KOMISSION ASETUS (EY) N:o 1082/96,

annettu 14 päivänä kesäkuuta 1996,

vertailumenetelmästä beeta-apo-8'-karoteenihapon etyyliesterin määrittämiseksi voista ja voiöljystä

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon maito- ja maitotuotealan yhteisestä markkinajärjestelystä 27 päivänä kesäkuuta 1968 annetun neuvoston asetuksen (ETY) N:o 804/68 [1], sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna komission asetuksella (EY) N:o 2931/95 [2], ja erityisesti sen 6 artiklan 7 kohdan ja 12 artiklan 3 kohdan,

sekä katsoo, että

voin myynnistä alennettuun hintaan sekä konditoriatuotteiden, jäätelöiden ja muiden elintarvikkeiden valmistukseen tarkoitetulle voille ja voiöljylle myönnettävästä tuesta 16 päivänä lokakuuta 1988 annetussa komission asetuksessa (ETY) N:o 570/88 [3], sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 531/96 [4], säädetään tukea saaneen voin ja voiöljyn merkitsemisestä tietyissä olosuhteissa näiden tuotteiden asianmukaisen loppukäytön varmistamiseksi.

ottaen huomioon merkitsemisen tärkeyden suunnitelman asianmukaiselle toiminnalle ja jotta voitaisiin taata suunnitelmaan osallistuvien toimijoiden tasaveroinen kohtelu, on aiheellista vahvistaa yleiset menetelmät asetuksessa (ETY) N:o 570/88 tarkoitettujen merkkiaineiden määrittämiseksi,

tällaisen vertailumenetelmän vahvistaminen samanaikaisesti kaikkien merkkiaineiden osalta on vaikeaa; vertailumenetelmän vahvistaminen beeta-apo-8'-karoteenihapon etyyliesterin määrittämiseksi voista ja voiöljystä on lisäaskel tähän suuntaan, ja

tässä asetuksessa säädetyt toimenpiteet ovat maidon ja maitotuotteiden hallintokomitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN ASETUKSEN:

1 artikla

Liitteessä määritellyn analyysin vertailumenetelmää sovelletaan ß-apo-8'-karoteenihapon etyyliesteripitoisuuden määrittämiseksi voista tai voiöljystä asetuksen (ETY) N:o 570/88 mukaisesti.

Voi tai voiöljy on merkitty asetuksen (ETY) N:o 570/88 6 artiklan mukaisesti, jos saadut tulokset ovat yhdenmukaisia liitteessä olevan 8 kohdan vaatimusten kanssa.

2 artikla

Tämä asetus tulee voimaan kolmantena päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä.*

Sitä sovelletaan 1 päivästä lokakuuta 1996.

Tämä asetus on kaikilta osiltaan velvoittava, ja sitä sovelletaan sellaisenaan kaikissa jäsenvaltioissa.

Tehty Brysselissä 14 päivänä kesäkuuta 1996.

Komission puolesta

Franz FISCHLER

Komission jäsen

---

[1] EYVL N:o L 148, 28.6.1968, s. 13
[2] EYVL N:o L 307, 20.12.1995, s. 10
[3] EYVL N:o L 55, 1.3.1988, s. 31
[4] EYVL N:o L 78, 28.3.1996, s. 13

LIITE

BEETA-APO-8'-KAROTEENIHAPON ETYYLIESTERIN SPEKTROMETRINEN MÄÄRITYS VOISTA JA VOIÖLJYSTÄ

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmässä kuvataan menettelytapa beeta-apo-8'-karoteenihapon (apokaroteeniesteri) etyyliesterin kvantitatiiviseksi määrittämiseksi voista ja voiöljystä. Apokaroteeniesteri on kaikkien menetelmässä kuvatuissa olosuhteissa saadussa näytteiden uutteessa esiintyvien sellaisten aineiden summa, jotka absorboivat valoa aallonpituudella 400 nm. Sitä voidaan soveltaa asetuksen (ETY) N:o 570/88 mukaisesti saatuihin näytteisiin.

2. **Periaate**

Voirasva liuotetaan liuotebensiiniin ja absorbanssi mitataan aallonpituudella 440 nm. Apokaroteeniesterin pitoisuus määritetään ulkoiseen standardiin vertaamalla.

3. **Välineet**

3.1 Mittapipettejä, tilavuus 0,25; 0,50; 0,75 ja 1,0 ml.

3.2 Spektrofotometri, joka sopii käytettäväksi aallonpituudella 440 nm (ja 447—449 nm) ja jonka kyvettien valotie on 1 cm.

3.3 Mittapulloja, esim. 20 ml ja 100 ml.

4. **Reagenssit**

Kaikkien reagenssien on oltava hyväksyttyä analyysilaatua.

4.1 Apokaroteeniesterin suspensio (n. 20 %)

4.1.1 Suspension pitoisuus todetaan seuraavasti:

Punnitaan tarkasti noin 400 mg 100 ml:n mittapulloon ja liuotetaan liuotebensiiniin (4.2), laimennetaan tilavuuteensa liuotebensiinillä. Laimennetaan 5,0 ml tätä liuosta 100 ml:ksi liuotebensiinillä (liuos A). Laimennetaan 5,0 ml liuosta A 100 ml:ksi liuotebensiinillä. Mitataan absorbanssi aallonpituudella 447—449 nm (mitataan maksimi liuotebensiiniä nollanäytteenä ja 1 cm:n kyvettejä käyttäen):

$$\text{Apokaroteeniesterin pitoisuus (\%)} = \frac{A_{max} \cdot 40\,000}{A \cdot 2\,550}$$

A_{max} = mittaliuoksen maksimiabsorbanssi

A = näytteen paino (g)

2 550 = liuoksen A (1 %, 1 cm) arvo

Suspension puhtaus on P (%).

Huom. Apokaroteeniesterin suspensio on herkkä ilmalle, lämmölle ja valolle. Sitä voidaan säilyttää viileässä paikassa avaamattomassa, alkuperäisessä pakkauksessaan (suljettu typpikehään) noin 12 kuukautta. Avaamisen jälkeen sisältö on käytettävä nopeasti.

4.1.2 Apokaroteeniesterin standardiliuos, noin 0,2 mg/ml

Punnitaan 0,1 mg:n tarkkuudella noin 0,100 g apokaroteeniesterin suspensiota (4.1.1) (Wg), liuotetaan liuotebensiiniin (4.2), siirretään kvantitatiivisesti tilavuudeltaan 100 ml:n mittapulloon ja täytetään merkkiin liuotebensiinillä.

Tämä liuos sisältää (W.P)/100 mg/ml apokaroteeniesteriä.

Huom. Liuosta on säilytettävä viileässä paikassa valolta suojattuna. Käyttämätön liuos hävitetään kuukauden kuluttua.

4.2 Liuotebensiini (40—60 °C)

4.3 Natriumsulfaatti, vedetön, rakeina, kuivattu ennalta 102 °C:ssa kahden tunnin ajan.

5. **Menettely**

5.1 Näytteen valmistus

5.1.1 Voiöljy

Näyte sulatetaan lämpökaapissa noin 45 °C:ssa.

5.1.2 Voi

Näyte sulatetaan lämpökaapissa noin 45 °C:ssa ja suodatetaan edustava osa noin 10 g vedetöntä natriumsulfaattia (4.3) sisältävän suodattimen läpi voimakkaalta luonnon- ja keinovalolta suojatussa ympäristössä pitäen lämpötila 45 °C:ssa. Kerätään sopiva määrä voirasvaa.

5.2 Määritys

Punnitaan 1 mg:n tarkkuudella noin 1 g voiöljyä [tai uutettua voirasvaa (5.1.2)], (mg). Siirretään kvantitatiivisesti 20 ml:n (Vml) mittapulloon liuotebensiiniä (4.2) käyttäen, täytetään merkkiin ja sekoitetaan huolellisesti.

Siirretään määräosa 1 cm:n kyvettiin ja mitataan absorbanssi aallonpituudella 440 nm liuotebensiiniä nollanäytteenä käyttäen. Liuoksessa esiintyvän apokaroteeniesterin pitoisuus saadaan kalibrointikäyrää (C µg/ml) käyttäen.

5.3 Kalibrointikäyrä

Pipetoidaan 0; 0,25; 0,5; 0,75 ja 1,0 ml apokaroteeniesterin standardiliuosta (4.1.2) viiteen 100 ml:n mittapulloon. Laimennetaan tilavuuteensa liuotebensiinillä (4.2) ja sekoitetaan.

Liuosten pitoisuudet vaihtelevat välillä 0—2 µg/ml, ja ne lasketaan tarkasti vertaamalla standardiliuoksen (4.1.2) pitoisuuteen (W.P)/100 mg/ml. Mitataan absorbanssit aallonpituuella 440 nm liuotebensiiniä (4.2) nollanäytteenä käyttäen.

Piirretään absorbanssiarvot y-akselille apokaroteeniesterin pitoisuuden funktiona x-akselilla.

6. **Tulosten laskeminen**

6.1 Apokaroteeniesterin pitoisuus, ilmaistuna mg:na/kg:ssa, saadaan seuraavasti:

Voiöljy (C·V)/m

Voi 0,82 (C·V)/m

jossa

C = apokaroteeniesterin pitoisuus, µg/ml, kalibrointisuoralta (5.3) luettuna

m = näytteen (5.2) massa (g)

0,82 = korjauskerroin voin voirasvapitoisuudelle

7. **Menetelmän tarkkuus**

7.1 Toistettavuus

7.1.1 Voianalyysi

Kahden mahdollisimman lyhyellä aikavälillä saman suorittajan samaa laitteistoa käyttäen samasta testiaineistosta tekemän määrityksen tulosten välinen ero ei saa olla yli 1,4 mg/ml.

7.1.2 Voiöljyanalyysi

Kahden mahdollisimman lyhyellä aikavälillä saman suorittajan samaa laitteistoa käyttäen samasta testiaineistosta tekemän määrityksen tulosten välinen ero ei saa olla yli 1,6 mg/ml.

7.2 Uusittavuus

7.2.1 Voianalyysi

Kahden eri laboratorioissa eri laitteistoa käyttäen samasta testiaineistosta suoritetun määrityksen tulosten välinen ero ei saa olla yli 4,7 mg/kg.

7.2.2 Voiöljyanalyysi

Kahden eri laboratorioissa eri laitteistoa käyttäen samasta testiaineistosta suoritetun määrityksen tulosten välinen ero ei saa olla yli 5,3 mg/kg.

7.3 Tarkkuutta koskevien tietojen lähde

Tarkkuutta koskevat tiedot määritettiin vuonna 1995 suoritetusta kokeesta, johon osallistui 11 laboratoriota ja 12 merkittyä näytettä (kuusi vastaavaa sokeanäytettä) voin osalta; 12 merkittyä näytettä (kuusi vastaavaa sokeanäytettä) voiöljyn osalta.

8. **Rajat poikkeamille**

8.1 Merkitystä tuotteesta on otettava kolme näytettä homogenisuuden tarkistamiseksi.

Kuvatussa analyysimenetelmässä havaitaan kaikki aallonpituudella 440 nm absorboivat aineet. Nämä aineet nostavat apokaroteeniesterin mitattua näennäistasoa. EY:n maidon hallintokomitean asiantuntijakemistien ryhmä asetti vaatimusrajan tasolle 22 mg/kg voille ja 24 mg/kg voiöljylle tausta-absorbtion osuuden huomioimiseksi.

8.2 Voi

8.2.1 Kokonaisarvo voille, tausta-absorbanssi mukaan lukien, on 22 mg/kg.

8.2.2 Otettaessa 95 %:n todennäköisyystason kriittinen ero (CrD_{95}) huomioon kustakin kolmesta homogenisuuden tarkistamista varten otetusta näytteestä suoritettujen yksittäisten analyysien keskiarvo ei saa olla alle 19,3 mg/kg.

8.2.3 Edellä 8.2.2 kohdassa annetun perusteen lisäksi alhaisinta tuotteen analyysistä saatua tulosta käytetään merkkiaineen tasaisen jakautumisen tarkastamiseksi. Tämä tehdään vertaamalla seuraaviin raja-arvioihin:

— 18,1 mg/kg (95 % pienimmästä yhdistetystä arvosta, yksittäisen näytteen CrD_{95} otettu huomioon).

— 14,8 mg/kg (80 % pienimmästä yhdistetystä arvosta, yksittäisen näytteen CrD_{95} otettu huomioon).

Alhaisimman tuloksen antaneen näytteen merkkiainepitoisuutta käytetään interpoloinnissa välillä 18,1 mg/kg—14,8 mg/kg.

8.3 Voiöljy

8.3.1 Kokonaisarvo voiöljylle, tausta-absorbanssi mukaan lukien, on 24 mg/kg.

8.3.2 Otettaessa 95 %:n todennäköisyystason kriittinen ero (CrD_{95}) huomioon kustakin kolmesta homogeenisuuden tarkistamista varten otetusta näytteestä suoritettujen yksittäisten analyysien keskiarvo ei saa olla alle 20,9 mg/kg.

8.3.3 Edellä 8.3.2 kohdassa annetun perusteen lisäksi alhaisinta tuotteen analyysistä saatua tulosta käytetään merkkiaineen tasaisen jakautumisen tarkistamiseksi. Tähän päästään vertaamalla seuraaviin raja-arvoihin:

— 19,6 mg/kg (95 % pienimmästä yhdistetystä arvosta, yksittäisen näytteen CrD_{95} otettu huomioon).

— 16,1 mg/kg (80 % pienimmästä yhdistetystä arvosta, yksittäisen näytteen CrD_{95} otettu huomioon).

Alhaisimman tuloksen antaneen näytteen merkkiainepitoisuutta käytetään interpoloinnissa välillä 19,6 mg/kg—16,1 mg/kg.