VERORDNUNG (EG) Nr. 1082/96 DER KOMMISSION

vom 14. Juni 1996

zur Festsetzung einer Referenzmethode für die Bestimmung von Beta-Apo-8'-Karotinsäure-Äthylester in Butterfett und Butter

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Gemeinschaft,

gestützt auf die Verordnung (EWG) Nr. 804/68 des Rates vom 27. Juni 1968 über die gemeinsame Marktorganisation für Milch und Milcherzeugnisse (1), zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 2931/95 der Kommission (2), insbesondere auf Artikel 6 Absatz 7 und auf Artikel 12 Absatz 3,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Die Verordnung (EWG) Nr. 570/88 der Kommission vom 16. Februar 1988 über den Verkauf von Billigbutter und die Gewährung einer Beihilfe für Butter und Butterfett für die Herstellung von Backwaren, Speiseeis und anderen Lebensmitteln (3), zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 531/96 (4), sieht die Kennzeichnung der subventionierten Butter und des Butterfetts unter bestimmten Umständen vor, um die korrekte Endverwendung der Erzeugnisse zu gewährleisten.

Angesichts der Bedeutung der Kennzeichnungsmittel für das einwandfreie Funktionieren der Regelung und für die Gleichbehandlung der Wirtschaftsbeteiligten, die diese in Anspruch nehmen, sind gemeinsame Methoden für die Bestimmung der Kennzeichnungsmittel gemäß Verordnung (EWG) Nr. 570/88 zu erlassen.

Es ist schwer, diese Referenzmethoden gleichzeitig für alle Kennzeichnungsmittel zu erlassen; die Aufstellung einer Referenzmethode für die Bestimmung von Beta-Apo-8'-Karotinsäure-Äthylester in Butterfett oder Butter stellt einen weiteren Schritt in diese Richtung dar.

Die in dieser Verordnung vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Verwaltungsausschusses für Milch und Milcherzeugnisse —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

Artikel 1

Die im Anhang aufgeführte Referenzanalysenmethode gilt für die Bestimmung des Gehalts an Beta-Apo-8'-Karotinsäure-Äthylester in Butterfett oder Butter gemäß der Verordnung (EWG) Nr. 570/88.

Das Butterfett bzw. die Butter sind in Übereinstimmung mit Artikel 6 der Verordnung (EWG) Nr. 570/88 gekennzeichnet worden, sofern die Ergebnisse gemäß den Angaben von Absatz 8 des Anhangs gewonnen wurden.

Artikel 2

Diese Verordnung tritt am dritten Tag nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften* in Kraft.

Sie gilt ab 1. Oktober 1996.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 14. Juni 1996

Für die Kommission

Franz FISCHLER

Mitglied der Kommission

(1) ABl. Nr. L 148 vom 28. 6. 1968, S. 13.
(2) ABl. Nr. L 307 vom 20. 12. 1995, S. 10.
(3) ABl. Nr. L 55 vom 1. 3. 1988, S. 31.
(4) ABl. Nr. L 78 vom 28. 3. 1996, S. 13.

ANHANG

BESTIMMUNG VON DER BETA-APO-8'-KAROTINSÄURE-ÄTHYLESTER IN BUTTERFETT UND BUTTER DURCH SPEKTROMETRIE

1. Zweck und Anwendungsbereich

Die Methode beschreibt ein Verfahren für die quantitative Bestimmung von der Beta-Apo-8'-Karotinsäureäthylester (Apo-Karotin-Ester) in Butterfett und Butter. Ao-Karotin-Ester stellt die Summe aller Stoffe in einem Extrakt von Proben dar, die unter den in der Methode dargestellten Bedingungen gewonnen werden und Licht bei 440 nm absorbieren. Die Methode gilt für die unter der Verordnung (EWG) Nr. 570/88 eingegangenen Proben.

2. Prinzip

Das Butterfett wird in Leichtbenzin gelöst und die Absorbanz bei 440 nm gemessen. Der Apo-Karotin-Ester-Gehalt wird im Vergleich zu einem externen Standard bestimmt.

3. Geräte

3.1. Maßpipetten mit Fassungsvermögen von 0,25, 0,50, 0,75 und 1,0 ml

3.2. Spektrophotometer — geeignet für die Verwendung bei 440 nm (und 447-449 nm), ausgestattet mit Zellen mit optischer Weglänge von 1 cm

3.3. Eichkolben z. B. 20 ml und 100 ml

4. Reagenzien

Alle Reagenzien haben anerkannte Analysequalität aufzuweisen.

4.1. Apo-Karotin-Ester-Suspension (ungefähr 20 %)

4.1.1. Der Gehalt der Suspension ist wie folgt zu bestimmen:

Rund 400 mg werden genau in einen 100-ml-Eichkolben gewogen und in Benzin (4.2) aufgelöst, bis zur Marke mit Benzin auffüllen. 5,0 ml dieser Lösung auf 100 ml mit Benzin auffüllen (Lösung A). 5,0 ml der Lösung A auf 100 ml mit Benzin auffüllen. Die Absorbanz bei 447-449 nm messen (Das Maximum im Vergleich zu Benzin unter Verwendung von 1-cm-Zellen als Blindprobe messen).

$$\text{Apo-Karotin-Ester-Gehalt (\%)} = \frac{A_{max} \cdot 40\,000}{A \cdot 2\,550}$$

A_{max} = Absorbanz der Eichlösung

A = Gewicht der Probe (g)

2 550 = Bezugswert A (1 %, 1 cm)

Die Reinheit der Suspension beträgt P (%).

Anmerkung: Apo-Karotin-Ester-Suspension ist empfindlich gegenüber Luft, Hitze und Licht. In der ungeöffneten Originalverpackung (unter Stickstoffsiegel) und an kühlem Platz kann sie rund 12 Monate aufbewahrt werden. Nach Öffnung ist der Inhalt innerhalb kurzer Zeit zu verwenden.

4.1.2. Apo-Karotin-Ester-Standardlösung, ungefähr 0,2 mg/ml

Auf 0,1 mg genau 0,100 g Apo-Karotin-Ester-Suspension (4.1.1) (Wg) abwiegen, in Benzin (4.2) auflösen, mengenmäßig in einen 100-ml-Eichkolben geben und bis zur Marke mit Benzin auffüllen.

Diese Lösung enthält (W.P)/100 mg/ml Apo-Karotin-Ester.

Anmerkung: Die Lösung muß kühl und dunkel aufbewahrt werden. Unverwendete Lösung nach einem Monat beseitigen.

4.2. Benzin (40-60 °C)

4.3. Natriumsulfat, wasserfrei, Granulat, zuvor bei 102 °C zwei Stunden getrocknet

5. **Verfahren**

5.1. Vorbereitung der Probe

5.1.1. Butterfett

Die Probe in einem Ofen bei rund 45 °C schmelzen.

5.1.2. Butter

Probe in einem Ofen bei rund 45 °C schmelzen und einen repräsentativen Anteil durch einen Filter mit rund 10 g wasserfreiem Natriumsulfat (4.3) filtern; diese Vorgänge erfolgen unter Abschirmung von starkem natürlichem oder künstlichem Licht und ständiger Temperatur von 45 °C. Eine geeignete Menge Butterfett aufnehmen.

5.2. Bestimmung

Auf 1 mg genau rund 1 g Butterfett (oder extrahiertes Butterfett (5.1.2)), (mg) abwiegen. Mengenmäßig in einen 20-ml (Vml)-Eichkolben unter Verwendung von Benzin (4.2) geben und bis zur Marke auffüllen, gründlich vermischen.

Eine Stichprobe auf eine 1-cm-Zelle bringen und die Absorbanz bei 440 nm im Vergleich zur Benzinblindprobe messen. Die Konzentration des Apo-Karotin-Esters in der Lösung wird durch Vergleich mit der Eichkurve (C µg/ml) gewonnen.

5.3. Eichkurve

0, 0,25, 0,5, 0,75 und 1,0 ml Apo-Karotin-Ester-Standardlösung (4.1.2) in fünf 100-ml-Eichkolben pipettieren. Das Volumen mit Benzin (4.2) auffüllen und vermischen.

Die ungefähren Konzentrationen der Lösungen liegen zwischen 0 bis 2 µg/ml und werden im Vergleich zur Konzentration der Standardlösung (4.1.2) (W.P)/100 mg/ml genau berechnet. Die Absorbanzen bei 440 nm im Vergleich zur Benzinblindprobe (4.2) messen.

Die Absorbanzwerte auf der y-Achse und die jeweiligen Apo-Karotin-Ester-Konzentrationen auf der x-Achse eintragen.

6. **Berechnung der Ergebnisse**

6.1. Der Apo-Karotin-Estergehalt, ausgedrückt als mg/kg des Erzeugnisses wird durch folgende Formel wiedergegeben:

Butterfett (C.V)/m,

Butter 0,82 (C.V)/m,

dabei ist

C = Apo-Karotin-Estergehalt in µg/ml von der Eichkurve (5.3) abzulesen, wobei

m = Masse (g) der Versuchsprobe (5.2),

0,82 = Berichtigungsfaktor für den Butterfettgehalt der Butter.

7. **Genauigkeit der Methode**

7.1. Wiederholbarkeit

7.1.1. Butteranalyse

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier möglichst fast zeitgleicher Bestimmungen durch denselben Analysten unter Verwendung der gleichen Geräte und an identischem Versuchsmaterial darf 1,4 mg/kg nicht überschreiten.

7.1.2. Analyse des Butterfetts

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier möglichst zeitgleicher Bestimmungen durch denselben Analysten unter Verwendung der gleichen Geräte an identischem Versuchsmaterial darf 1,6 mg/kg nicht überschreiten.

7.2. Reproduzierbarkeit

7.2.1. Butteranalyse

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier Bestimmungen von Analysten in unterschiedlichen Laboratorien unter Verwendung unterschiedlicher Geräte an identischem Versuchsmaterial darf 4,7 mg/kg nicht überschreiten.

7.2.2. Analyse von Butterfett

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier Bestimmungen durch Analysten in unterschiedlichen Laboratorien unter Verwendung unterschiedlicher Geräte an identischem Versuchsmaterial darf 5,3 mg/kg nicht überschreiten.

7.3. Herkunft der Präzisionsdaten

Die Präzisionsdaten entstammen einem 1995 unter Beteiligung von elf Laboratorien und zwölf gekennzeichneten Proben (sechs Blindduplikate) für Butter und 12 gekennzeichneten Proben (sechs Blindduplikate) für Butterfett durchgeführten Versuch.

8. **Toleranzgrenzen**

8.1. Drei Proben sind dem gekennzeichneten Erzeugnis zu entnehmen, um die Homogenität zu überprüfen.

Das beschriebene Analyseverfahren zeigt alle bei Wellenlänge 440 nm absorbierende Substanzen auf. Der aufgezeigte Anteil an gemessenem Apo-Karotin-Ester wird um diese Stoffe erhöht. Die chemische Sachverständigengruppe des Milchverwaltungsausschusses setzte die Zahlengrenze zur Berücksichtigung der Hintergrundabsorption auf 22 mg/kg für Butter und auf 24 mg/kg für Butterfett fest.

8.2. Butter

8.2.1. Der Beimischungsanteil für Butter unter Berücksichtigung der Hintergrundabsorption beträgt 22 mg/kg.

8.2.2. Unter Berücksichtigung des kritischen Unterschieds für einen Wahrscheinlichkeitswert von 95 % (CrD_{95}) darf der Mittelwert der Einzelanalysen an jeder der drei Proben für die Homogenitätsprüfung nicht unter 19,3 mg/kg liegen.

8.2.3. Zusätzlich zu dem unter 8.2.2 angegebenen Kriterium wird das niedrigste Ergebnis der Produktanalyse zur Homogenitätsprüfung der Kennzeichnungsmittelverteilung verwendet. Dies erfolgt durch Vergleich mit folgenden Grenzwerten:

— 18,1 mg/kg (95 % des Mindestbeimischungsanteils, bei Berücksichtigung der Einzelprobe CrD_{95}),

— 14,8 mg/kg (80 % des Mindestbeimischungsanteils, bei Berücksichtigung der Einzelprobe CrD_{95}).

Die Konzentration des Kennzeichnungsmittels in der Probe mit dem niedrigsten Ergebnis wird zusammen mit der Interpolation zwischen 18,1 mg/kg und 14,8 mg/kg verwendet.

8.3. Butterfett

8.3.1. Der Beimischungsanteil für Butterfett unter Berücksichtigung der Hintergrundabsorption beträgt 24 mg/kg.

8.3.2. Unter Berücksichtigung des kritischen Unterschieds eines Wahrscheinlichkeitswerts von 95 % (CrD_{95}) darf der Mittelwert der Einzelanalysen an jeder der drei Proben für die Homogenitätsprüfung nicht unter 20,9 mg/kg liegen.

8.3.3. Zusätzlich zu dem unter 8.3.2 angegebenen Kriterium wird das niedrigste Ergebnis der Produktanalyse zur Homogenitätsprüfung der Kennzeichnungsmittelverteilung verwendet. Dies erfolgt durch Vergleich mit folgenden Grenzwerten:

— 19,6 mg/kg (95 % des Mindestbeimischungsanteils, bei Berücksichtigung der Einzelprobe CrD_{95}),

— 16,1 mg/kg (80 % des Mindestbeimischungsanteils, bei Berücksichtigung der Einzelprobe CrD_{95}).

Die Konzentration des Kennzeichnungsmittels in der Probe mit dem niedrigsten Ergebnis wird zusammen mit der Interpolation zwischen 19,6 mg/kg und 16,1 mg/kg verwendet.