

## I

(Actos cuya publicación es una condición para su aplicabilidad)

**REGLAMENTO (CE) N° 656/95 DE LA COMISIÓN**

de 28 de marzo de 1995

por el que se modifica el Reglamento (CEE) n° 2568/91 relativo a las características de los aceites de oliva y de los aceites de orujo de oliva y sobre sus métodos de análisis y el Reglamento (CEE) n° 2658/87 del Consejo relativo a la nomenclatura arancelaria y estadística y al arancel aduanero común

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Visto el Reglamento n° 136/66/CEE del Consejo, de 22 de septiembre de 1966, por el que se establece la organización común de mercados en el sector de las materias grasas<sup>(1)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 3179/93<sup>(2)</sup>, y, en particular, su artículo 35 *bis*,

Visto el Reglamento (CEE) n° 2658/87 del Consejo, de 23 de julio de 1987, relativo a la nomenclatura arancelaria y estadística y al arancel aduanero común<sup>(3)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 3330/94 de la Comisión<sup>(4)</sup>, y, en particular su artículo 9,

Considerando que el Reglamento (CEE) n° 2568/91 de la Comisión<sup>(5)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 2632/94<sup>(6)</sup>, define las características de los aceites de oliva y de los aceites de orujo de oliva y sus métodos de análisis; que, además, dicho Reglamento modifica las notas complementarias 2, 3 y 4 del capítulo 15 de la nomenclatura combinada que figura en el Anexo I del Reglamento (CEE) n° 2658/87;

Considerando que, a la vista de los avances de la investigación, es conveniente adaptar las características de los aceites de oliva que se definen en el Reglamento (CEE) n° 2568/91 de manera que se garantice una mayor pureza de los productos comercializados y prever el método de análisis correspondiente;

Considerando que, teniendo en cuenta la experiencia adquirida resultan necesarias ciertas adaptaciones del método de determinación del porcentaje de trilinoleína;

que, por otra parte, con objeto de proseguir la armonización con las Normas Internacionales del Consejo Oleícola Internacional, resulta oportuno adaptar determinados valores límite relativos a las características de los aceites de oliva y de los aceites de orujo de oliva;

Considerando que las modificaciones de las características de los aceites de oliva contempladas requieren la modificación de las notas complementarias 2, 3 y 4 del capítulo 15 de la nomenclatura combinada anteriormente mencionada;

Considerando que, para hacer posible un período de adaptación a las nuevas normas y el establecimiento de los medios necesarios para su aplicación y para no causar perturbaciones en las transacciones comerciales, conviene aplazar durante dos meses aproximadamente la entrada en vigor del presente Reglamento y prever un período limitado para la venta del aceite que haya sido envasado antes de dicha entrada en vigor;

Considerando que procede modificar en consecuencia los Reglamentos (CEE) n° 2658/87 y 2568/91, cuyo Anexo XIV ha modificado dichas notas complementarias;

Considerando que las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité de gestión de las materias grasas,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

*Artículo 1*

El Reglamento (CEE) n° 2568/91 quedará modificado como sigue:

1) En el artículo 2 se añadirá el guión siguiente:

«—para determinar los estigmastadienos, el método recogido en el Anexo XVII.»

2) Los Anexos quedarán modificados de conformidad con el Anexo I del presente Reglamento.

<sup>(1)</sup> DO n° 172 de 30. 9. 1966, p. 3025/66.

<sup>(2)</sup> DO n° L 285 de 20. 11. 1993, p. 9.

<sup>(3)</sup> DO n° L 256 de 7. 9. 1987, p. 1.

<sup>(4)</sup> DO n° L 350 de 31. 12. 1994, p. 51.

<sup>(5)</sup> DO n° L 248 de 5. 9. 1991, p. 1.

<sup>(6)</sup> DO n° L 280 de 29. 10. 1994, p. 43.

*Artículo 2*

Las notas complementarias 2, 3 y 4 del capítulo 15 de la nomenclatura combinada que figuran en el Anexo I del Reglamento (CEE) nº 2658/87 serán sustituidas por el texto que figura en el Anexo II del presente Reglamento.

*Artículo 3*

El presente Reglamento entrará en vigor el sexagésimo día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

No será aplicable a los aceites de oliva y de orujo de oliva envasados antes de dicha fecha y que se comercialicen hasta el final del décimo mes siguiente a dicha entrada en vigor.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 28 de marzo de 1995.

*Por la Comisión*

Franz FISCHLER

*Miembro de la Comisión*

## ANEXO I

1. En el índice de Anexos del Reglamento (CEE) nº 2568/91, se añadirá el título siguiente:  
 «Anexo XVII: método para la determinación de estigmastadienos en los aceites vegetales ..... 84.»
2. El Anexo I se sustituirá por los cuadros y el texto siguientes:

## «ANEXO I

## CARACTERÍSTICAS DE LOS ACEITES DE OLIVA

Categoría	Acidez %	Índice de peróxidos meq O <sub>2</sub> /kg	Solventes halogenados mg/kg (1)	Ceras mg/kg	Ácidos grasos saturados en posición 2 de los triglicéridos %	Estigmastadienos (2) mg/kg	Eritrodol + tivalal %	Trilino-leína %	Colesterol %	Brassicasterol %	Campesterol %	Estigmasterol %	Beta-sitosterol (3) %	Delta-7-Estigmasterol %	Esteroles totales mg/kg
1. Aceite de oliva virgen 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. Aceite de oliva virgen	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. Aceite de oliva virgen corriente	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. Aceite de oliva virgen 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. Aceite de oliva refinado	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. Aceite de oliva	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. Aceite de orujo de oliva crudo	m 2,0	—	—	—	M 1,8	M 0,5	m 12	M 0,7	M 0,5	M 0,1	M 4,0	—	m 93,0	M 0,5	m 2500
8. Aceite de orujo de oliva refinado	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. Aceite de orujo de oliva	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

M = máximo, m = mínimo.

(1) Contenido total de compuestos detectados mediante captura de electrones.

Para cada uno de los componentes el límite máximo es de 0,10 mg/kg.

(2) Suma de isómeros que podrían (o no podrían) separarse mediante una columna capilar.

(3) Delta-5-23-Estigmastadienol + Clerosterol + Sitosterol + Sitostanol + delta-5-Avenasterol + delta-5-Estigmasterol + delta-5-24-Estigmastadienol.

Nota:

Para descalificar un aceite bastará con que una sola de las características no se ajuste a los límites fijados.

Categoría	Contenido de ácidos						Sumas (de los) isómeros transoléticos	Suma (de los) isómeros transoléticos y translinolénicos %	K <sub>232</sub>	K <sub>270</sub>	K <sub>270</sub> después de pasar por alúmina	Delta-K	Panel test
	Mirístico %	Linolénico %	Araquídico %	Icosanoico %	Behénico %	Lignocérico %							
1. Aceite de oliva virgen 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. Aceite de oliva virgen	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. Aceite de oliva virgen corriente	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. Aceite de oliva virgen 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. Aceite de oliva 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. Aceite de oliva	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. Aceite de orujo de oliva crudo	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. Aceite de orujo de oliva 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. Aceite de orujo de oliva	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:

Para descalificar un aceite bastará con que una sola de las características no se ajuste a los límites fijados.

Para la determinación de la pureza, en caso de que el K<sub>270</sub> sobrepase el límite establecido para la categoría correspondiente, deberá efectuarse una nueva determinación del K<sub>270</sub> después de ser tratados con alúmina. \*

3. La nota 5 del Anexo VIII se sustituirá por el texto siguiente :

« *Nota 5 :*

En el caso de los aceites vírgenes lampantes y de los aceites de orujo de oliva brutos, para obtener una buena separación del pico de la trilinoleína de los picos adyacentes o de posibles sustancias interferentes, se debe purificar previamente el aceite según la metodología siguiente :

Se lleva a cabo la absorción de 200 µl de aceite sin diluir en una columnita de sílice sólida para extracción de líquido (tipo SEP PAK sílica cartridge-waters part. n° 51900).

La elución de los triglicéridos se efectúa con 20 ml de hexano anhidro para HPLC en un tiempo máximo de 20 segundos.

El producto eluido se seca en una corriente de nitrógeno y se recoge con isopropanol o acetona (5 ml). Se inyectan entre 10 y 20 µl en HPLC. Es necesario comprobar que la composición de ácidos grasos del aceite sea la misma antes y después de la purificación, dentro de los límites de error del método analítico adoptado. »

4. Se añadirá el Anexo XVII siguiente :

• *ANEXO XVII*

**MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE ESTIGMASTADIENOS EN LOS ACEITES VEGETALES**

1. **OBJETIVOS**

Determinación de estigmastadienos en los aceites vegetales que presentan bajas concentraciones de dichos hidrocarburos, particularmente en el aceite de oliva virgen y en el aceite de orujo de oliva sin refinar.

2. **APLICACIÓN**

Se trata de una norma aplicable a cualquier aceite de origen vegetal, teniendo en cuenta que únicamente se obtendrán medidas fiables cuando el contenido de estos hidrocarburos se halle incluido en un margen de 0,01 a 4,0 mg/kg. El método resulta especialmente adecuado para detectar la presencia de aceites vegetales refinados (aceites de oliva, orujo de oliva, girasol, palma, etc.) en el aceite de oliva virgen, dado que los aceites refinados contienen estigmastadienos y los aceites vírgenes no.

3. **FUNDAMENTO**

Aislamiento de la materia insaponificable. Separación de la fracción de hidrocarburos esteroideos mediante cromatografía en columna de gel de sílice y análisis mediante cromatografía de gases en columna capilar.

4. **INSTRUMENTAL**

- 4.1. Matraces de 250 ml aptos para colocarles un refrigerante de reflujo.
- 4.2. Embudos de decantación con capacidad para 500 ml.
- 4.3. Matraces de fondo redondo de 100 ml.
- 4.4. Rotavapor.
- 4.5. Columna de vidrio para cromatografía (1,5-2,0 cm de diámetro interno por 50 cm de longitud) provista de una llave de teflón y con una torunda de lana de vidrio o un disco de vidrio unterizado en el fondo. Para preparar la columna de gel de sílice se vierte hexano en la columna de cromatografía hasta que alcance una altura de aproximadamente 5 cm, llenándose a continuación con una papilla de gel de sílice en hexano (15 g en 40 ml) mediante la ayuda de varias porciones de hexano. Se deja sedimentar la mezcla en reposo, completándose la sedimentación aplicando una ligera vibración. Añadir sulfato sódico anhidro hasta una altura de aproximadamente 0,5 cm y finalmente eluir el exceso de hexano.
- 4.6. Cromatógrafo de gases equipado con detector de ionización de llama, inyector con división de flujo u « cold on -column » y horno programable con precisión de  $\pm 1$  °C.
- 4.7. Columna capilar de sílice fundida (0,25 o 0,32 mm de diámetro interno  $\times$  25 m de longitud), recubierta con una película de 0,25 µm de espesor de la fase 5 %-fenilmetilsilicona.

*Nota 1.*

Pueden utilizarse otras columnas con polaridades similares o inferiores.

- 4.8. Integrador-registrador con capacidad para modo de integración valle-valle.
- 4.9. Microjeringa de 5-10 µl para cromatografía de gases con aguja fija.
- 4.10. Calentador de tipo manta o placa eléctrica.

## 5. REACTIVOS

Salvo indicación en sentido contrario, únicamente se utilizarán reactivos de calidad para análisis. Debe emplearse agua destilada o de pureza al menos equivalente.

- 5.1. Hexano o una mezcla de alcanos con un intervalo de ebullición de 65-70 °C, destilados en columna rectificadora.

*Nota 2.*

El disolvente debe destilarse para eliminar impurezas.

- 5.2. Etanol de 96 v/v.
- 5.3. Sulfato sódico anhidro.
- 5.4. Solución alcohólica de hidróxido potásico al 10 %. Añadir 10 ml de agua a 50 g de hidróxido potásico, agitar y diluir seguidamente la mezcla en etanol hasta un volumen de 500 ml.

*Nota 3.*

La potasa alcohólica toma color marrón con el tiempo. Debe prepararse diariamente y se almacenará en botellas de vidrio oscuro cerradas herméticamente.

- 5.5. Gel de sílice 60 para columna de cromatografía, de 70-230 mallas (referencia 7734 de Merck o similar).

*Nota 4.*

Por lo general, el gel de sílice puede utilizarse directamente a partir del envase sin necesidad de tratamiento. Sin embargo, algunos lotes de sílice pueden presentar baja actividad produciendo separaciones cromatográficas inadecuadas. Cuando ello ocurra debe tratarse el gel de sílice de la siguiente manera: activar el gel calentándolo a 550 °C durante un mínimo de cuatro horas. Tras el calentamiento poner el gel de sílice a enfriar en un desecador y trasvasarlo a continuación a un matraz con cierre hermético. Se añade seguidamente un 2 % de agua agitando hasta que dejen de verse grumos y el polvo fluya libremente.

Si algún lote de gel de sílice origina cromatogramas con picos que interfieran, dicho gel será sometido al tratamiento anteriormente mencionado. Puede considerarse como alternativa la utilización de gel de sílice 60 extrapuro (referencia 7754 de Merck).

- 5.6. Solución madre (200 ppm) de colest-3,5-dieno (Sigma, 99 % de pureza) en hexano (10 mg en 50 ml).
- 5.7. Solución patrón de colest-3,5-dieno en hexano con una concentración de 20 ppm, que se obtiene diluyendo la solución anterior.

*Nota 5.*

Si se mantiene la temperatura por debajo de 4 °C, las soluciones 5.6 y 5.7 permanecerán inalteradas durante un mínimo de 4 meses.

- 5.8. Solución de n-nonacosano en hexano con una concentración aproximada de 100 ppm.
- 5.9. Gas portador para cromatografía: helio o hidrógeno de 99,9990 % de pureza.
- 5.10. Gases auxiliares para el detector de ionización de llama: aire purificado e hidrógeno de 99,9990 % de pureza.

## 6. METODOLOGÍA

## 6.1. Preparación de la materia insaponificable:

- 6.1.1. Pesar  $20 \pm 0,1$  g de aceite en un matraz de 250 ml (4.1), añadir 1 ml de solución patrón de colest-3,5-dieno (20 µg) y 75 ml de potasa alcohólica al 10 %, colocar un refrigerante de reflujo y calentar a ebullición suave durante 30 minutos. Retirar de la fuente de calor el matraz con la muestra y dejar enfriar ligeramente la solución (el enfriamiento no debe ser total para evitar la decantación de la muestra). Añadir 100 ml de agua y pasar la solución a un embudo de decantación (4.2) con ayuda de 100 ml de hexano. Agitar energicamente durante 30 segundos y dejar decantar.

*Nota 6.*

Si se produce emulsión, que no desaparece rápidamente, añadir pequeñas cantidades de etanol.

- 6.1.2. Pasar la fase acuosa inferior a un segundo embudo de decantación y someterla nuevamente a extracción con 100 ml de hexano. Separar nuevamente la fase inferior y lavar los extractos de hexano (mezclándolos en otro embudo de decantación) con tres porciones de 100 ml cada una de una mezcla de agua y etanol (1 : 1) hasta obtener un pH neutro.
- 6.1.3. Pasar la solución de hexano a través de sulfato sódico anhidro (50 g), lavar con 20 ml de hexano y evaporar a 30 °C y presión reducida en un rotavapor hasta sequedad.
- 6.2. **Separación de la fracción de hidrocarburos esteroideos :**

- 6.2.1. Introducir el residuo en la columna de fraccionamiento con ayuda de dos porciones de 1 ml de hexano, distribuir la muestra en la columna dejando que el nivel de solución descienda hasta la parte superior del sulfato de sodio y comenzar la elución cromatográfica con hexano a un flujo aproximado de 1 ml/min. Desechar los primeros 25-30 ml de eluido y recoger la fracción siguiente de 40 ml. Después, pasar esta fracción a un matraz de fondo redondo de 100 ml (4.3).

*Nota 7.*

La primera fracción contiene los hidrocarburos saturados (cf. Figura 1a) y la segunda fracción los esteroideos. Al proseguir con la elución se obtiene escualeno y otros compuestos relacionados. Para poder obtener una buena separación entre los hidrocarburos saturados y los esteroideos, es necesario optimizar los volúmenes de las fracciones. A tal efecto se debe ajustar el volumen de la primera fracción de tal manera que cuando se analice la segunda, los picos correspondientes a los hidrocarburos saturados sean bajos (cf. Figura 1c); cuando estos no aparezcan pero la intensidad del pico correspondiente al patrón sea reducida, debe disminuirse el volumen. De todas formas, puesto que no se produce solapamiento de los picos durante la cromatografía de gases, no es precisa una separación completa entre los componentes de la primera y segunda fracciones siempre que las condiciones de la CG estén ajustadas como se indica en 6.3.1. Por lo general no es necesario optimizar el volumen de la segunda fracción, puesto que existe una buena separación con los componentes que eluyen posteriormente. Sin embargo, la presencia de un pico importante a 1,5 min, aproximadamente, por debajo del tiempo de retención del patrón se debe al escualeno y revela una mala separación.

- 6.2.2. Evaporar la segunda fracción en rotavapor a 30 °C y presión reducida hasta sequedad. Disolver inmediatamente el residuo en 0,2 ml de hexano y mantener la solución en el refrigerador hasta el momento de su análisis.

*Nota 8.*

Los residuos 6.1.3 y 6.2.2 no deben mantenerse en seco a temperatura ambiente. Una vez obtenidos, es necesario añadirles disolvente y almacenarlos en un refrigerador.

**6.3. Cromatografía de gases**

- 6.3.1. Condiciones de trabajo para inyección con división de flujo.

- temperatura del inyector : 300 °C,
- temperatura del detector : 320 °C.
- integrador-registrador : los parámetros de integración deben ser fijados de tal forma que la evaluación de las áreas sea correcta. La modalidad de integración valle-valle es la más recomendable,
- sensibilidad : aproximadamente 16 veces la atenuación mínima,
- cantidad de disolución inyectada : 1 µl,
- programación de la temperatura del horno : temperatura inicial constante de 235 °C durante 6 minutos, seguida de un aumento gradual de 2 °C/min hasta alcanzar 285 °C,
- inyección con una división de flujo de 1 : 15,
- gas portador : helio o hidrógeno a 120 kPa de presión.

Dichas condiciones pueden modificarse en función de las características del cromatógrafo y de la columna con objeto de obtener cromatogramas que respondan a los siguientes requisitos : Pico del patrón interno situado con una aproximación de 5 minutos en torno al tiempo citado en 6.3.2 ; el pico del patrón interno alcanzará, como mínimo, un 80 % de la escala total.

El sistema de cromatografía de gases deberá comprobarse inyectando una mezcla de la solución madre de colestadieno (5.6) y de n-nonacosano (5.8). El pico del colestadieno deberá aparecer antes que el del n-nonacosano (véase figura 1c); si esto no ocurre, pueden adoptarse dos soluciones : reducir la temperatura inicial del horno o sustituir la columna de cromatografía de gases por otra de polaridad inferior.

## 6.3.2. Identificación de picos

El pico del patrón interno aparece a un tiempo de retención de, aproximadamente, 19 minutos, y el del estigmasta-3,5-dieno lo hace a un tiempo de retención relativo de aproximadamente 1,29 (véase figura 1b). El estigmasta-3,5-dieno suele ir acompañado de pequeñas cantidades de un isómero y, por lo general, ambos originan un solo pico cromatográfico. No obstante, si la columna es demasiado polar, o tiene un gran poder de resolución, el isómero puede aparecer en forma de un pequeño pico justo antes y cerca del estigmasta-3,5-dieno (véase figura 2). En estos casos, es preciso sumar las áreas de los dos picos. Con el fin de estar seguro que los estigmastadienos eluyen como un solo pico se recomienda instituir la columna por otra de menor polaridad o de mayor diámetro interior.

*Nota 9.*

Para obtener una referencia de los estigmastadienos puede utilizarse el análisis de cualquier aceite vegetal refinado empleando menor cantidad de muestra (de 1 a 2 g). Los estigmastadienos dan lugar a un pico importante de fácil identificación.

## 6.3.3. Análisis cuantitativo

El contenido de los estigmastadienos se determina aplicando la fórmula

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

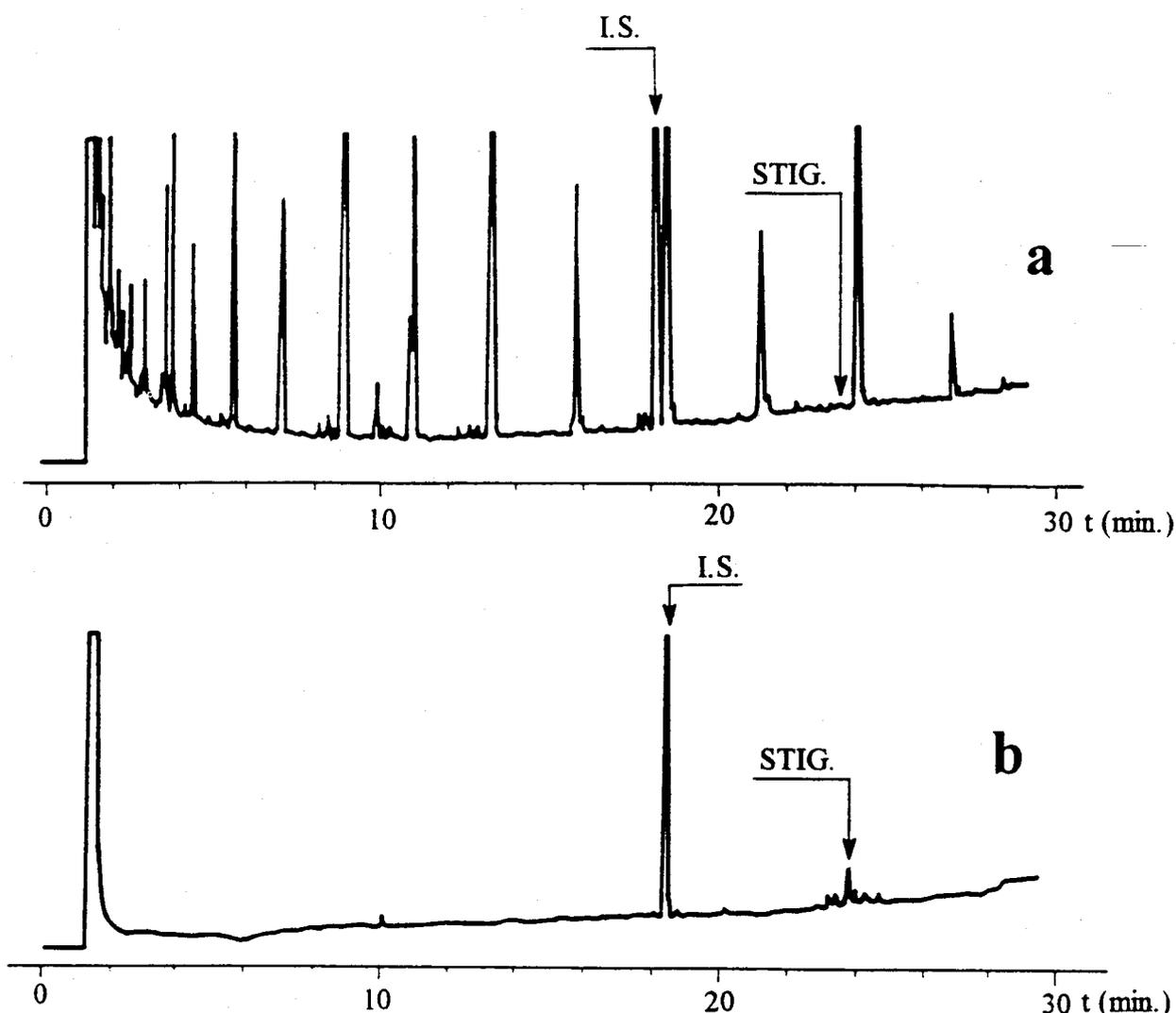
en la cual:  $A_b$  = área del pico de estigmastadienos (si el pico se halla dividido en dos picos, súmese el área de los dos picos).

$A_c$  = área del pico del patrón interno (colestadieno).

$M_c$  = peso de patrón añadido, en microgramos.

$M_o$  = peso de aceite empleado, en gramos.

Límite de detección: aproximadamente 0,01 mg/kg. ».



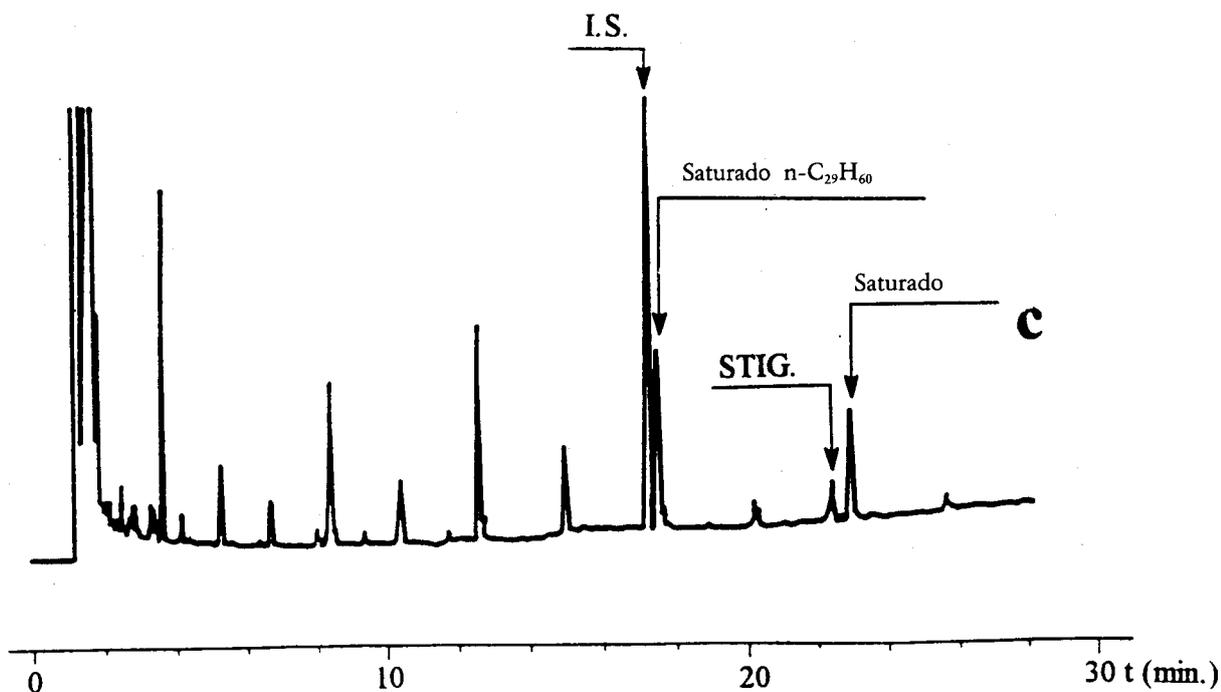


Figura 1

Cromatogramas procedentes del análisis de muestras de aceite de oliva en columna capilar de sílice fundida (0,25 mm de diámetro interno  $\times$  25 m) recubierta con una película de 0,25  $\mu$ m de grosor de 5 %-fenilmetil-silicona.

- Primera fracción (30 ml) de un aceite virgen marcado con el patrón.
- Segunda fracción (40 ml) de un aceite de oliva que contiene 0,10 mg/kg de estigmastadienos.
- Segunda fracción (40 ml) que incluye una pequeña proporción de la primera.

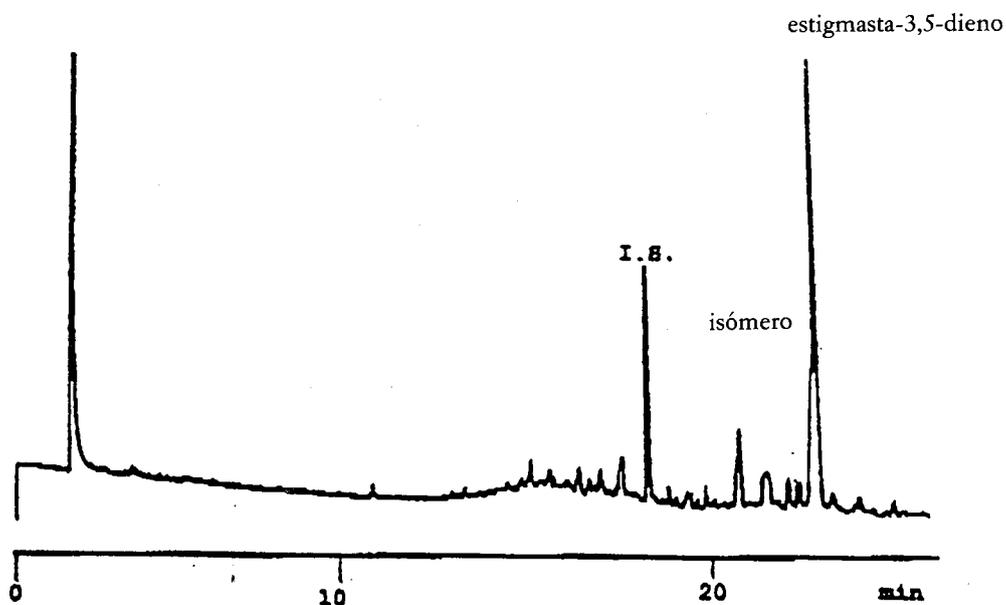


Figura 2

Cromatograma procedente del análisis de una muestra de aceite de oliva refinado en una columna DB-5, en el que se aprecia el isómero del estigmasta-3,5-dieno.

## ANEXO II

2. A. Sólo pertenecerán a las partidas n°s 1509 y 1510 aceites que procederan exclusivamente del tratamiento de la aceitunas y cuyas características analíticas relativas al contenido de ácidos grasos y esteroides sean las siguientes :

Cuadro I

## Contenido de ácidos grasos en porcentaje del total de ácidos

Ácidos grasos	Porcentajes
Ácido mirístico	M 0,05
Ácido linolénico	M 0,9
Ácido aráquico	M 0,6
Ácido eicosenoico	M 0,4
Ácido behénico (1)	M 0,3
Ácido lignocérico	M 0,2

M = máximo

(1) M 0,2 para los aceites de los códigos NC 1509.

Cuadro II

## Contenido de esteroides en porcentaje del total de esteroides

Esteroides	Porcentajes
Colesterol	M 0,5
Brasicasterol (1)	M 0,1
Campesterol	M 4,0
Estigmasterol (2)	< Campesterol
Beta-sitosterol (3)	m 93,0
Delta-7-estigmasterol	M 0,5

m = mínimo

M = máximo

(1) M 0,2 hasta el 31 de octubre de 1995.

(2) Condición no válida para el aceite de oliva virgen lampante (subpartida 1509 10 10) ni para el aceite de orujo de oliva en bruto (subpartida 1510 00 10).

(3) Delta-5,23-estigmastadienol + cleroesterol + Beta-sitosterol + sitostanol + Delta-5-avenasterol + Delta-5,24-estigmastadienol.

No pertenecerán a las partidas 1509 y 1510 los aceites de oliva modificados químicamente (en particular, los aceites reesterificados) ni las mezclas de aceite de oliva de otro tipo. La presencia de aceite de oliva reesterificado o de aceites de otro tipo se determinará mediante los métodos indicados en los Anexos V, VII, X A y X B del Reglamento (CEE) n° 2568/91.

- B. Sólo pertenecerán a la subpartida 1509 10 los aceites de oliva definidos en los puntos I y II siguientes, obtenidos únicamente por procedimientos mecánicos o por otros procedimientos físicos, en condiciones, especialmente térmicas, que no alteren el aceite, y que no hayan sido sometidos a más tratamiento que el lavado, la decantación, el centrifugado y la filtración. Los aceites obtenidos a partir de la oliva mediante solventes pertenecerán a la partida 1510.
- I. Se considerará « aceite de oliva virgen lampante », tal como figura en la subpartida 1509 10 10 y cualquiera que sea su acidez, el aceite que presente :
- un contenido de ceras no superior a 350 mg/kg ;
  - un contenido de eritrodiol + uvaol no superior a 4,5 % ;
  - un contenido de ácidos grasos saturados en la posición 2 de los triglicéridos no superior a un 1,3 % ;
  - la suma de isómeros transoleicos no superior a un 0,10 % y la suma de isómeros translinoleicos + translinolénicos no superior a un 0,10 % ;

y

e) una o varias de las siguientes características :

- 1) un índice de peróxido igual o superior a 20 meq de oxígeno activo/kg ;
- 2) un contenido de solventes halogenados volátiles totales igual o superior a 0,20 mg/kg o por lo menos uno de ellos, igual o superior a 0,10 mg/kg ;
- 3) un coeficiente de extinción  $K_{270}$  superior a 0,25 y, tras el tratamiento del aceite con alúmina activada, no superior a 0,11 ; en efecto, algunos aceites con un contenido de ácidos grasos libres, expresado en ácido oleico, superior a 3,3 g por 100 g podrán tener, tras el paso por alúmina activada, con arreglo al método indicado en el Anexo IX del Reglamento (CEE) n° 2568/91, un coeficiente de extinción  $K_{270}$  superior a 0,10 ; en ese caso, tras la neutralización y decoloración efectuadas en laboratorio con arreglo al método indicado en el Anexo XIII del Reglamento antes mencionado, deberán tener las siguientes características :

— un coeficiente de extinción  $K_{270}$  no superior a 1,20,

— una variación ( $\Delta K$ ) del coeficiente de extinción alrededor de 270 nm superior a 0,01 pero no a 0,16, es decir :

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

$K_m$  = es el coeficiente de extinción a la longitud de onda del vértice máximo de la curva de absorción alrededor de 270 nm,

$K_{m-4}$  y  $K_{m+4}$  = son los coeficientes de extinción a las longitudes de onda inferiores y superiores en 4 nm a la de  $K_m$  ;

- 4) características organolépticas que revelen defectos perceptibles con una intensidad superior al límite de aceptabilidad y con un resultado de análisis sensorial inferior a 3,5 con arreglo a la puntuación contemplada en el Anexo XII del Reglamento (CEE) n° 3568/91 ;
- 5) un contenido de estigmastadienos no superior a 0,50 mg/kg.

II. Se considerará "otro aceite de oliva virgen", tal como figura en la subpartida 1509 10 90, el aceite de oliva que presente las siguientes características :

- a) una acidez, expresada en ácido oleico, no superior a 3,3 g/100 g ;
- b) un índice de peróxidos no superior a 20 meq de oxígeno activo/kg ;
- c) un contenido de ceras no superior a 250 mg/kg ;
- d) un contenido de solventes halogenados volátiles totales no superior a 0,20 mg/kg y cada uno de ellos con un contenido no superior a 0,10 mg/kg ;
- e) un coeficiente de extinción  $K_{270}$  no superior a 0,25 y, tras el paso del aceite por alúmina activada no superior a 0,10 ;
- f) una variación del coeficiente de extinción ( $\Delta K$ ) en la zona de 270 nm no superior a 0,01 ;
- g) características organolépticas que revelen defectos perceptibles con una intensidad inferior al límite de aceptabilidad, con un resultado de análisis sensorial igual o superior a 3,5, con arreglo a lo dispuesto en el Anexo XII del Reglamento (CEE) n° 2568/91 ;
- h) un contenido de eritrodíol + uvaol no superior a 4,5 % ;
- ij) un contenido de ácidos grasos saturados en la posición 2 de los triglicéridos no superior a un 1,3 % ;
- k) la suma de isómeros transoleicos no superior a un 0,05 % y la suma de isómeros translinoleicos + translinolénicos no superior a un 0,05 % ;
- l) un contenido de estigmastadienos no superior a 0,15 mg/kg.

C. Pertenece a la subpartida 1509 90 el aceite de oliva obtenido por tratamiento de los aceites de las subpartidas 1509 10 10 y/o 1509 10 90, incluso con adición de aceite de oliva virgen, que presente las características siguientes :

- a) una acidez, expresada en ácido oleico, no superior a 1,5 g/100 g ;
- b) un contenido de ceras no superior a 350 mg/kg ;
- c) un coeficiente de extinción  $K_{270}$  no superior a 1,0 ;
- d) una variación del coeficiente de extinción ( $\Delta K$ ) en la zona de 270 nm no superior a 0,13 ;
- e) un contenido de eritrodíol + uvaol no superior a 4,5 % ;
- f) un contenido de ácidos grasos saturados en la posición 2 de los triglicéridos no superior a un 1,5 % ;
- g) la suma de los isómeros transoleicos no superior a un 0,20 % y la suma de isómeros translinoleicos + translinolénicos no superior a un 0,30 %.

- D. Se considerarán "aceites crudos", tal como figuran en la subpartida 1510 00 10, los aceites, principalmente los aceites de orujo de oliva, que presenten las siguientes características :
- a) una acidez, expresada en ácido oleico, igual o superior a 2 g/100 g ;
  - b) un contenido de eritrodiol + uvaol igual o superior a un 12 % ;
  - c) un contenido de ácidos grasos saturados en la posición 2 de los triglicéridos no superior a un 1,8 % ;
  - d) la suma de los isómeros transoleicos no superior a un 0,20 % y la suma de los isómeros translinoleicos + translinolénicos no superior a un 0,10 %.
- E. Pertenece a la subpartida 1510 00 90 los aceites obtenidos por tratamiento de los aceites de la subpartida 1510 00 10, incluso con adición de aceites de oliva virgen, y los que no presenten las características de los aceites contemplados en las notas complementarias 2 B, 2 C et 2 D. Los aceites de la presente subpartida deben tener un contenido de ácidos grasos saturados en la posición 2 de los triglicéridos no superior a un 2,0 %, la suma de isómeros transoleicos inferior a un 0,40 % y la de los isómeros translinoleicos + translinolénicos inferior a un 0,35 %.
3. Se excluirán de las subpartidas 1522 00 31 y 1522 00 39 :
- a) los residuos procedentes del tratamiento de grasas que contengan aceite cuyo índice de yodo, determinado por el método que figura en el Anexo XVI del Reglamento (CEE) n° 2568/91, sea inferior a 70 o superior a 100 ;
  - b) los residuos procedentes del tratamiento de grasas que contengan aceite cuyo índice de yodo esté comprendido entre 70 y 100, pero en los que la superficie del pico correspondiente al tiempo de retención de beta-sitosterol <sup>(1)</sup>, determinada con arreglo a lo dispuesto en el Anexo V del Reglamento (CEE) n° 2568/91, presenta menos del 93,0 % de la superficie total de los picos de los esteroides.
4. Los métodos que deberán aplicarse para determinar las características de los productos antes mencionados son los contemplados en los Anexos del Reglamento (CEE) n° 2568/91.

---

(1) Delta-5,23-estigmastadienol + cleroesterol + beta-sitosterol + sitostanol + delta-5-avenasterol + delta-5,24-estigmastadienol. »