384R3519

Nr L 328/12 *EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS OFFICIELLA TIDNING* 15.12.84

KOMMISSIONENS FÖRORDNING (EEG) nr 3519/84

av den 14 december 1984

om ändring av förordning (EEG) nr 1470/68 om provuttag och minskning av prover och bestämmande av oljehalt, orenheter och vattenhalt i oljeväxtfrö

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska ekonomiska gemenskapen,

med beaktande av rådets förordning nr 136/66/EEG av den 22 september 1966 om den gemensamma marknaden för oljor och fetter [1], senast ändrad genom förordning (EEG) nr 2260/84 [2], särskilt artikel 27.5 i denna, och

med beaktande av följande:

I kommissionens förordning (EEG) nr 1470/68 [3], senast ändrad genom förordning (EEG) nr 1223/81 [4], fastställs metoder för bestämning av oljehalten i oljeväxtfrö, nämligen den metod som anges i bilaga 5 till den förordningen. En ny metod som använder spektrometri med magnetisk kärnspinnresonans har nyligen utvecklats. Medlemsstaterna bör få tillstånd att använda den metoden.

De åtgärder som föreskrivs i denna förordning är förenliga med yttrandet från Förvaltningskommittén för oljor och fetter.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Förordning (EEG) nr 1470/68 ändras på följande sätt:

1. Artikel 2.1 skall ersättas med följande:

"1. Den bestämning av oljehalten som krävs enligt artikel 4 i förordning nr 282/67/EEG och artikel 32 i kommissionens förordning (EEG) nr 2681/83 [1] skall ske enligt den metod som anges i bilaga 5 till denna förordning.

Medlemsstaterna får dock i fråga om rybs- och rapsfrö även använda den metod som anges i bilaga 7 till denna förordning. I de fall då tvist uppstår om provresultaten, skall den i bilaga 5 angivna metoden användas och dess resultat skall gälla i första hand.

---

[1] EGT nr L 266, 28.9.1983, s. 1."

2. En ny bilaga 7 läggs till och texten till den anges i bilagan till denna förordning.

Artikel 2

Denna förordning träder i kraft den tredje dagen efter det att den har offentliggjorts i *Europeiska gemenskapernas officiella tidning*.

Denna förordning är till alla delar bindande och direkt tillämplig i alla medlemsstater.

Utfärdad i Bryssel den 14 december 1984.

På kommissionens vägnar

Poul DALSAGER

Ledamot av kommissionen

---

[1] EGT nr 172, 30.9.1966, s. 3025/66.
[2] EGT nr L 208, 3.8.1984, s. 1.
[3] EGT nr L 239, 28.9.1968, s. 2.
[4] EGT nr L 124, 8.5.1981, s. 10.

BILAGA

"BILAGA 7

BESTÄMNING AV OLJEHALTEN I RYBS- OCH RAPSFRÖN GENOM SPEKTROMETRI MED MAGNETISK KÄRNSPINNRESONANS

1. SYFTE OCH TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Den beskrivna metoden används för att bestämma oljehalten i rybs- och rapsfrö.

2. PRINCIP

Att med lågupplösande magnetisk kärnspinnresonans (NMR) bestämma utslaget från flytande vätehaltiga föreningar i frö som tidigare har torkats. Beräkning av oljehalten med hjälp av resultaten av NMR-undersökningen, med beaktande av det utslag som beror på andra ämnen än fetter i fröna.

3. UTRUSTNING

3.1 Spektrometer för magnetisk kärnspinnresonans av typen kontinuerlig våg med låg upplösning, installerad i ett termostatstyrt rum.

3.2 Nessler-rör, 100 ml, kalibrerade vid 40 ml (ungefär 50 mm från rörets botten), lämpliga att användas med NMR-spektrometern (3.1).

3.3 Värmeskåp, inställt på 103 ± 2 °C.

3.4 Teflonpropp med hållare som passar till Nessler-rör (3.2).

3.5 Exsickator.

4. PROVUTTAGNING

4.1 Provuttagningen skall ske på det sätt som anges i bilaga 1 till kommissionens förordning (EEG) nr 1470/68.

4.2 Reducera det uttagna provet till analysprov enligt vad som anges i bilaga 2 till kommissionens förordning (EEG) nr 1470/68.

5. FÖRFARANDE

5.1 **Iordningställande av standard för rapsolja och extraherat rapsfrö**

5.1.1 Välj ut ett prov av rapsfrön (rent och fritt från orenheter), i vilket oljans fettsyresammansättning så nära som möjligt motsvarar den som finns hos det rapsfrö vars oljehalt skall analyseras.

Torka en vägd kvantitet av de frön som utvalts som standardfrö (minst 250 g) vid 103 ± 2 °C under 17 timmar ± 1 timme enligt den metod som anges i bilaga 3 till förordning (EEG) nr 1470/68. Låt svalna i en exsickator (3.5).

5.1.2 Extrahera oljan ur det torkade standardfröet (5.1.1.) enligt den i förordning (EEG) nr 1470/68 fastställda metoden.

Överför den extraherade oljan till en ren, torr glasbehållare som utan svårighet kan förslutas på ett effektivt sätt. Behåll den fettfria återstoden, torka den i ett värmeskåp (3.3) vid 103 ± 2 °C under 17 timmar. Låt återstoden svalna i en exsickator (3.5), väg den och lagra den i en lufttät behållare.

5.2 **Kalibrering av spektrometern**

5.2.1 Väg noga (på 10 mg när) upp 5 g, 10 g, 20 g och 30 g av den torra, extraherade standardoljan (5.1.2) i separata Nessler-rör (3.2) och se noga till att inga små oljedroppar fastnar på rörväggarna ovanför rörens analysdel.

5.2.2 För in ett tomt Nessler-rör (3.2) i spektrometern (3.1) och nollställ intrumentet enligt tillverkarens anvisningar.

5.2.3 Mät utslaget (R_5, R_{10}, R_{20}, R_{30}) för varje rör som innehåller standardolja och beräkna medelvärdet av tre på varandra följande avläsningar för att få fram utslaget för varje standardolja.

5.2.4 Rita ett diagram över medelvärdena från de tre avläsningarna för varje standardolja, där standardernas massa utgör x-koordinatorn.

En rät linje som går genom ursprungsprovet bör erhållas. Om detta inte är fallet bör spektrometern kontrolleras och justeras.

5.3 **Mätningar**

5.3.1 Torka provet (rent och utan orenheter) (4.1) på samma sätt som beskrivits för standardprovet (5.1.1).

Anmärkning:

Sedan proverna svalnat bör de flyttas till det rum där NMR-spektrometern är installerad minst en timme före analysen.

5.3.2 Mät upp 25,00 g av det torra provet i ett Nessler-rör (3.2) och tryck ned teflonproppen med hållaren (3.4) till fröytan.

Anmärkning:

Ett prov med 25 g rapsfrö har en volym av cirka 40 ml och den provmängden är den mest effektiva för ett standardinstrument på 40 ml. Provsatser på mer än 25 g kan analyseras med instrument som är försedda med en analysdel, avsedd för prover med större volym än 40 ml.

5.3.3 Överför röret med det torkade provet till NMR-spektrometern (3.1) och mät utslaget (R_5), där R_5 är medelvärdet av tre på varandra följande avläsningar.

5.3.4 Upprepa mätningen med ytterligare ett torkat prov på 25,00 g.

5.3.5 Fyll ett tarerat Nessler-rör (3.2) upp till kalibreringsmärket för 40 ml med standardprovet av torra, fettfria frörester (5.1.2.). Väg röret och dess innehåll och beräkna massan av frörester (i röret). Flytta över Nesslerröret till spektrometern och mät utslaget (R_f) på samma sätt som för provet.

6. RESULTATANGIVELSE

6.1 **Beräkning av oljehalt på grundval av torrvikten**

Den skenbara oljehalten i de torra fröna, (O) i procent (w/w) beräknas med formeln:

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

där

R_s är NMR-utslaget för provet, bestämt enligt 5.3.3.
R_x är NMR-utslaget för x g råolja (20 eller 30 g), bestämt enligt 5.2.3.
m_x är massan i g av provet av x g råolja (20 eller 30 g).
m_{ds} är massan i g av det torkade fröprovet (25,00 g).

Andelen frörester, (C) i procent (w/w) av den skenbara oljehalten (O) beräknas med formeln:

$$\cos C = \frac{R_f \cdot m_x \cdot m_t \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds} \cdot m_f}$$

där:

R_f är provresultatet i NMR-spektrometern av torkade rester, fastställt enligt 5.3.5.
m_t är massan i g av provmängden av torkade rester.
m_r är massan i g av den återstod som motsvarar återstoden av 25,00 g torkade frön, bestämd enligt 5.1.

Oljehalten i de torra fröna i procent (w/w) beräknas sålunda med formeln:

olja % (torkade frön) = O – C

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

6.2 **Beräkning av oljehalt på grundval av obehandlat frö**

Oljehalten i färska frön i procent (w/w) beräknas med formeln:

$$\text{olja \% (obehandlade frön)} = \left(R_s - R_f \cdot \frac{m_t}{m_f}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}} \cdot \left(1 - \frac{a}{100}\right)$$

där:

a är vattenhalten i fröna i procent (w/w), bestämd enligt bilaga 3 till kommissionens förordning (EEG) nr 1470/68.

6.3 **Repeterbarhet**

6.3.1 Skillnaden mellan oljebestämningarna för de två proverna får inte överstiga 0,4 g olja per 100 g prov.

6.3.2 Om skillnaden mellan de två proverna överstiger 0,4 g olja per 100 g prov, skall mätningen av de två proverna göras om.

6.3.3 Om skillnaden mellan de två proverna fortfarande överstiger 0,4 g olja per 100 g prov, skall nya prover tas från analysprovet och hela förfarandet upprepas.

6.3.4 Om skillnaden mellan bestämningarna av den nya provuppsättningen överstiger 0,4 g olja per 100 g prov, skall oljehalten i provet i fråga bestämmas enligt den metod som beskrivs i bilaga 5 till kommissionens förordning (EEG) nr 1470/68.

7. ANMÄRKNINGAR

7.1 **Noggrannhet vid bestämning av oljehalten**

Noggrannheten vid bestämning av oljehalten genom NMR-spektometri skall kontrolleras minst en gång per månad genom att NMR-resultaten jämförs med de resultat som erhålls vid extraktion med n-hexan enligt den metod som beskrivs i bilaga 5 till kommissionens förordning (EEG) nr 1470/68.

Detta görs rutinmässigt samtidigt med det månatliga iordningställandet av standardprovet (5.1).

Skillnaden mellan de resultat som erhålls genom NMR-spektrometri och extraktion med n-hexan får inte överstiga 0,4 g olja per 100 g prov.

Om skillnaden mellan de resultat som erhålls genom NMR-spektrometri och extraktion med n-hexan överstiger 0,4 g olja per 100 g prov, upprepas extraktionen och en ny kalibrering av NMR-spektrometern utförs enligt punkt 5.2.

7.2 **Störningar på grund av järnhaltiga metaller**

Spårmängder av järnhaltiga metaller påverkar resultaten. Det rekommenderas att sådana föreningar avlägsnas med en magnet.

Om järnhaltiga metaller utgör ett problem rekommenderas att oljehalten i provet i fråga bestäms enligt den metod som beskrivs i bilaga 5 till kommissionens förordning (EEG) nr 1470/68."