VERORDNUNG (EWG) Nr. 3519/84 DER KOMMISSION

vom 14. Dezember 1984

zur Änderung der Verordnung (EWG) Nr. 1470/68 über die Entnahme und Verkleinerung von Proben sowie über die Bestimmung des Gehalts der Ölsaaten an Öl, Fremdbestandteilen und Feuchtigkeit

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft,

gestützt auf die Verordnung Nr. 136/66/EWG des Rates vom 22. September 1966 über die Errichtung einer gemeinsamen Marktorganisation für Fette (1), zuletzt geändert durch die Verordnung (EWG) Nr. 2260/84 (2), insbesondere auf Artikel 27 Absatz 5,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Die Verordnung (EWG) Nr. 1470/68 der Kommission (3), zuletzt geändert durch die Verordnung (EWG) Nr. 1223/81 (4), sieht in Anhang V eine Methode der Bestimmung des Gehalts der Ölsaaten an Öl vor. Vor kurzem wurde als neue Methode die Spektrometrie durch magnetische Kernresonanz entwickelt. Es empfiehlt sich, den Mitgliedstaaten die Anwendung dieser Methode freizustellen.

Die in dieser Verordnung vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Verwaltungsausschusses für Fette —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

Artikel 1

Die Verordnung (EWG) Nr. 1470/68 wird wie folgt geändert:

1. Artikel 2 Absatz 1 erhält folgende Fassung:

„(1) Die Bestimmung des Ölgehalts im Sinne des Artikels 4 der Verordnung Nr. 282/67/EWG und des Artikels 32 der Verordnung (EWG) Nr. 2681/83 der Kommission (1) erfolgt nach der in Anhang V zu dieser Verordnung erläuterten Methode.

Die Mitgliedstaaten können jedoch bei Raps- und Rübsensamen auch die in Anhang VII zu der vorliegenden Verordnung genannte Methode anwenden. In diesem Fall wird bei Widerspruch gegen das Analysenergebnis auf die in Anhang V genannte Methode, deren Ergebnis bindend ist, zurückgegriffen.

(1) ABl. Nr. L 26 vom 28. 9. 1983, S. 1."

2. Der Anhang zur vorliegenden Verordnung wird als Anhang VII angefügt.

Artikel 2

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

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

Brüssel, den 14. Dezember 1984

Für die Kommission

Poul DALSAGER

Mitglied der Kommission

(1) ABl. Nr. 172 vom 30. 9. 1966, S. 3025/66.
(2) ABl. Nr. L 208 vom 3. 8. 1984, S. 1.
(3) ABl. Nr. L 239 vom 28. 9. 1968, S. 2.
(4) ABl. Nr. L 124 vom 8. 5. 1981, S. 10.

ANHANG

„ANHANG VII

BESTIMMUNG DES ÖLGEHALTS VON RAPS- UND RÜBSENSAMEN DURCH MAGNETISCHE KERNRESONANZ-SPEKTROSKOPIE

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Die hier beschriebene Methode dient der Bestimmung des Ölgehalts von Raps- und Rübsensamen.

2. PRINZIP

Mit Hilfe der niedrig auflösenden magnetischen Kernresonanz wird das Meßsignal von flüssigen, Wasserstoff enthaltenden Verbindungen der vorher getrockneten Saat bestimmt. Der Ölgehalt wird über den NMR-Meßwert unter Berücksichtigung des Meßsignals der fettfreien Bestandteile der Saat berechnet.

3. GERÄT

3.1. Niedrig auflösendes, kontinuierlich schwingendes magnetisches Kernresonanz-Spektrometer, das in einem temperaturkontrollierten Raum aufgestellt ist.

3.2. 100-ml-Nessler-Zylinder, geeicht bei 40 ml (etwa 50 mm ab Boden der Röhre), passend zum NMR-Spektrometer (3.1).

3.3. Trockenschrank (eingestellt auf 103 ± 2°C).

3.4. Teflonstopfen mit Haltern, passend zu den Nessler-Zylindern (3.2).

3.5. Exsikkator.

4. PROBENAHME

4.1. Probenahme gemäß Beschreibung von Anhang I der Verordnung (EWG) Nr. 1470/68.

4.2. Verkleinerung der für die Analyse entnommenen Probe gemäß Beschreibung von Anhang II der Verordnung (EWG) Nr. 1470/68.

5. VERFAHREN

5.1. **Herstellung von Referenzstandards für Rapsöl und extrahierte Rückstände der Rapssaat**

5.1.1. Ausgewählt wird eine Referenzprobe Rapssaat (rein und frei von Verunreinigungen), in der die Fettsäurezusammensetzung des Öles so weit wie möglich dem Öl der Rapssaat entspricht, deren Ölgehalt bestimmt werden soll.

Eine abgewogene Menge der als Referenzprobe ausgewählten Rapssaat (mindestens 250 g) wird 17 ± 1 Stunden bei 103 ± 2 °C nach dem im Anhang III der Verordnung (EWG) Nr. 1470/68 beschriebenen Verfahren getrocknet. Anschließend läß man in einem Exsikkator (3.5) abkühlen.

5.1.2. Aus der getrockneten Referenz-Rapssaat (5.1.1) wird das Öl nach dem in der Verordnung (EWG) Nr. 1470/68 beschriebenen Verfahren extrahiert.

Das extrahierte Öl wird in ein sauberes, trockenes Glasgefäß überführt, das absolut dicht verschlossen werden kann. Der entfettete Rückstand wird zurückbehalten und 17 Stunden in einem Trockenschrank (3.3) bei 103 ± 2 °C getrocknet. Den Rückstand läß man in einem Exsikkator (3.5) abkühlen. Er wird gewogen und in einem luftdichten Gefäß aufbewahrt.

5.2. **Eichung des Spektrometers**

5.2.1. 5 g, 10 g, 20 g und 30 g des trockenen extrahierten Referenzöls (5.1.2) sind (auf 10 mg genau) in einzelne Nessler-Zylinder (3.2) abzuwiegen. Dabei sind Öltropfen an den Wänden der Zylinder oberhalb des verwendeten Teils zu vermeiden.

5.2.2. Ein leerer Nessler-Zylinder (3.2) wird in das NMR-Spektrometer (3.1) eingeführt und die Signale des Instruments gemäß den Anweisungen des Herstellers auf Null einreguliert.

5.2.3. Das Signal (R_5, R_{10}, R_{20}, R_{30}) der einzelnen Probenröhrchen, die die Referenzölstandards enthalten, wird gemessen und der Mittelwert von je drei aufeinanderfolgenden Ablesungen der einzelnen Ölstandards errechnet.

5.2.4. Die Ergebnisse werden in einem Diagramm dargestellt, wobei die Mittelwerte der drei Ablesungen jedes einzelnen Referenzölstandards auf der Koordinate, die Maße der Standards auf der Abszisse eingetragen werden. Dabei sollte eine durch den Nullpunkt verlaufende Gerade entstehen, andernfalls ist die Einstellung des Spektrometers zu überprüfen.

5.3. **Messung**

5.3.1. Die zu untersuchende Probe (4.1) ist rein und frei von Verunreinigungen entsprechend der Beschreibung für den Referenzstandard (5.1.1) zu trocknen.

Anmerkung :

Nach dem Abkühlen sollten die getrockneten Proben in den Raum gebracht werden, in dem das NMR-Spektrometer aufgestellt ist, und zwar mindestens eine Stunde vor Beginn der Analyse.

5.3.2. 25,00 g der getrockneten Probe werden in einen Nessler-Zylinder (3.2) gewogen und der Teflonstopfen mit Hilfe des Halters (3.4) bis zur Oberfläche der Saat eingeführt.

Anmerkung :

Eine Probe von 25 g Rapssaat nimmt ein Volumen von etwa 40 ml ein und ist am besten für ein Gerät mit einer Standardkapazität von 40 ml geeignet. Proben von mehr als 25 g können unter Verwendung von Geräten untersucht werden, die mit einem Probeneinschub ausgestattet sind, welcher die Untersuchung von Proben mit einem größeren Volumen als 40 ml gestattet.

5.3.3. Der Zylinder mit der getrockneten Probe wird in das NMR-Spektrometer (3.1) eingeführt und das Meßsignal (R_s) als Mittelwert von drei aufeinanderfolgenden Ablesungen ermittelt.

5.3.4. Die Messung ist mit einer weiteren getrockneten Probe von 25,00 g zu wiederholen.

5.3.5. Ein gewogener Nessler-Zylinder (3.2) wird bis zur 40-ml-Eichmarke mit dem getrockneten entfetteten Referenzsaatenrückstand (5.1.2) gefüllt. Der Zylinder und sein Inhalt werden gewogen und die Masse des Saatenrückstands (im Zylinder) errechnet. Der Nessler-Zylinder wird in das NMR-Spektrometer gegeben und das Meßsignal (R_r) in der gleichen Weise wie bei der zu untersuchenden Probe bestimmt.

6. ANGABE DER ERGEBNISSE

6.1. **Berechnung des Ölgehalts auf der Basis des Trockengewichts**

Der scheinbare Ölgehalt der trockenen Saat (O) in Prozent (m/m) ergibt sich aus der Formel :

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

R_s ist das NMR-Signal einer Probe, das nach 5.3.3 bestimmt wurde ;

R_x ist das NMR-Signal von x g rohem Öl (20 oder 30 g) das nach 5.2.3 bestimmt wurde ;

m_x ist die Masse der Probe des rohen Öles in g (20 oder 30 g) ;

m_{ds} ist die Masse der trockenen Saatenprobe in g (25 g).

Der Anteil des Rückstands C in Prozent (m/m) am scheinbaren Ölgehalt O ergibt sich aus folgender Formel :

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

R_r ist das NMR-Signal des trockenen Rückstands, das nach 5.3.5 bestimmt wurde ;

m_r ist die Masse der Probe des trockenen Rückstandes in g ;

m_t ist die Masse des Rückstands in g, die 25 g der trockenen Samen entspricht ; Bestimmung nach 5.1.

Der Ölgehalt der trockenen Saat in Prozent (m/m) ergibt sich aus der Formel :

$$\text{Öl \% (trockene Saat)} = O - C = \left(R_s - R_r \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}}$$

6.2. **Berechnung des Ölgehalts auf telle quelle-Basis**

Der Ölgehalt der frischen Saat in Prozent (m/m) ergibt sich aus der Formel :

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

wobei a der Feuchtigkeitsgehalt der Saat in Prozent (m/m) ist. Bestimmung gemäß Anhang III der Verordnung (EWG) Nr. 1470/68.

6.3. **Wiederholbarkeit**

6.3.1. Der Unterschied zwischen den Ölbestimmungen der beiden zu untersuchenden Proben darf 0,4 g Öl je 100 g Probe nicht überschreiten.

6.3.2. Übersteigt der Unterschied zwischen den beiden Untersuchungsproben 0,4 g Öl je 100 g Probe, so ist die Messung der beiden Proben zu wiederholen.

6.3.3. Übersteigt der Unterschied zwischen den beiden Proben dann noch immer 0,4 g Öl je 100 g Probe, so sind neue Proben aus der zur Analyse bestimmten Probe zu entnehmen und das ganze Verfahren ist zu wiederholen.

6.3.4. Übersteigt der Unterschied zwischen den Bestimmungen des neuen Probesatzes 0,4 g Öl je 100 g Probe, so ist der Ölgehalt der fraglichen Probe nach dem Verfahren von Anhang V der Verordnung (EWG) Nr. 1470/68 zu bestimmen.

7. ANMERKUNGEN

7.1. **Genauigkeit der Ölbestimmung**

Die Genauigkeit der Bestimmung des Ölgehalts durch NMR-Spektrometrie soll mindestens einmal im Monat durch Vergleich der NMR-Ergebnisse mit den Ergebnissen, die durch Extraktion mit n-Hexan nach dem Verfahren in Anhang V der Verordnung (EWG) Nr. 1470/68 erzielt wurden, überprüft werden.

Normalerweise erfolgt diese Überprüfung zusammen mit der monatlichen Herstellung der Ölreferenzprobe (5.1).

Der Unterschied zwischen den durch NMR und den durch Extraktion mit n-Hexan erzielten Ergebnissen darf 0,4 g Öl je 100 g Probe nicht übersteigen.

Übersteigt der Unterschied zwischen den durch NMR und den durch Extraktion mit n-Hexan erzielten Ergebnissen 0,4 g Öl je 100 g Probe, so ist die Extraktion zu wiederholen und das NMR-Spektrometer erneut, wie unter 5.2 beschrieben, zu eichen.

7.2. **Interferenz durch Eisenmetalle**

Spuren von Eisenmetallen beeinflussen die Ergebnisse; es wird daher empfohlen, diese Bestandteile mit einem Magnet zu entfernen.

Sollte die Anwesenheit von Eisenmetallen ein Problem darstellen, so wird empfohlen, den Ölgehalt der betreffenden Probe nach dem Verfahren von Anhang V der Verordnung (EWG) Nr. 1470/68 zu bestimmen."