RÈGLEMENT (CEE) N° 3519/84 DE LA COMMISSION

du 14 décembre 1984

modifiant le règlement (CEE) n° 1470/68 relatif à la prise et réduction des échantillons ainsi qu'à la détermination de la teneur en huile, en impuretés et en humidité des graines oléagineuses

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement n° 136/66/CEE du Conseil, du 22 septembre 1966, portant établissement d'une organisation commune des marchés dans le secteur des matières grasses (1), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 2260/84 (2), et notamment son article 27 paragraphe 5,

considérant que le règlement (CEE) n° 1470/68 de la Commission (3), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1223/81 (4), prévoit à son annexe V une méthode de détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses ; que, récemment, une nouvelle méthode, par spectrométrie à résonance magnétique nucléaire, a été mise au point ; qu'il est opportun de laisser aux États membres le choix d'utiliser cette méthode ;

considérant que les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du comité de gestion des matières grasses,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

Article premier

Le règlement (CEE) n° 1470/68 est modifié comme suit.

1) L'article 2 paragraphe 1 est remplacé par le texte suivant :

« 1. La détermination de la teneur en huile, visée à l'article 4 du règlement n° 282/67/CEE et à l'article 32 du règlement (CEE) n° 2681/83 de la Commission (1), est effectuée selon la méthode définie à l'annexe V du présent règlement.

Toutefois, en ce qui concerne les graines de colza et de navette, les États membres peuvent également utiliser la méthode visée à l'annexe VII du présent règlement. Dans ce cas, lorsque le résultat de l'analyse est contesté, il est fait recours à la méthode visée à l'annexe V.

Le résultat de cette dernière méthode fait foi.

(1) JO n° L 266 du 28. 9. 1983, p. 1. »

2) L'annexe du présent règlement est ajoutée comme annexe VII.

Article 2

Le présent règlement entre en vigueur le troisième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes.*

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 14 décembre 1984.

Par la Commission

Poul DALSAGER

Membre de la Commission

(1) JO n° 172 du 30. 9. 1966, p. 3025/66.
(2) JO n° L 208 du 3. 8. 1984, p. 1.
(3) JO n° L 239 du 28. 9. 1968, p. 2.
(4) JO n° L 124 du 8. 5. 1981, p. 10.

ANNEXE

« ANNEXE VII

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN HUILE DES GRAINES DE COLZA ET DE NAVETTE PAR SPECTROMÉTRIE À RÉSONANCE MAGNÉTIQUE NUCLÉAIRE

1. OBJET ET CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode permet de déterminer la teneur en huile des graines de colza et de navette.

2. PRINCIPE

Détermination par résonance magnétique nucléaire (RMN) à faible résolution de la réponse des composés liquides contenant de l'hydrogène et se trouvant dans des graines séchées. Le calcul de la teneur en huile se fait à partir de la valeur de la réponse RMN compte tenu de la réponse imputable à la matière non grasse contenue dans les graines.

3. APPAREILLAGE

3.1. Spectromètre à résonance magnétique nucléaire à ondes continues, de faible résolution, installé dans un local climatisé.

3.2. Cylindres de Nessler de 100 ml, jaugés à 40 ml (approximativement 50 mm à partir du fond de l'éprouvette) utilisables avec le spectromètre RMN (3.1).

3.3. Étuve réglée à 103 ± 2 °C.

3.4. Bouchon en téflon à élément de préhension adapté aux cylindres de Nessler (3.2).

3.5. Dessiccateur.

4. ÉCHANTILLONNAGE

4.1. Prélever l'échantillon conformément à l'annexe I du règlement (CEE) n° 1470/68 de la Commission.

4.2. Réduire l'échantillon prélevé pour analyse conformément à l'annexe II du règlement (CEE) n° 1470/68.

5. MODE OPÉRATOIRE

5.1. **Préparation des échantillons de référence d'huile de colza et de résidus de graines de colza extraites**

5.1.1. Prendre un échantillon de référence de graines de colza (nettoyé et débarrassé de toute impureté) dans lequel la composition des acides gras de l'huile correspond aussi étroitement que possible à celle du colza à analyser aux fins de détermination de sa teneur en huile.

Sécher une quantité déterminée de graines retenue en tant qu'échantillon de référence (au moins 250 g) à 103 ± 2 °C pendant 17 heures ± 1 heure selon la méthode de l'annexe III du règlement (CEE) n° 1470/68. Refroidir dans un dessiccateur (3.5).

5.1.2. Extraire l'huile des graines de référence séchées (5.1.1) selon la méthode décrite dans le règlement (CEE) n° 1470/68.

Transvaser l'huile extraite dans un récipient de verre propre et sec pouvant aussitôt être fermé hermétiquement. Conserver le résidu dégraissé, le sécher dans une étuve (3.3) à 103 ± 2 °C pendant 17 heures ; refroidir le résidu dans un dessiccateur (3.5), peser et conserver dans un récipient hermétique.

5.2. **Étalonnage du spectromètre**

5.2.1. Peser (à 10 mg près) des quantités de 5, 10, 20 et 30 g de l'huile de référence extraite sèche (5.1.2) dans des cylindres de Nessler (3.2) en évitant que des gouttelettes d'huile adhèrent à la paroi des cylindres au-dessus de la fraction utilisée.

5.2.2. Placer un cylindre de Nessler vide (3.2) dans le spectromètre RMN (3.1) et régler la réponse de l'instrument au point 0 suivant les instructions du fabricant.

5.2.3. Mesurer la réponse (R_5, R_{10}, R_{20}, R_{30}) pour chacune des éprouvettes contenant les quantités d'huile de référence en calculant la valeur moyenne de trois lectures consécutives pour obtenir la réponse de chaque type d'huile.

5.2.4. Dresser un graphique à partir de la moyenne des trois lectures correspondant à chaque type d'huile de référence, ces données représentant les coordonnées et la masse des huiles types formant les abcisses.

On doit obtenir une ligne droite passant par l'origine, sinon le réglage du spectromètre doit être contrôlé.

5.3. **Mesure**

5.3.1. Sécher l'échantillon à tester (4.1) (nettoyé et débarrassé de toute impureté) conformément à la technique décrite pour l'étalon de référence (5.1.1).

NB :

Après refroidissement, les échantillons séchés à doser doivent être transférés dans la salle où est installé le spectromètre RMN, au moins une heure avant l'analyse.

5.3.2. Peser 25 g de l'échantillon séché à tester dans un cylindre de Nessler (3.2) et y enfoncer le bouchon de téflon en le tenant par l'élément de préhension (3.4) jusqu'au niveau des graines.

NB :

Un échantillon de 25 g de graines de colza correspond à un volume d'environ 40 ml et représente la meilleure utilisation d'un instrument type d'une capacité de 40 ml. Des échantillons de plus de 25 g peuvent être testés dans des instruments conçus pour l'analyse d'échantillons occupant un volume de plus de 40 ml.

5.3.3. Mettre le tube contenant l'échantillon séché à tester dans le spectromètre RMN (3.1) et mesurer la réponse (R_s), celle-ci représentant la moyenne de trois lectures consécutives.

5.3.4. Répéter la mesure avec un autre échantillon d'essai séché de 25 g.

5.3.5. Remplir un cylindre de Nessler taré (3.2) jusqu'à la marque de jaugeage de 40 ml avec des résidus de référence de graines dégraissées, séchées (5.1.2). Peser le cylindre et son contenu et calculer la masse du résidu de graines (dans le cylindre). Placer le cylindre de Nessler dans le spectromètre RMN et mesurer la réponse (R_r) selon la méthode appliquée à l'échantillon d'essai.

6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

6.1. **Calcul de la teneur en huile sur la base du poids sec**

La teneur apparente en huile des graines séchées (O) en pourcentage (p/p) est donnée par la formule suivante :

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

dans laquelle :

R_s est la réponse RMN de l'échantillon visé au point 5.3.3 ;

R_x est la réponse RMN de x grammes d'huile brute (20 ou 30 g) conformément au point 5.2.3 ;

m_x est la masse en grammes de l'échantillon de x grammes d'huile brute (20 ou 30 g) ;

m_{ds} est la masse en grammes de l'échantillon de graines séchées (25,00 g).

La part du résidu (C) en pourcentage (p/p) dans la teneur apparente en huile (O) est donnée par la formule suivante :

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

dans laquelle :

R_r est la réponse RMN du résidu sec visé au point 5.3.5 ;

m_r est la masse en grammes de la fraction de résidu sec à tester ;

m_t est la masse en grammes du résidu correspondant à celui de 25 g de graines séchées, visées au point 5.1.

La teneur en huile des graines séchées, exprimée en pourcentage (p/p) est donc donnée par la formule suivante :

$$\% \text{ d'huile (graines sèches)} = O - C = \left(R_s - R_r \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}}$$

6.2. **Calcul de la teneur en huile de l'échantillon tel quel**

La teneur en huile de graines non traitées en pourcentage (p/p) est donnée par la formule suivante :

$$\% \text{ d'huile (échantillon tel quel)} = \left(R_s - R_r \cdot \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}} \cdot \left(1 - \frac{a}{100}\right)$$

dans laquelle :

a est la teneur en humidité des graines exprimées en pourcentage (p/p) déterminée conformément à l'annexe III du règlement (CEE) n° 1470/68.

6.3. **Répétabilité**

6.3.1. La différence entre les résultats de détermination de la teneur en huile des deux échantillons d'essai ne doit pas dépasser 0,4 g d'huile par 100 g d'échantillon.

6.3.2. Si la différence entre les deux échantillons d'essai dépasse 0,4 g d'huile par 100 g d'échantillon, répéter la mesure des deux échantillons.

6.3.3. Si la différence entre les deux échantillons d'essai reste encore supérieure à 0,4 g d'huile par 100 g d'échantillon, prélever de nouveaux échantillons à des fins d'analyse et recommencer toute la procédure.

6.3.4. Si la différence entre les résultats de dosage de la nouvelle série d'échantillons dépasse 0,4 g d'huile par 100 g d'échantillon, déterminer la teneur en huile de l'échantillon considéré selon la méthode décrite à l'annexe V du règlement (CEE) n° 1470/68.

7. REMARQUES

7.1. **Précision du dosage de l'huile**

La précision de la détermination de la teneur en huile par spectrométrie RMN doit être contrôlée au moins une fois par mois par comparaison des résultats RMN avec ceux obtenus par extraction à l'n-hexane selon la méthode décrite à l'annexe V du règlement (CEE) n° 1470/68.

Cette opération de routine s'effectue en même temps que la préparation mensuelle de l'échantillon d'huile de référence (5.1).

La différence entre les résultats obtenus par la méthode RMN et ceux obtenus par extraction à n-hexane, ne doit pas dépasser 0,4 g d'huile par 100 g d'échantillon.

Si la différence entre les résultats obtenus selon les deux méthodes considérées dépasse 0,4 g d'huile par 100 g d'échantillon, répéter l'extraction et réétalonner le spectromètre RMN conformément au point 5.2.

7.2. **Interférence des métaux ferreux**

Les métaux ferreux à l'état de traces influent sur les résultats. Il est recommandé d'éliminer ces ingrédients à l'aide d'un aimant.

Si la présence de métaux ferreux est source de difficultés, il est recommandé de déterminer la teneur en huile de l'échantillon considéré conformément à la méthode décrite à l'annexe V du règlement (CEE) n° 1470/68. »