácidos gordos totais

Ácidos gordos	Percentagens
Ácido mirístico	M 0,05
Ácido linolénico	M 0,9
Ácido araquídico	M 0,6
Ácido eicosanóico	M 0,4
Ácido beénico <sup>(1)</sup>	M 0,3
Ácido lignocérico	M 0,2

M = máximo.

<sup>(1)</sup> M 0,2 para os azeites das posições 1509.

## Quadro II

## Teor de esteróis em percentagem dos esteróis totais

Esteróis	Percentagens
Colesterol	M 0,5
Brassicasterol <sup>(1)</sup>	M 0,1
Campesterol	M 4,0
Estigmasterol <sup>(2)</sup>	< Campesterol
Beta-sitosterol <sup>(3)</sup>	m 93,0
Delta-7-estigmasterol	M 0,5

m = mínimo.

M = máximo.

<sup>(1)</sup> M 0,2 até 31 de Outubro de 1995.

<sup>(2)</sup> Condição não aplicável aos azeites virgens lampantes (subposição 1509 10 10) e aos óleos de bagaço de azeitona brutos (subposição 1510 00 10).

<sup>(3)</sup> Delta-5,23-estigmastadienol + clerosterol + Beta-sitosterol + sitostanol + Delta-5-avenasterol + Delta-5,24-estigmastadienol.

Excluem-se das posições 1509 e 1510 os azeites modificados quimicamente (nomeadamente os azeites reesterificados) e as misturas de azeites com óleos de outra natureza. A presença de azeite reesterificado ou de óleos de outra natureza é determinada segundo os métodos indicados nos anexos V, VII, X A e X B do Regulamento (CEE) nº 2568/91.

- B. Só se classifica na subposição 1509 10 o azeite definidos nos pontos I e II *infra* obtido unicamente por processos mecânicos ou por outros processos físicos, em condições, nomeadamente térmicas, que não alterem o óleo e que não tenha sido submetido a qualquer tratamento além da lavagem, decantação, centrifugação e filtração. Os óleos obtidos a partir de azeitonas através da utilização de solventes constam da posição 1510.
- I. Considera-se como « azeite virgem lampante », na acepção da subposição 1509 10 10, seja qual for a sua acidez, o azeite que apresente :
- Um teor de ceras não superior a 350 mg/kg ;
  - Um teor de eritrodiol e úvaol não superior a 4,5 % ;
  - Um teor de ácidos gordos saturados na posição 2 dos triglicéridos não superior a 1,3 % ;
  - Uma soma de isómeros transoleitos não superior a 0,10 % e uma soma de isómeros translinoleicos + translinolénicos não superior a 0,10 % ;

e

e) Uma ou mais das seguintes características :

1. Um índice de peróxidos igual ou superior a 20 meq de oxigénio activo/kg ;
2. Um teor de solventes halogenados voláteis totais igual ou superior a 0,20 mg/kg e igual ou superior a 0,10 mg/kg relativamente a, pelo menos, um deles ;
3. Um coeficiente de extinção  $K_{270}$  igual ou superior a 0,25 e, após tratamento do óleo pela alumina activada, não superior a 0,11 ; com efeito, certos óleos com um teor de ácidos gordos livres, expressos em ácido oleico, superior a 3,3 g por 100 g podem ter, após passagem pela alumina activada, em conformidade com o método constante do anexo IX do Regulamento (CEE) nº 2568/91, um coeficiente de extinção  $K_{270}$  superior a 0,10 ; neste caso, após neutralização e descoloração efectuadas no laboratório, em conformidade com o método constante do anexo XIII do regulamento supracitado, devem apresentar as seguintes características :

— um coeficiente de extinção  $K_{270}$  não superior a 1,20,

— uma variação ( $\Delta K$ ) do coeficiente de extinção na proximidade de 270 nm a 0,01 e não superior a 0,16, ou seja :

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

$K_m$  = designa o coeficiente de extinção do comprimento de onda máximo da curva de absorção na proximidade de 270 nm,

$K_{m-4}$  e  $K_{m+4}$  = designam os coeficientes de extinção nos comprimentos de onda inferior e superior em 4 nm à de  $K_m$ .

4. Características organolépticas que revelem defeitos perceptíveis com uma intensidade superior ao limite de aceitação, com um resultado na análise sensorial inferior a 3,5 em conformidade com o anexo XII do Regulamento (CEE) nº 2568/91.

5. Um teor de estigmastadienos não superior a 0,50 mg/kg.

II. Considera-se como « outro azeite virgem » na aceção da subposição 1509 10 90 o azeite que apresente as seguintes características :

- a) Uma acidez, expressa em ácido oleico, não superior a 3,3 g/100 g ;
- b) Um índice de peróxidos não superior a 20 meq de oxigénio activo/kg ;
- c) Um teor de ceras não superior a 250 mg/kg ;
- d) Um teor de solventes halogenados voláteis totais não superior a 0,20 mg/kg e, relativamente a cada um destes, um teor não superior a 0,10 mg/kg ;
- e) Um coeficiente de extinção  $K_{270}$  não superior a 0,25 e, após passagem do azeite em alumina activada, a 0,10 ;
- f) Uma variação do coeficiente de extinção ( $\Delta K$ ) na proximidade de 270 nm não superior a 0,01 ;
- g) Características organolépticas que releve defeitos perceptíveis com uma intensidade inferior ao limite de aceitação, com uma pontuação na análise sensorial igual ou superior a 3,5 em conformidade com o anexo XII do Regulamento (CEE) nº 2568/91 ;
- h) Um teor de eritrodiol e uvaol não superior a 4,5 % ;
- ij) Um teor de ácidos gordos saturados na posição 2 dos triglicéridos inferior ou igual a 1,3 % ;
- k) Uma soma dos isómeros transoleicos não superior a 0,05 % e uma soma de isómeros translinoleicos + translinolenicos não superior a 0,05 % ;
- l) Um teor de estigmastadienos não superior a 0,15 mg/kg.

C. Classifica-se na subposição 1509 90 o azeite obtido por tratamento dos azeites das subposições 1509 10 10 e/ou 1509 10 90, mesmo lotados com azeite virgem, e que apresentem as seguintes características :

- a) Uma acidez, expressa em ácido oleico, não superior a 1,5 g/100 g ;
- b) Um teor de ceras não superior a 350 mg/kg ;
- c) Um coeficiente de extinção  $K_{270}$  não superior a 1,0 ;
- d) Uma variação do coeficiente de extinção ( $\Delta K$ ) na proximidade de 270 nm não superior a 0,13 ;
- e) Um teor de eritrodiol e uvaol não superior a 4,5 % ;
- f) Um teor de ácidos gordos saturados na posição 2 dos triglicéridos não superior a 1,5 % ;
- g) Uma soma dos isómeros transoleicos não superior a 0,20 % e uma soma de isómeros translinoleicos + translinolenicos não superior a 0,30 %.

- D. Consideram-se como « óleos em bruto », na acepção da subposição 1510 00 10, os óleos, nomeadamente de bagaço de azeitona, que apresentem as seguintes características :
- Uma acidez, expressa em ácido oleico, igual ou superior a 2 g/100 g ;
  - Um teor de eritrodioleína e uvaol igual ou superior a 12 % ;
  - Um teor de ácidos gordos saturados na posição 2 dos triglicéridos não superior a 1,8 % ;
  - Uma soma dos isómeros transoleicos não superior a 0,20 % e uma soma dos isómeros translinoleicos + translinoléicos não superior a 0,10 %.
- E. Classificam-se na subposição 1510 00 90 os óleos obtidos por tratamento dos óleos da subposição 1510 00 10, mesmo lotados com azeite virgem, e os que não apresentem as características dos óleos referidos nas notas complementares 2 B, 2 C e 2 D. Os óleos da presente subposição devem apresentar um teor de ácidos gordos saturados na posição 2 dos triglicéridos não superior a 2,0 %, uma soma dos isómeros transoleicos inferior a 0,40 % e uma soma dos isómeros translinoleicos + translinoléicos inferior a 0,35 %.
3. Excluem-se das subposições 1522 00 31 e 1522 00 39 :
- Os resíduos provenientes do tratamento de matérias gordas que contenham óleo cujo índice de iodo, determinado segundo o método constante no anexo XVI do Regulamento (CEE) nº 2568/91, seja inferior a 70 ou superior a 100 ;
  - Os resíduos provenientes do tratamento das matérias gordas que contenham óleo cujo índice de iodo esteja compreendido entre 70 e 100, mas cuja superfície do pico com um tempo de retenção do Beta-sitosterol <sup>(1)</sup>, determinado em conformidade com o anexo V do Regulamento (CEE) 2568/91, represente menos de 93,0 % da superfície total dos picos dos esteróis.
4. Os métodos de análise na determinação das características dos produtos acima mencionados são os constantes dos anexos do Regulamento (CEE) nº 2568/91.

---

<sup>(1)</sup> Delta-5,23-estigmastadienol + clerosterol + Beta-sitosterol + sitostanol + Delta-5-avenasterol + Delta-5,24-estigmastadienol. »