384R3519

No L 328/12 *EUROOPAN YHTEISÖJEN VIRALLINEN LEHTI* 15.12.84

KOMISSION ASETUS (ETY) N:o 3519/84,

annettu 14 päivänä joulukuuta 1984,

öljysiementen näytteiden otosta ja esikäsittelystä sekä öljy-, epäpuhtaus- ja kosteuspitoisuuden määrittämisestä annetun asetuksen (ETY) N:o 1470/68 muuttamisesta

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan talousyhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon rasva-alan yhteisestä markkinajärjestelystä 22 päivänä syyskuuta 1966 annetun neuvoston asetuksen N:o 136/66/ETY [1], sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (ETY) N:o 2260/84 [2], ja erityisesti sen 27 artiklan 5 kohdan,

sekä katsoo, että

komission asetuksen (ETY) N:o 1470/68 [3], sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (ETY) N:o 1223/81 [4], liitteessä V säädetään menetelmästä öljysiementen öljypitoisuuden määrittämiseksi; äskettäin on kehitetty uusi ydinmagneettisen resonanssin spektrometriaa käyttävä menetelmä; on suotavaa antaa jäsenvaltioille mahdollisuus käyttää tätä menetelmää, ja

tässä asetuksessa säädetyt toimenpiteet ovat rasvojen hallintokomitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN ASETUKSEN:

1 artikla

Muutetaan asetus (ETY) N:o 1470/68 seuraavasti.

1. Korvataan 2 artiklan 1 kohta seuraavasti:

"1. Asetuksen N:o 282/67/ETY 4 artiklassa ja komission asetuksen (ETY) N:o 2681/83 [1] 32 artiklassa tarkoitettu öljypitoisuuden määritys on tehtävä tämän asetuksen liitteessä V määritellyn menetelmän mukaisesti.

Rapsin ja rypsin siementen osalta jäsenvaltiot voivat kuitenkin käyttää myös tämän asetuksen liitteessä VII tarkoitettua menetelmää. Tässä tapauksessa, jos määrityksen tulos kyseenalaistetaan, on käytettävä liitteessä V tarkoitettua menetelmää. Jälkimmäisen menetelmän tulos on pätevä.

---

[1] EYVL N:o L 266, 28.9.1983, s. 1"

2. Lisätään tämän asetuksen liite liitteeksi VII.

2 artikla

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

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

Tehty Brysselissä 14 päivänä joulukuuta 1984.

Komission puolesta

Poul DALSAGER

Komission jäsen

---

[1] EYVL N:o 172, 30.9.1966, s. 3025/66
[2] EYVL N:o L 208, 3.8.1984, s. 1
[3] EYVL N:o L 239, 28.9.1968, s. 2
[4] EYVL N:o L 124, 8.5.1981, s. 10

LIITE

"LIITE VII

RAPSIN JA RYPSIN SIEMENTEN ÖLJYPITOISUUDEN MÄÄRITTÄMINEN YDINMAGNEETTISEN RESONANSSIN SPEKTROMETRIALLA

1 TARKOITUS JA SOVELTAMISALA

Tämän menetelmän tarkoituksena on rapsin ja rypsin siementen öljypitoisuuden määrittäminen.

2 PERIAATE

Kuivatuissa siemenissä olevien vetyä sisältävien nestemäisten yhdisteiden vasteen määrittäminen alhaisen erotuskyvyn ydinmagneettisella resonanssilla (NMR). Öljypitoisuus lasketaan NMR:n vastearvon perusteella, ottaen huomioon siemenissä olevista rasvattomista aineista johtuva vaste.

3 VÄLINEET

3.1 Jatkuva-aaltoinen alhaisen erotuskyvyn ydinmagneettisen resonanssin spektrometri, joka on asennettu ilmastoituun paikkaan.

3.2 Nesslerin mittasylinterejä, 100 ml, jotka on kalibroitu 40 ml:ksi (noin 50 mm koeputken pohjasta), ja jotka sopivat käytettäviksi NMR-spektrometrin (3.1) kanssa.

3.3 Lämpökaappi, säädetty 103 ± 2 °C:seen.

3.4 Teflontulppa, jossa on Nesslerin mittasylintereihin (3.2) sopiva kiinnityslaite.

3.5 Eksikaattori.

4 NÄYTTEENOTTO

4.1 Näyte otetaan komission asetuksen (ETY) N:o 1470/68 liitteen I mukaisesti.

4.2 Otettu näyte esikäsitellään määritystä varten asetuksen (ETY) N:o 1470/68 liitteen II mukaisesti.

5 MENETTELY

5.1 **Vertailunäytteiden valmistus rapsiöljystä ja uutettujen rapsinsiementen jäännöksistä**

5.1.1 Valitaan rapsinsiementen (jotka on puhdistettu ja joista kaikki epäpuhtaudet on poistettu) vertailunäyte, jossa öljyn rasvahappojen koostumus vastaa niin tarkkaan kuin mahdollista öljypitoisuuden määrittämiseksi tutkittavan rapsin koostumusta.

Kuivataan määrätty määrä vertailunäytteen siemeniä (vähintään 250 g) 103 ± 2 °C:ssa 17 ± 1 tunnin ajan asetuksen (ETY) N:o 1470/68 liitteen III menetelmän mukaisesti. Jäähdytetään eksikaattorissa (3.5).

5.1.2 Uutetaan kuivatuista vertailusiemenistä (5.1.1) öljy asetuksessa (ETY) N:o 1470/68 kuvatun menetelmän mukaisesti.

Siirretään uutettu öljy puhtaaseen ja kuivaan lasiastiaan, joka voidaan heti sulkea ilmatiiviisti. Säilötään rasvaton jäännös, kuivataan lämpökaapissa (3.3) 103 ± 2 °C:ssa 17 tuntia; jäähdytetään jäännös eksikaattorissa (3.5), punnitaan ja varastoidaan ilmatiiviiseen astiaan.

5.2 **Spektrometrin kalibrointi**

5.2.1 Punnitaan (10 mg:n tarkkuudella) 5, 10, 20 ja 30 g määrät kuivaa uutettua vertailuöljyä (5.1.2) Nesslerin mittasylintereihin (3.2) välttäen öljypisaroiden tarttumista mittasylinterissä käytettävän jakeen yläpuolisiin seinämiin.

5.2.2 Asetetaan tyhjä Nesslerin mittasylinteri (3.2) NMR-spektrometriin (3.1) ja säädetään laitteen vaste kohtaan 0 valmistajan ohjeiden mukaisesti.

5.2.3 Mitataan vaste (R_5, R_{10}, R_{20}, R_{30}) jokaisen vertailuöljyä sisältävän koeputken osalta laskemalla kolmen peräkkäisen lukeman keskiarvo, jotta saadaan vaste jokaiselle öljytyypille.

5.2.4 Piirretään käyrä, jonka koordinaatteina ovat jokaista vertailuöljytyyppiä vastaavan kolmen lukeman keskiarvot öljytyyppien massojen muodostaessa abskissan.

Tuloksena olisi oltava origon kautta kulkeva suora viiva; muussa tapauksessa on tarkastettava spektrometrin säätö.

5.3 **Mittaaminen**

5.3.1 Koenäyte (4.1) (joka on puhdistettu ja josta kaikki epäpuhtaudet on poistettu) kuivataan vertailustandardille (5.1.1) kuvaillun menetelmän mukaisesti.

Huomautus:

Jäähdytyksen jälkeen määritettävät kuivatut näytteet on siirrettävä huoneeseen, johon NMR-spektrometri on asennettu, vähintään tuntia ennen määritystä.

5.3.2 Punnitaan 25 g kuivattua koenäytettä Nesslerin mittasylinteriin (3.2) ja työnnetään teflontulppa kiinnityslaitteesta (3.4) kiinni pitäen siementen tasolle.

Huomautus:

25 g näyte rapsinsiemeniä on tilavuudeltaan noin 40 ml ja sen käsittelyyn sopii parhaiten tilavuudeltaan standardi 40 ml:n väline. Suuremmat kuin 25 g näytteet voidaan määrittää välineillä, jotka on suunniteltu suurempien kuin 40 ml näytteiden määrittämistä varten.

5.3.3 Kuivatun koenäytteen sisältävä putki laitetaan NMR-spektrometriin (3.1) ja mitataan vaste (R_s), jossa R_s edustaa kolmen peräkkäisen lukeman keskiarvoa.

5.3.4 Mittaus toistetaan käyttäen toista kuivattua 25 g koenäytettä.

5.3.5 Täytetään taarattu Nesslerin mittasylinteri (3.2) 40 ml merkkiin asti kuivatuista siemenistä, joista on poistettu rasva, saadulla vertailujäännöksellä (5.1.2). Punnitaan mittasylinteri ja sen sisältö ja lasketaan siementen jäännöksen massa (mittasylinterissä). Asetetaan Nesslerin mittasylinteri NMR-spektrometriin ja mitataan vaste (R_r) koenäytteeseen sovelletun menetelmän mukaisesti.

6 TULOSTEN ILMOITTAMINEN

6.1 **Öljypitoisuuden laskeminen kuivapainon perusteella**

Kuivattujen siementen (O) näennäinen öljypitoisuus prosentteina (p/p) saadaan seuraavalla kaavalla:

$$O = \frac{R_s \cdot m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}}$$

jossa:

R_s on 5.3.3 kohdassa tarkoitetun näytteen NMR-vaste;
R_x on x gramman raakaöljyä (20 tai 30 g) NMR-vaste 5.2.3 kohdan mukaisesti;
m_x on x gramman painoisen (20 tai 30 g) raakaöljynäytteen massa grammoina;
m_{ds} on kuivattujen siementen näytteen massa grammoina (25,00 g).

Jäännöksen (C) osuus prosentteina (p/p) näennäisessä öljypitoisuudessa (O) saadaan seuraavalla kaavalla:

$$C = \frac{R_r \cdot m_x \cdot m_t \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds} \cdot m_r}$$

jossa:

R_r on 5.3.5 kohdassa tarkoitetun kuivan jäännöksen NMR-vaste;
m_r on määritettävän kuivan jäännösjakeen massa grammoina;
m_t on 5.1 kohdassa tarkoitettua 25 g kuivattuja siemeniä vastaavan jäännöksen massa grammoina.

Kuivattujen siementen öljypitoisuus, prosentteina ilmaistuna (p/p) saadaan kaavasta:

% öljyä (kuivissa siemenissä) = O – C

$$= \left(R_s - R_r \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}}$$

6.2 **Öljypitoisuuden laskeminen näytteestä sellaisenaan**

Käsittelemättömien siementen öljypitoisuus prosentteina (p/p) saadaan seuraavalla kaavalla:

$$\%\ \text{öljyä (näytteessä sellaisenaan)} = \left(R_s - R_r \cdot \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}} \cdot \left(1 - \frac{a}{100}\right)$$

jossa:

a on asetuksen (ETY) N:o 1470/68 liitteen III mukaisesti määritetty siementen kosteuspitoisuus prosentteina (p/p) ilmaistuna.

6.3 **Toistettavuus**

6.3.1 Kahden koenäytteen öljypitoisuuden määrityksestä saatujen tulosten välinen ero ei saa olla suurempi kuin 0,4 g öljyä 100 g näytettä kohden.

6.3.2 Jos kahden koenäytteen välinen ero on suurempi kuin 0,4 g öljyä 100 g näytettä kohden, mittaus on tehtävä uudelleen kahdesta näytteestä.

6.3.3 Jos kahden koenäytteen välinen ero on edelleen suurempi kuin 0,4 g öljyä 100 g näytettä kohden, otetaan uudet määritettävät näytteet ja aloitetaan koko määritys alusta.

6.3.4 Jos uusien koenäytteiden sarjan määrityksestä saatujen tulosten välinen ero on suurempi kuin 0,4 g 100 g näytettä kohden, kyseisen näytteen öljypitoisuus määritetään asetuksen (ETY) N:o 1470/68 liitteessä V kuvaillun menetelmän mukaisesti.

7 HUOMAUTUKSIA

7.1 **Öljyn määrityksen tarkkuus**

NMR-spektrometrialla tehtävän öljypitoisuuden määrityksen tarkkuus on tarkastettava vähintään kerran kuukaudessa vertaamalla NMR-tuloksia asetuksen (ETY) N:o 1470/68 liitteessä V kuvaillun menetelmän mukaisesti n-heksaanilla uuttamalla saatuihin tuloksiin.

Tämä rutiinitoimenpide tehdään samanaikaisesti kerran kuukaudessa valmistettavan öljyn vertailunäytteen (5.1) kanssa.

NMR-menetelmällä ja n-heksaanilla uuttamalla saatujen tulosten välinen ero ei saa olla suurempi kuin 0,4 g öljyä 100 g näytettä kohden.

Jos kahden kyseisen menetelmän mukaisesti saatujen tulosten välinen ero on suurempi kuin 0,4 g öljyä 100 g näytettä kohden, toistetaan uutto ja kalibroidaan NMR-spektrometri uudelleen 5.2 kohdan mukaisesti.

7.2 **Rautametalleista johtuvat häiriöt**

Pienet määrät rautametalleja vaikuttavat tuloksiin. On suositeltavaa poistaa nämä ainesosat magneetilla.

Jos rautametallien esiintyminen aiheuttaa ongelmia, on suositeltavaa määrittää kyseisen näytteen öljypitoisuus asetuksen (ETY) N:o 1470/68 liitteessä V kuvaillun menetelmän mukaisesti."