KOMMISSIONENS FORORDNING (EF) Nr. 1082/96

af 14. juni 1996

om en referencemetode til bestemmelse af etylester af β-apo-8'-karotinsyre i smør og koncentreret smør

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets forordning (EØF) nr. 804/68 af 27. juni 1968 om den fælles markedsordning for mælk og -mejeriprodukter (1), senest ændret ved Kommissionens forordning (EF) nr. 2931/95 (2), særlig artikel 6, stk. 7, og artikel 12, stk. 3, og

ud fra følgende betragtninger:

Kommissionens forordning (EØF) nr. 570/88 af 16. februar 1988 om salg af smør til nedsat pris og ydelse af støtte for fløde, smør og koncentreret smør til fremstilling af konditorvarer, konsumis og andre levnedsmidler (3), senest ændret ved forordning (EF) nr. 531/96 (4), indeholder bestemmelser om røbestoffer i subsidieret smør og koncentreret smør under visse omstændigheder for at sikre, at disse produkters endelige anvendelse er korrekt;

vigtigheden af røbestoffer af hensyn til ordningens korrekte anvendelse og for at sikre lige behandling af dem, der deltager i den, gør det ønskeligt at fastsætte fællesmetoder til bestemmelse af de røbestoffer, der omhandles i forordning (EØF) nr. 570/88;

det er vanskeligt at opstille sådanne referencemetoder for alle røbestoffer på samme tid; fastsættelsen af en referencemetode til bestemmelse af etylester i β-apo-8'-karotinsyre i smør eller koncentreret smør vil være et videre skridt i denne retning;

de i denne forordning fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Forvaltningskomitéen for Mælk og Mejeriprodukter —

UDSTEDT FØLGENDE FORORDNING:

Artikel 1

Den i bilaget beskrevne referencemetode anvendes til bestemmelse af etylesterindholdet i β-apo-8'-karotinsyre i smør eller koncentreret smør efter forordning (EØF) nr. 570/88.

Smør eller koncentreret smør betragtes som tilsat røbestof i henhold til artikel 6 i forordning (EØF) nr. 570/88, hvis resultaterne svarer til specifikationerne i bilagets punkt 8.

Artikel 2

Denne forordning træder i kraft på tredjedagen efter offentliggørelsen i *De Europæiske Fællesskabers Tidende.*

Den anvendes fra den 1. oktober 1996.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i Bruxelles, den 14. juni 1996.

På Kommissionens vegne

Franz FISCHLER

Medlem af Kommissionen

(1) EFT nr. L 148 af 28. 6. 1968, s. 13.
(2) EFT nr. L 307 af 20. 12. 1995, s. 10.
(3) EFT nr. L 55 af 1. 3. 1988, s. 31.
(4) EFT nr. L 78 af 28. 3. 1996, s. 13.

BILAG

BESTEMMELSE AF ETYLESTER AF β-APO-8'-KAROTINSYRE I SMØR OG KONCENTRERET SMØR VED SPEKTROMETRI

1. **Område**

Dette er en metode til kvantitativ bestemmelse af etylester af β-apo-8'-karotinsyre (apokarotinester) i koncentreret smør og smør. Apokarotinester er summen af alle stoffer, der er til stede i et ekstrakt af prøver fremstillet under de i metoden beskrevne betingelser, som absorberer lys ved 440 nm. Den anvendes på prøver, der modtages efter forordning (EØF) nr. 570/88.

2. **Princip**

Smørfedt opløses i petroleumsether (light petroleum), og absorptionen måles ved 400 nm. Indholdet af apokarotinester bestemmes ved reference til en ekstern standard.

3. **Apparatur**

3.1. Målepipetter på 0,25, 0,50, 0,75 og 1,0 ml

3.2. Spektrofotometer egnet til brug ved 440 nm (og 447 - 449 nm), der er udstyret med celler med en optisk vejlængde på 1 cm

3.3. Målekolber, f.eks. 20 ml og 100 ml.

4. **Reagenser**

Alle reagenser skal være af anerkendt analysekvalitet.

4.1. Opslæmning af apokarotinester (ca. 20 %)

4.1.1. Opslæmningens indhold bestemmes som følger:

Ca. 400 mg opslæmning afvejes med nøjagtighed i en 100 ml målekolbe og opløses i petroleumsether (4.2). Der fyldes op til mærket med petroleumsether. 5,0 ml af denne opløsning fortyndes med petroleumsether til 100 ml (opløsning A). 5,0 ml af opløsning A fortyndes med petroleumsether til 100 ml. Absorptionen måles ved 447 - 449 nm (maksimum måles mod petroleumsether anvendt som kontrol ved brug af 1 cm celler).

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

A_{max} = måleopløsningens absorption ved maksimum

A = prøvens vægt (g)

2 550 = reference A (1 %, 1 cm) værdi

Opslæmningens renhed er P (%).

NB: En opløsning af apokarotinester er følsom for luft, varme og lys. Den kan opbevares i ca. tolv måneder i uåbnet originalbeholder (forseglet under nitrogen) på et køligt sted. Efter åbning bør indholdet anvendes inden for kort tid.

4.1.2. Standardopløsning af apokarotinester, ca. 0,2 mg/ml

0,1 g ±0,1 mg opslæmning af apokarotinester (4.1.1) afvejes (Wg), opløses i petroleumsether (4.2) og overføres kvantitativt til en 100 ml målekolbe, hvorefter der fyldes op til mærket med petroleumsether.

Denne opløsning indeholder (W.P.)/100 mg/ml apokarotinester.

NB: Opløsningen skal opbevares på et køligt sted i mørke. Ubrugt opløsning kasseres efter en måneds forløb.

4.2. Petroleumsether (40-60 °C)

4.3. Vandfrit natriumsulfat i granulater, der forud er tørret i to timer ved 102 °C.

5. **Metodik**

5.1. Tilberedelse af prøven

5.1.1. Koncentreret smør

Prøven smeltes i ovn ved ca. 45 °C.

5.1.2. Smør

Prøven smeltes i ovn ved ca. 45 °C, og en repræsentativ portion filtreres gennem et filter, der indeholder ca. 10 g vandfrit natriumsulfat (4.3) i et miljø, der er afskærmet fra stærk naturlig eller kunstig belysning, og holdes ved 45 °C. En passende mængde smørfedt opsamles.

5.2. Bestemmelse

1 g ± 1 mg koncentreret smør (eller ekstraheret smørfedt (5.1.2)) (mg) afvejes og overføres kvantitativt til en 20 ml målekolbe med petroleumsether (4.2). Der fyldes op til mærket og blandes grundigt.

En lille mængde overføres til en 1 cm celle, og absorptionen måles ved 400 nm mod en kontrol med petroleumsether. Koncentrationen af apokarotinester i opløsningen fås ved reference til kalibreringskurven (C µg/ml).

5.3. 0, 0,25, 0,5, 0,75 og 1,0 ml standardopløsning af apokarotinester (4.1.2) pipetteres i fem 100 ml målekolber. Der fyldes op til mærket med petroleumsether (4.2) og blandes.

Opløsningernes omtrentlige koncentration går fra 0 til 2 µg/ml og måles nøjagtigt ved reference til koncentrationen af standardopløsningen (4.1.2) (W.P)/100 mg/ml. Absorptionen måles ved 440 nm mod en kontrol med petroleumsether (4.2).

Absorptionsværdierne afbildes ad y-aksen mod koncentrationen af apokarotinester ad x-aksen.

6. **Beregning af resultaterne**

6.1. Indholdet af apokarotinester udtrykt i mg/kg produkt er givet ved:

Koncentreret smør (C.V)/m

Smør 0,82 (C.V)/m

hvor

C = indhold af apokarotinester i µg/ml aflæst på kalibreringskurven (5.3)

m = massen (g) af testportionen (5.2)

0,82 = en korrektionsfaktor for smørfedtindholdet i smør.

7. **Metodens nøjagtighed**

7.1. Repeterbarhed

7.1.1. Analyse af smør

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser foretaget med det kortest mulige interval af samme laborant, som benytter samme apparatur på identisk testmateriale, må ikke overstige 1,4 mg/kg.

7.1.2. Analyse af koncentreret smør

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser foretaget med det kortest mulige interval af samme laborant, som benytter samme apparatur på identisk testmateriale, må ikke overstige 1,6 mg/kg.

7.2. Reproducerbarhed

7.2.1. Analyse af smør

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser foretaget af laboranter på forskellige laboratorier, som benytter forskelligt apparatur på identisk testmateriale, må ikke overstige 4,7 mg/kg.

7.2.2. Analyse af koncentreret smør

Forskellen mellem resultaterne af to bestemmelser foretaget af laboranter på forskellige laboratorier, som benytter forskelligt apparatur på identisk testmateriale, må ikke overstige 5,3 mg/kg.

7.3. Kilde til præcisionsdata

Præcisionsdataene blev bestemt fra et forsøg udført i 1995, der omfattede elleve laboratorier og tolv prøver med røbestof (seks blinde dubletter) af smør og tolv prøver med røbestof (seks blinde dubletter) af koncentreret smør.

8. **Grænseværdier**

8.1. Der skal tages tre prøver fra produktet med røbestof for at kontrollere homogeniteten.

Den beskrevne analysemetode påviser alle stoffer, der absorberer ved en bølgelængde på 440 nm. Den tilsyneladende mængde apokarotinester, der måles, vil blive øget af disse stoffer. Ekspertgruppen af kemikere under EF's Forvaltningskomité for Mælk og Mejeriprodukter fastsætter specifikationsgrænsen, således at der tages hensyn til baggrundsabsorption på 22 mg/kg for smørs og 24 mg/kg for koncentreret smørs vedkommende.

8.2. Smør

8.2.1. Under hensyntagen til baggrundsabsorption er iblandingen for smør 22 mg/kg.

8.2.2. Under hensyntagen til den kritiske forskel (CrD) for en 95 % sandsynlighedsgrænse (CrD_{95}), må middelværdien af enkeltanalyser af hver af de tre prøver, der er udtaget til kontrol af homogenitet, ikke være under 19,3 mg/kg.

8.2.3. Foruden det i 8.2.2 givne kriterium benyttes det laveste analyseresultat til at kontrollere homogenitet af røbestoffordeling. Det sker ved at sammenligne med følgende grænseværdier:

— 18,1 mg/kg (95 % af den mindste iblanding med hensyntagen til CrD_{95} for enkeltprøven)

— 14,8 mg/kg (80 % af den mindste iblanding med hensyntagen til CrD_{95} for enkeltprøven).

Røbestofkoncentrationen i den prøve, der giver det laveste resultat, benyttes sammen med interpolering mellem 18,1 mg/kg og 14,8 mg/kg.

8.3. Koncentreret smør

8.3.1. Under hensyntagen til baggrundsabsorption er iblandingen for koncentreret smør 24 mg/kg.

8.3.2. Under hensyntagen til den kritiske forskel (CrD) for en 95 % sandsynlighedsgrænse (CrD_{95}), må middelværdien af enkeltanalyser af hver af de tre prøver, der er udtaget til kontrol af homogenitet, ikke være under 20,9 mg/kg.

8.3.3. Foruden det i 8.3.2 givne kriterium benyttes det laveste analyseresultat til at kontrollere homogenitet af røbestoffordeling. Det sker ved at sammenligne med følgende grænseværdier:

— 19,6 mg/kg (95 % af den mindste iblanding med hensyntagen til CrD_{95} for enkeltprøven)

— 16,1 mg/kg (80 % af den mindste iblanding med hensyntagen til CrD_{95} for enkeltprøven).

Røbestofkoncentrationen i den prøve, der giver det laveste resultat, benyttes sammen med interpolering mellem 19,6 mg/kg og 16,1 mg/kg.