

**REGULAMENTUL (CE) NR. 656/95 AL COMISIEI
din 28 martie 1995**

de modificare a Regulamentului (CEE) nr. 2568/91 privind caracteristicile uleiurilor de măsline și ale uleiurilor din resturi de măsline, precum și metodele de analiză a acestora și a Regulamentului (CEE) nr. 2658/87 al Consiliului privind Nomenclatura tarifară și statistică și Tariful Vamal Comun

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Europene,

având în vedere Regulamentul nr. 136/66/CEE al Consiliului din 22 septembrie 1966 privind organizarea comună a piețelor în sectorul uleiurilor și grăsimilor ⁽¹⁾, astfel cum a fost modificat ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 3179/93 ⁽²⁾, în special articolul 35a,

având în vedere Regulamentul (CEE) nr. 2658/87 al Consiliului din 23 iulie 1987 privind Nomenclatura tarifară și statistică și Tariful Vamal Comun ⁽³⁾, astfel cum a fost modificat ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 3330/94 al Comisiei ⁽⁴⁾, în special articolul 9,

întrucât Regulamentul (CEE) nr. 2568/91 al Comisiei ⁽⁵⁾, astfel cum a fost modificat ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 2632/94 ⁽⁶⁾, definește caracteristicile uleiurilor de măsline și ale uleiurilor din resturi de măsline, precum și metodele de analiză a acestora; întrucât Regulamentul (CEE) nr. 2568/91 modifică și notele complementare 2, 3 și 4 la capitolul 15 din Nomenclatura Combinată, incluse în anexa I la Regulamentul (CEE) nr. 2658/87;

întrucât, din cauza evoluțiilor din cercetare, caracteristicile uleiurilor de măsline, astfel cum sunt definite în Regulamentul (CEE) nr. 2568/91, ar trebui modificate pentru a se asigura mai bine puritatea produselor comercializate și ar trebui definită metoda de analiză a acestora;

întrucât, ținând seama de experiența acumulată, sunt necesare anumite adaptări ale metodei de determinare a conținutului de trilinoleină; întrucât, de asemenea, pentru a continua procesul de armonizare cu standardele internaționale stabilite de Consiliul

internațional pentru uleiul de măsline, ar trebui adaptate anumite limite privind caracteristicile uleiurilor de măsline și ale uleiurilor din resturi de măsline;

întrucât modificările aduse caracteristicilor uleiurilor de măsline în cauză necesită modificarea notelor complementare 2, 3 și 4 la capitolul 15 din Nomenclatura Combinată menționată anterior;

întrucât, pentru a permite o perioadă de adaptare la noile standarde și introducerea mijloacelor necesare pentru aplicarea acestora și pentru a nu provoca perturbări ale tranzacțiilor comerciale, intrarea în vigoare a prezentului regulament ar trebui amânată cu aproximativ două luni și ar trebui să se prevadă o perioadă limitată pentru comercializarea uleiului ambalat înainte de intrarea sa în vigoare;

întrucât, în consecință, ar trebui modificate Regulamentele (CEE) nr. 2658/87 și (CEE) nr. 2568/91, a cărui anexă XIV a modificat notele complementare menționate anterior;

întrucât măsurile prevăzute de prezentul regulament sunt conforme cu avizul Comitetului de gestionare a uleiurilor și grăsimilor,

ADOPTĂ PREZENTUL REGULAMENT:

Articolul 1

Regulamentul (CEE) nr. 2568/91 se modifică după cum urmează:

1. La articolul 2, se adaugă următoarea liniuță:
„— pentru determinarea conținutului de stigmastadiene, metoda stabilită în anexa XVII.”
2. Anexele sunt modificate în conformitate cu anexa I la prezentul regulament.

⁽¹⁾ JO 172, 30.9.1966, pp. 3025/66.

⁽²⁾ JO L 285, 20.11.1993, p. 9.

⁽³⁾ JO L 256, 7.9.1987, p. 1.

⁽⁴⁾ JO L 350, 31.12.1994, p. 51.

⁽⁵⁾ JO L 248, 5.9.1991, p. 1.

⁽⁶⁾ JO L 280, 29.10.1994, p. 43.

Articolul 2

Notele complementare 2, 3 și 4 la capitolul 15 din Nomenclatura Combinată conținute în anexa I la Regulamentul (CEE) nr. 2658/87 se înlocuiesc cu textul conținut în anexa II la prezentul regulament.

Articolul 3

Prezentul regulament intră în vigoare în a șizecea zi de la data publicării în *Jurnalul Oficial al Comunităților Europene*.

Nu se aplică uleiurilor de măsline și uleiurilor din resturi de măsline ambalate înainte de data intrării sale în vigoare și comercializate până la sfârșitul celei de-a zecea luni de la respectiva intrare în vigoare.

Prezentul regulament este obligatoriu în toate elementele sale și se aplică direct în toate statele membre.

Adoptat la Bruxelles, 28 martie 1995.

Pentru Comisie

Franz FISCHLER

Membru al Comisiei

ANEXA I

1. În sumarul anexelor la Regulamentul (CEE) nr. 2568/91, se adaugă următorul titlu:
 „Anexa XVII: Metodă de determinare a conținutului de stigmastadiene din uleiurile vegetale84”.

2. Anexa I se înlocuiește cu următoarele tabele și cu următorul text:

„ANEXA I

CARACTERISTICILE ULEIURILOR DE MĂSLINE

Categorie	Aciditate % meq	Indice de peroxid meq/O ₂ /kg	Solvenți halogenați mg/kg (1)	Ceruri mg/kg	Acizi grasi saturați în poziția 2 a trigliceridei %	Stigma- stadiene (2) mg/kg	Eritrodiool și uraol %	Trilimoleină %	Colesterol %	Brassi- costerol %	Campe- sterol %	Stigmasterol %	Betasi- tosterol (3) %	Delta-7- stigma- stenol %	Total steroli mg/kg
1. Ulei de măslină virgin 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. Ulei de măslină virgin	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. Ulei de măslină virgin obișnuit	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. Ulei de măslină virgin lampant	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. Ulei de măslină rafinat	M 0,5	M 5	M 0,20	M 350	M 1,5	M 0,5	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. Ulei de măslină	M 1,5	M 15	M 0,20	M 350	M 1,5	M 0,5	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. Ulei brut din resturi de măslină	M 2,0	—	—	—	M 1,8	M 0,7	M 12	M 0,7	M 0,5	M 0,1	M 4,0	—	m 93,0	M 0,5	m 2500
8. Ulei rafinat din resturi de măslină	M 0,5	M 5	M 0,20	—	M 2,0	M 0,5	M 12	M 0,6	M 0,5	M 0,1	M 4,0	< Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1800
9. Ulei din resturi de măslină	M 1,5	M 15	M 0,20	> 350	M 2,0	M 0,5	> 4,5	M 0,6	M 0,5	M 0,1	M 4,0	< Camp.	m 93,0	M 0,5	m 1600

(1) Limita maximă totală pentru compuși depistați cu detectorul pentru captarea electronilor. Pentru componentele detectate individual, limita maximă este de 0,10 mg/kg.

(2) Suma izomerilor care pot fi (sau nu pot fi) separați de coloana capilară.

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

Notă:

Este suficient ca o singură caracteristică să nu fie conformă cu valorile indicate pentru ca uleiul să fie respins.

M = maximum, m = minimum.

Categorie	Conținutul de acizi						Suma izomerilor transoleici	Suma izomerilor translinolenici și translinolenici %	K ₂₃₂	K ₂₇₀	K ₂₇₀ după testul cu alumina	Delta-K	Test panel
	Miristic %	Linolenic %	Arahic %	Eicosenic %	Behenic %	Lignoceric %							
1. Ulei de măsline virgin 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. Ulei de măsline virgin	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. Ulei de măsline virgin obișnuit	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. Ulei de măsline virgin lampant	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. Ulei de măsline rafinat	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2	M 0,20	M 0,20	M 3,40	M 1,20	—	M 0,16	—
6. Ulei de măsline	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2	M 0,20	M 0,20	M 3,30	M 1,00	—	M 0,13	—
7. Ulei brut din resturi de măsline	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2	M 0,20	M 0,20	—	—	—	—	—
8. Ulei rafinat din resturi de măsline	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. Ulei din resturi de măsline	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	—

Notă:

Este suficient ca o singură caracteristică să nu fie conformă cu valorile indicate pentru ca uleiul să fie respins.

În vederea stabilirii purității, în cazul în care K₂₇₀ depășește limita categoriei în cauză, trebuie să se determine K₂₇₀ în urma testului cu alumina.

M = maximum, m = minimum.

3. Nota 5 de la anexa VIII se înlocuiește cu următorul text:

„Nota 5:

Pentru a permite separarea clară a valorii de vârf a trilinoleinei de valorile de vârf adiacente sau de orice substanțe care pot interfera, uleiul virgin lampant și uleiul brut din resturi de măsline trebuie purificate în prealabil în conformitate cu următoarea metodă:

Se absorb 200 μ l de ulei nediluat pe o coloană mică de silice pentru extracția de lichid-solid (tip SEP PAC silica cartridge-waters part. No. 51900).

Se eluează trigliceridele cu 20 ml de hexan anhidru pentru HPLC timp de cel mult 20 de secunde.

Produsul obținut prin eluție se usucă în curent de azot și se dizolvă în izopropanol sau acetonă (5 ml). Se injectează între 10 și 20 μ l în HPLC. Compoziția de acizi grași a uleiului trebuie controlată pentru a se asigura că este aceeași înainte și după purificare, în limitele de precizie ale metodei de analiză adoptate.”

4. Se adaugă următoarea anexă XVII:

„ANEXA XVII:

METODĂ DE DETERMINARE A CONȚINUTULUI DE STIGMASTADIENE DIN ULEIURILE VEGETALE

1. OBIECT

Determinarea conținutului de stigmastadiene din uleiurile vegetale conținând concentrații scăzute din aceste hidrocarburi, în special în uleiul virgin de măsline și în uleiul brut din resturi de măsline.

2. DOMENIU DE APLICARE

Metoda se utilizează pentru toate uleiurile vegetale, dar măsurătorile sunt fiabile doar în cazul în care conținutul de hidrocarburi este cuprins între 0,01 și 4,0 mg/kg. Această metodă este adecvată în special pentru detectarea prezenței uleiurilor vegetale rafinate (de măsline, resturi de măsline, floarea soarelui, palmier etc.) în ulei virgin de măsline, deoarece uleiurile rafinate conțin stigmastadiene, iar uleiurile virgine nu conțin.

3. PRINCIPIU

Izolarea substanței nesaponificabile. Separarea fracțiunii de hidrocarburi steroidale prin cromatografie în coloană pe silicagel și analiza prin cromatografie în fază gazoasă în coloană capilară.

4. APARATURĂ

4.1. Baloane adecvate de 250 ml cu un condensator cu reflux.

4.2. Pâlnii de decantare de 500 ml.

4.3. Baloane cu fund rotund de 100 ml.

4.4. Evaporator rotativ.

4.5. Coloană cromatografică de sticlă (diametru intern între 1,5 și 2,0 cm și lungime de 50 cm) cu robinet de teflon și un dop din fibră din vată de sticlă sau un disc din sticlă sinterizată la fund. Pentru a prepara coloana de silicagel, a se turna hexan în coloana cromatografică până la înălțimea de aproximativ 5 cm și apoi a se completa cu o suspensie de silicagel în hexan (15 g în 40 ml) cu ajutorul unor fracțiuni de hexan. A se lăsa să se depună și a se termina depunerea prin aplicarea unei ușoare vibrații. A se adăuga sulfat de sodiu anhidru până la o înălțime de aproximativ 0,5 cm și la sfârșit a se elua hexanul în exces.

4.6. Cromatograf în fază gazoasă cu detector de ionizare a flăcării, injector cu splitare sau injector pe coloană rece «on-column» și cuptor programabil între ± 1 °C.

4.7. Coloană capilară din silice topită pentru cromatografia în fază gazoasă (diametru intern de 0,25 sau 0,5 mm și lungime de 25 m), acoperită cu fază de fenilmetilsilicon 5 %, cu grosime a peliculei de 0,25 mm.

Nota 1:

Pot fi utilizate alte coloane cu polaritate similară sau mai scăzută.

- 4.8. Integrator-înregistrator care permite o integrare vale-vale.
- 4.9. Microseringă de 5-10 ml pentru cromatografie în fază gazoasă cu ac cimentat.
- 4.10. Manta de încălzire electrică sau placă de încălzire.

5. REACTIVI

Toți reactivii trebuie să fie puri, în lipsa unor indicații contrare. Apa utilizată trebuie să fie apă distilată sau apă cu o puritate cel puțin echivalentă.

- 5.1. Hexan sau amestec de alcani cu intervalul de fierbere între 65 și 70 °C, distilat cu coloană de rectificare.

Nota 2:

Solventul trebuie distilat pentru a îndepărta impuritățile.

- 5.2. Etanol v/v 96.
- 5.3. Sulfat de sodiu anhidru.
- 5.4. Soluție de 10 % de hidroxid de potasiu alcoolic. A se adăuga 10 ml de apă la 50 g de hidroxid de potasiu, a se amesteca și apoi a se dizolva amestecul în etanol până la obținerea a 500 ml de soluție.

Nota 3:

Potasa alcoolică devine cafenie în repaus. Trebuie preparată proaspăt în fiecare zi și păstrată în vase de sticlă neagră bine astupate.

- 5.5. Silicagel 60 pentru cromatografie în coloană, 70 - 230 mesh (Merck, referința 7734 sau similară).

Nota 4:

De obicei, silicagelul poate fi utilizat direct din recipient fără vreun tratament prealabil. Cu toate acestea, unele loturi de silicagel pot avea o activitate scăzută din cauza unei insuficiente separări cromatografice. În acest caz, silicagelul ar trebui tratat în modul următor: a se dezactiva prin încălzire timp de cel puțin 4 ore la 550 °C. După încălzire, a se plasa silicagelul într-un exsicator până la răcire și apoi a se transfera silicagelul într-un balon închis. A se adăuga 2 % apă și a se agita până la dispariția bulgărilor și obținerea unei pulberi care plutește liber.

În cazul în care pentru unele loturi de silicagel rezultă cromatograme cu valori de vârf care interferează, silicagelul trebuie tratat după metoda indicată mai sus. O alternativă ar putea fi utilizarea unui alt silicagel extrapur 60 (Merck, referința 7754).

- 5.6. Soluție-mamă (200 ppm) de colest-3,5-dienă (Sigma, puritate 99 %) în hexan (10 mg în 50 ml).
- 5.7. Soluție standard de colest-3,5-dienă în hexan la o concentrație de 20 ppm, obținută prin diluarea soluției de mai sus.

Nota 5:

Soluțiile de la punctele 5.6 și 5.7 sunt stabile pentru o perioadă de cel puțin patru luni în cazul în care sunt păstrate la mai puțin de 4 °C.

- 5.8. Soluție de n-nonacosan în hexan la o concentrație de aproximativ 100 ppm.
- 5.9. Gaz purtător pentru cromatografie: heliu sau hidrogen cu puritate de de 99,9990 %.
- 5.10. Gaze auxiliare pentru detectorul de ionizare cu flacără: hidrogen cu puritate 99,9990 % și aer purificat.

6. MOD DE LUCRU

6.1. Prepararea substanței nesaponificabile

- 6.1.1. A se cântări $20 \pm 0,1$ g de ulei într-un balon de 250 ml (punctul 4.1), a se adăuga 1 ml din soluția standard de colest-3,5-dienă (20 μg) și 75 ml de potasă alcoolică la 10 %, a se instala condensatorul cu reflux și a se încălzi menținând o fierbere moderată timp de 30 de minute. A se îndepărta de sursa de căldură balonul care conține eșantionul și a se permite răcirea ușoară a soluției (a nu se permite răcirea completă, întrucât eșantionul se va depune). A se adăuga 100 ml de apă și a se transfera soluția într-o pâlnie separatoare (punctul 4.2) cu ajutorul a 100 ml de hexan. A se agita puternic amestecul timp de 30 de secunde și a se permite formarea diferitelor straturi.

Nota 6:

În cazul în care se formează o emulsie care nu dispare rapid, a se adăuga mici cantități de etanol.

- 6.1.2. A se transfera faza apoasă de dedesubt într-o a doua pâlnie separatoare și a se extrage din nou cu 100 ml de hexan. A se recupera din nou faza inferioară și a se spăla extractele de hexan (regrupate într-o altă pâlnie de separare) de trei ori, de fiecare dată cu 100 ml dintr-un amestec etanol-apă (1: 1) până se ajunge la un pH neutru.
- 6.1.3. A se trece soluția de hexan prin sulfat de sodiu anhidru (50 g), a se spăla cu 20 ml hexan și a se usca într-un evaporator rotativ la 30 °C la presiune redusă.
- 6.2. **Separarea fracțiunii de hidrocarbură steroidală**
- 6.2.1. A se așeza reziduu în coloana de fracționare cu ajutorul a două fracțiuni de 1 ml de hexan, a se scurge eșantionul de-a lungul coloanei permițând scăderea nivelului soluției până deasupra sulfatului de sodiu și a se începe eluția cromatografică cu hexan la un debit de aproximativ 1 ml/min. A se elimina primii 25-30 ml de eluat și apoi a se colecta următoarea fracțiune de 40 ml. După colectare, a se transfera această fracțiune într-un balon cu fundul rotund de 100 ml (punctul 4.3).

Nota 7:

Prima fracțiune conține hidrocarburi saturate (figura 1 a) și a doua fracțiune pe cele steroidale. Continuând eluția, se obțin squalen și compuși înrudiți. Pentru a obține o bună separare între hidrocarburile saturate și cele steroidale, este necesară optimizarea volumelor fracțiunilor. Pentru aceasta, volumul primei fracțiuni ar trebui ajustat astfel încât, atunci când a doua fracțiune este analizată, valorile de vârf care reprezintă hidrocarburile saturate să fie scăzute (a se vedea figura 1 c); în cazul în care acestea nu apar, dar intensitatea valorii de vârf standard este scăzută, trebuie redus volumul. Oricum, nu este necesară o separare completă între componentii primei și celei de a doua fracțiuni, dat fiind că nu există o suprapunere a valorilor de vârf în timpul analizei prin cromatografie în fază gazoasă, dacă condițiile CG sunt adaptate în conformitate cu punctul 6.3.1. Optimizarea volumului celei de-a doua fracțiuni este, în general, inutilă, întrucât se obține o bună separare cu ajutorul componentelor următoare. Cu toate acestea, prezența unei valori de vârf ridicate la un timp de retenție cu aproximativ 1,5 minute mai redus decât cel standard se datorează squalenului și indică o separare insuficientă.

- 6.2.2. A se evapora a doua fracțiune într-un evaporator rotativ la 30 °C și la o presiune redusă până la uscare și a se dizolva imediat reziduu în 0,2 ml de hexan. A se păstra soluția la frigider până la analiză.

Nota 8:

Reziduurile menționate la punctele 6.1.3 și 6.2.2 nu trebuie păstrate uscate și la temperatura camerei. Imediat ce sunt obținute, ar trebui adăugat solvenul și soluțiile ar trebui păstrate la frigider.

6.3. Cromatografie în fază gazoasă**6.3.1. Condiții de lucru pentru injectare cu splitare:**

- temperatura injectorului: 300 °C;
- temperatura detectorului: 320 °C;
- integrator-înregistrator: parametrii pentru integrare trebuie fixați astfel încât să se permită o evaluare corectă a suprafețelor. Este recomandat modul de integrare vale-vale;
- sensibilitate: aproximativ de 16 ori atenuarea minimă;
- cantitatea de soluție injectată: 1 μl;
- temperaturi de programare a cuptorului: temperatura inițială 235 °C timp de șase minute și apoi crescând cu 2 °C/minut până la 285 °C;
- injector cu divizor de debit 1: 15;
- purtător: heliu sau hidrogen la o presiune de aproximativ 120 kPa.

Aceste condiții pot fi modificate în funcție de caracteristicile cromatografului și ale coloanei, pentru ca cromatogramele să îndeplinească următoarele cerințe: formarea valorii de vârf standard interne în aproximativ cinci minute din timpul indicat la punctul 6.3.2; valoarea de vârf standard internă trebuie să se întindă pe cel puțin 80 % din scara totală.

Sistemul de cromatografie în fază gazoasă ar trebui să fie controlat prin injectarea unui amestec din soluția-mamă de colestadienă (punctul 5.6) și din soluția de n-nonacosan (punctul 5.8). Valoarea de vârf a colestadienului trebuie să apară înainte de cea a n-nonacosanului (figura 1c); în cazul în care aceasta nu apare, se pot lua două măsuri: reducerea temperaturii cuptorului și/sau utilizarea unei coloane mai puțin polare.

6.3.2. Identificarea valorilor de vârf

Valoarea de vârf standard internă apare la aproximativ 19 minute și 3,5-stigmastadiena la un timp de retenție relativ de aproximativ 1,29 (a se vedea figura 1b). 3,5-Stigmastadiena este însoțită de cantități mici de izomer și, în general, ambele produc o valoare de vârf cromatografică unică. Cu toate acestea, în cazul în care coloana este prea polară sau prezintă o putere de rezoluție prea mare, izomerul poate apărea ca o valoare de vârf scăzută înaintea și apropiată de cea a stigmasta-3,5-dienei (figura 2). Pentru a se asigura faptul că stigmastadienele produc o valoare de vârf unică, este recomandabil să se înlocuiască coloana cu una care este mai puțin polară sau are un diametru intern mai mare.

Nota 9:

Stigmastadienele de referință pot fi obținute din analiza unui ulei vegetal rafinat prin utilizarea unei cantități mai reduse din eșantion (1-2 g). Stigmastadienele produc o valoare de vârf proeminentă și ușor de identificat.

6.3.3. Analiză cantitativă

Conținutul de stigmastadiene este determinat în conformitate cu formula:

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

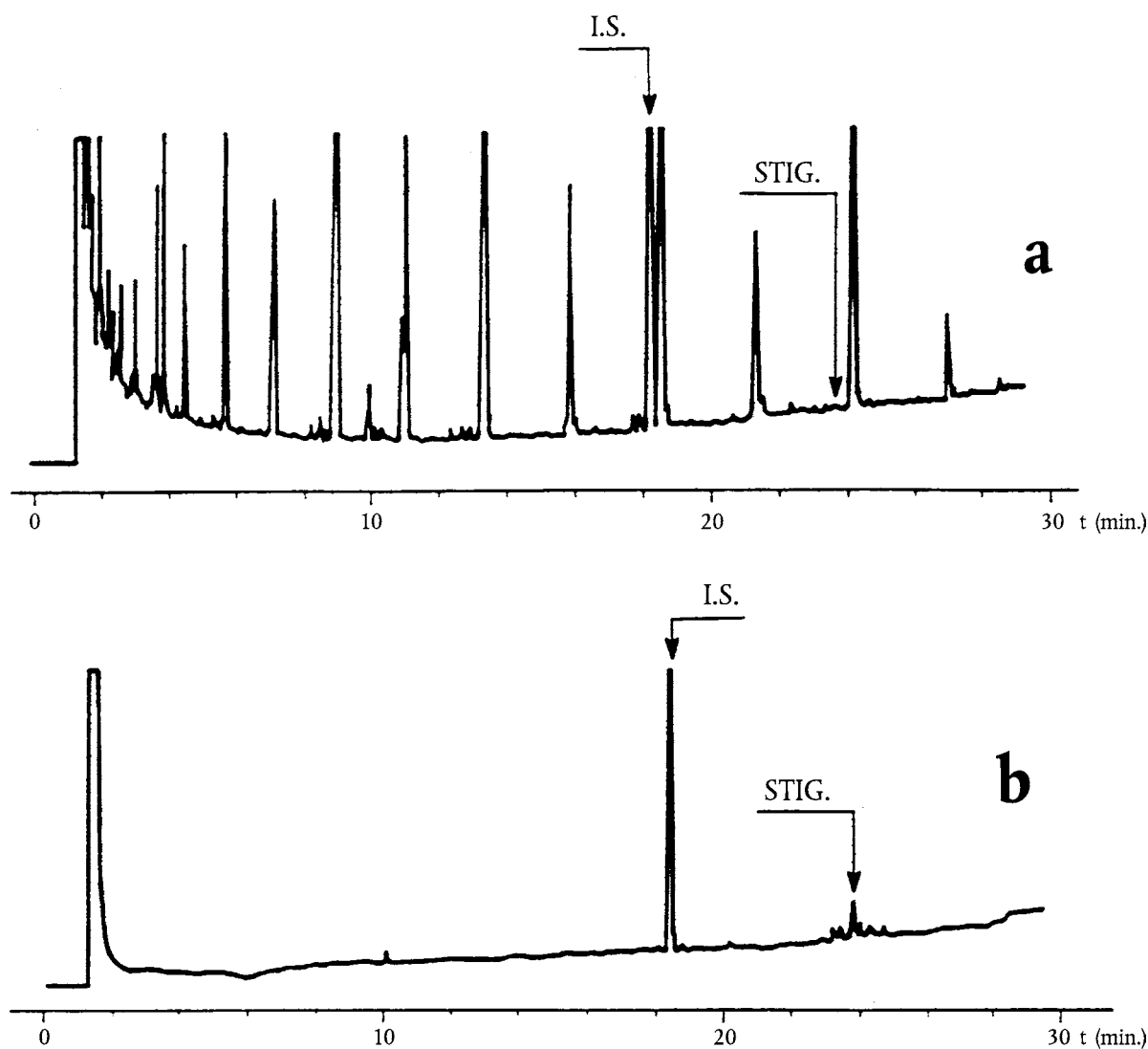
unde: A_s = suprafața valorii de vârf a stigmastadienelor (în cazul în care valoarea de vârf este separată în doi izomeri, suma suprafețelor celor două valori de vârf);

A_c = suprafața standardului intern (colestadienă);

M_c = masa de standard adăugată, în micrograme;

M_o = masa uleiului prelevat, în grame.

Limita de detecție: aproximativ 0,01 mg/kg.”



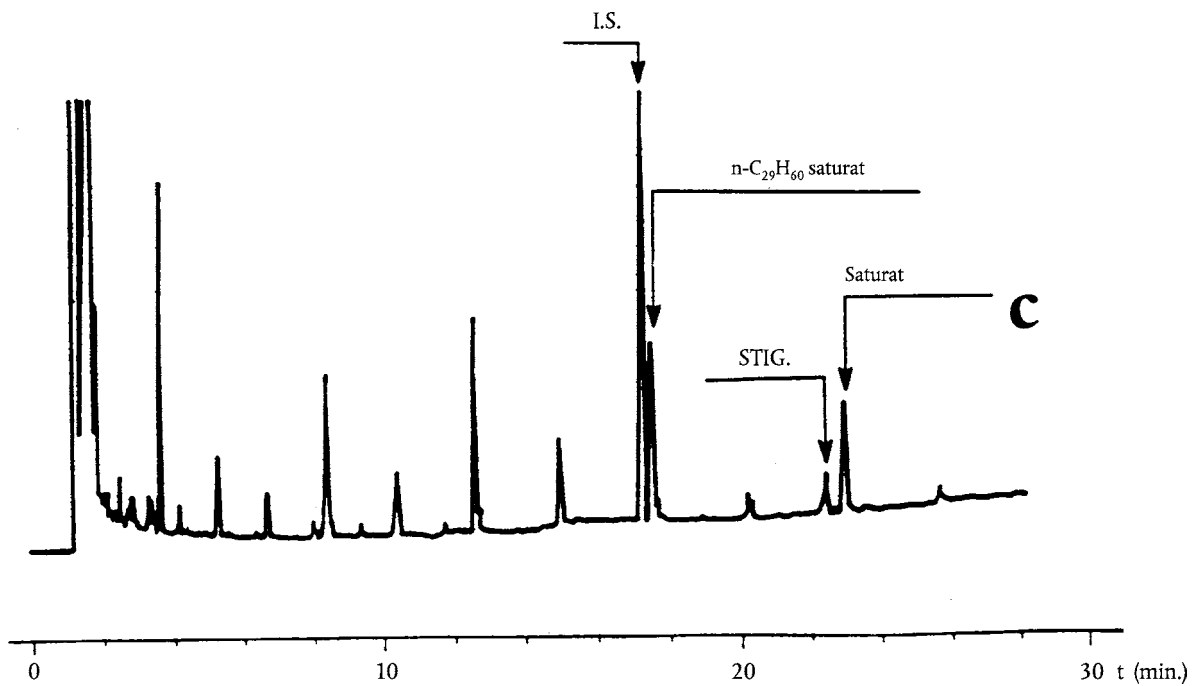


Figura 1

Cromatograme (cromatografii în fază gazoasă) obținute prin analiza eșantioanelor de ulei de măsline pe o coloană capilară cu silice topită (diametru intern de 0,25 mm și lungime de 25 m), acoperită cu fenilmetilsilicon 5 %, cu o grosime a peliculei de 0,25 μm.

- (a) Prima fracțiune (30 ml) dintr-un ulei virgin, eluat cu etalon.
- (b) A doua fracțiune (40 ml) dintr-un ulei de măsline conținând 0,10 mg/kg de stigmastadiene.
- (c) A doua fracțiune (40 ml) conținând o mică proporție din prima fracțiune.

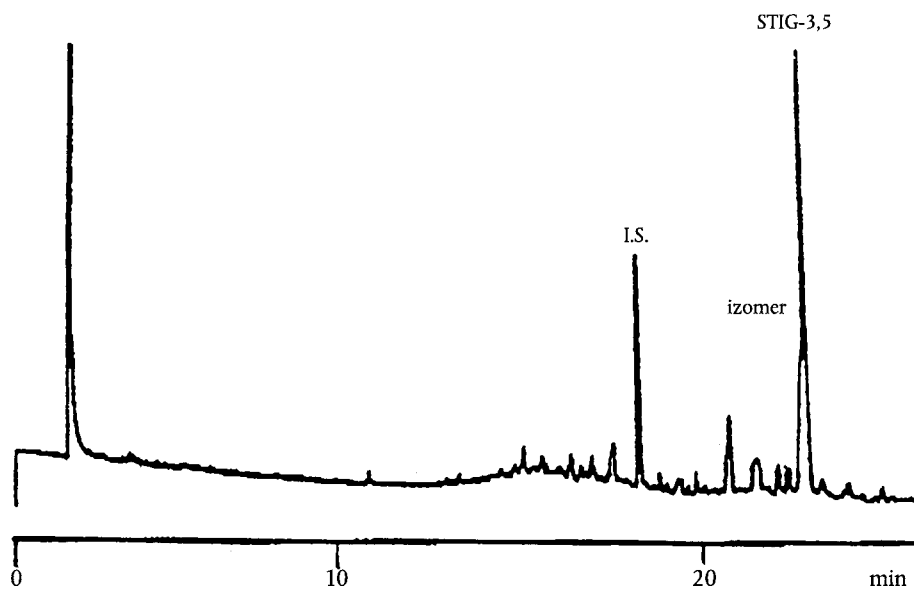


Figura 2

Cromatogramă în fază gazoasă obținută dintr-un eșantion de ulei de măsline rafinat analizat pe o coloană DB-5 pe care figurează izomerul de 3,5-stigmastadienă.

ANEXA II

- „2. A. La pozițiile nr. 1509 și 1510 sunt încadrate numai uleiurile derivate exclusiv din tratarea măslinelor, ale căror caracteristici analitice cu privire la conținutul de acizi grași și steroli sunt următoarele:

Tabelul I

Conținut de acizi grași ca procentaj din acizii grași totali

Acizi grași	Procentaje
Acid miristic	M 0,05
Acid linolenic	M 0,9
Acid arahidic	M 0,6
Acid eicosenic	M 0,4
Acid behenic ⁽¹⁾	M 0,3
Acid lignoceric	M 0,2

⁽¹⁾ M 0,2 pentru uleiurile de la poziția nr. 1509.

M = maximum

Tabelul II

Conținut de steroli ca procentaj din sterolii totali

Steroli	Procentaje
Colesterol	M 0,5
Brassicasterol ⁽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 până la 31.10.1995

⁽²⁾ Condiție care nu este valabilă pentru uleiul de măslină virgin lampant (subpoziția 1509 10 10) și pentru uleiul brut din resturi de măslină (subpoziția 1510 00 10).

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

m = minimum

M = maximum

La pozițiile nr. 1509 și 1510 nu sunt încadrate uleiurile de măslină modificate chimic (în special uleiurile de măslină reesterificate) și amestecurile de ulei de măslină cu alte uleiuri. Prezența uleiului de măslină reesterificat sau a altor uleiuri este stabilită prin utilizarea metodelor descrise în anexele V, VII, X A și X B la Regulamentul 2568/91.

- B. La subpoziția 1509 10 sunt încadrate numai uleiurile de măslină definite la secțiunile I și II de mai jos obținute numai prin procedee mecanice sau prin alte procedee fizice în condiții, în special cele termice, care nu duc la alterarea uleiului și care nu au fost supuse altui tratament în afara spălării, decantării, centrifugării sau filtrării. Uleiurile obținute din măslină cu ajutorul solvenților fac obiectul poziției nr. 1510.
- I. În sensul subpoziției 1509 10 10, «ulei de» măslină virgin lampant, indiferent de aciditate, înseamnă ulei de măslină cu:
- un conținut de ceruri de cel mult 350 mg/kg;
 - un conținut de eritrodiole și uvaol de cel mult 4,5 %;
 - un conținut de acizi grași saturați în poziția 2 a trigliceridelor de cel mult 1,3 %;
 - suma izomerilor transoleici de cel mult 0,10 % și suma izomerilor translinoleici + translinolenici de cel mult 0,10 %

și

- (e) una din următoarele caracteristici:
1. un număr de peroxid de cel puțin 20 miliechivalenți O_2/kg ;
 2. un conținut de solvenți halogenați volatili de cel puțin 0,20 mg/kg sau de cel puțin 0,10 mg/kg pentru cel puțin unul dintre ei;
 3. un coeficient de extincție K_{270} de cel puțin 0,250 și, după tratarea uleiului cu alumină activată, de cel mult 0,11. De fapt, unele uleiuri cu un conținut de acizi grași liberi, exprimat în acid oleic, mai mare de 3,3 g pe 100 g, pot avea, după trecerea pe alumină activată, în conformitate cu metoda stabilită în anexa IX la Regulamentul (CEE) nr. 2568/91, un coeficient de extincție K_{270} mai mare de 0,10. În acest caz, după neutralizare și decolorare în laborator, în conformitate cu metoda stabilită în anexa XIII la regulamentul menționat mai sus, acestea trebuie să aibă următoarele caracteristici:
 - un coeficient de extincție K_{270} de cel mult 1,20;
 - o variație (ΔK) a coeficientului de extincție aproape de 270 nm, mai mare de 0,01, dar cel mult de 0,16, adică:

ΔK	= $K_m - 0,5 (K_{m-4} + K_{m+4})$,
K_m	= coeficientul de extincție la lungimea de undă din punctul maxim al curbei de absorbție în apropiere de 270 nm,
K_{m-4} și K_{m+4}	= coeficienți de extincție la lungimi de undă mai mici și mai mari de 4 nm decât aceea în K_m ;
 4. caracteristici organoleptice care determină apariția defectelor perceptibile cu o intensitate mai mare decât limita de acceptabilitate, cu un rezultat de analiză senzorială mai mic de 3,5 în conformitate cu anexa XII la Regulamentul (CEE) nr. 2568/91;
 5. un conținut de stigmastadiene de cel mult 0,50 mg/kg.

II. În sensul subpoziției 1509 10 90, «ulei de măsline virgin» înseamnă ulei de măsline cu următoarele caracteristici:

- (a) o aciditate, exprimată în acid oleic, de cel mult 3,3 g/100 g;
- (b) un număr de peroxid de cel mult 20 miliechivalenți O_2/kg ;
- (c) un conținut de ceruri de cel mult 250 mg/kg;
- (d) un conținut de solvenți halogenați volatili totali de cel mult 0,20 mg/kg sau de cel mult 0,10 mg/kg pentru fiecare dintre solvenți;
- (e) un coeficient de extincție K_{270} de cel mult 0,250 și, după tratarea uleiului cu alumină activată, de cel mult 0,10;
- (f) o variație a coeficientului de extincție (ΔK) de aproximativ 270 nm, de cel mult 0,01;
- (g) caracteristici organoleptice care determină chiar apariția unor defecte perceptibile cu o intensitate mai mică decât limita de acceptabilitate, cu un rezultat de analiză senzorială de cel puțin 3,5 în conformitate cu anexa XII la Regulamentul (CEE) nr. 2568/91;
- (h) un conținut de eritrodol și uvaol de cel mult 4,5 %;
- (ij) un conținut de acizi grași saturați în poziția 2 a trigliceridelor de cel mult 1,3 %;
- (k) suma izomerilor transoleici de cel mult 0,05 % și suma izomerilor translinoleici + translinolenici de cel mult 0,05 %;
- (l) un conținut de stigmastadiene de cel mult 0,15 mg/kg

C. La subpoziția 1509 90 este încadrat uleiul de măsline obținut prin tratarea uleiurilor de măsline încadrate la subpozițiile 1509 10 10 și/sau 1509 10 90, chiar îndoit cu ulei de măsline virgin, care prezintă caracteristicile următoare:

- (a) o aciditate, exprimată în acid oleic, de cel mult 1,5 g/100 g;
- (b) un conținut de ceruri de cel mult 350 mg/kg;
- (c) un coeficient de extincție K_{270} (100) de cel mult 1,0;
- (d) o variație a coeficientului de extincție (ΔK), de aproximativ 270 nm, de cel mult 0,13;
- (e) un conținut de eritrodol și uvaol de cel mult 4,5 %;
- (f) un conținut de acizi grași saturați în poziția 2 a trigliceridelor de cel mult 1,5 %;
- (g) suma izomerilor transoleici de cel mult 0,20 % și suma izomerilor translinoleici + translinolenici de cel mult 0,30 %;

- D. În sensul subpoziției 1510 00 10, «uleiuri brute» înseamnă uleiuri, în special uleiuri din resturi de măslina, care prezintă următoarele caracteristici:
- (a) o aciditate, exprimată în acid oleic, de cel puțin 2 g/100 g;
 - (b) un conținut de eritrodiol și uvaol de cel puțin 12 %;
 - (c) un conținut de acizi grași saturați în poziția 2 a trigliceridelor de cel mult 1,8 %;
 - (d) suma izomerilor transoleici de cel mult 0,20 % și suma izomerilor translinoleici + translinolenici de cel mult 0,10 %.
- E. La subpoziția 1510 00 90 sunt încadrate uleiuri obținute prin tratarea uleiurilor încadrate la subpoziția 1510 00 10, chiar îndoite cu ulei de măslina virgin, și uleiuri care nu prezintă caracteristicile uleiurilor menționate la notele complementare 2 B, 2 C și 2 D. Uleiurile care fac obiectul prezentei subpoziții trebuie să aibă un conținut de acizi grași saturați la poziția 2 a trigliceridelor de cel mult 2,0 %, suma izomerilor transoleici sub 0,40 % și suma izomerilor translinoleici + translinolenici sub 0,35 %.
3. La subpozițiile 1522 00 31 și 1522 00 39 nu se încadrează:
- (a) reziduuri care rezultă din tratarea substanțelor grase care conțin ulei cu un indice de iod, determinat în conformitate cu metoda stabilită în anexa XVI la Regulamentul (CEE) nr. 2568/91, mai mic de 70 sau mai mare de 100;
 - (b) reziduuri care rezultă din tratarea substanțelor grase care conțin ulei cu un indice de iod cuprins între 70 și 100, dar a cărui suprafață a valorii de vârf cu un volum de retenție a beta-sitosterolului ⁽¹⁾, determinată în conformitate cu anexa V la Regulamentul (CEE) nr. 2568/91, reprezintă mai puțin de 93,0 % din suprafața totală a valorilor de vârf ale sterolilor.
4. Metodele de analiză care trebuie folosite pentru determinarea caracteristicilor produselor în cauză menționate anterior sunt cele prevăzute în anexele la Regulamentul (CEE) nr. 2568/91.

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