REGOLAMENTO (CEE) N. 3519/84 DELLA COMMISSIONE

del 14 dicembre 1984

che modifica il regolamento (CEE) n. 1470/68 relativo al prelievo ed alla riduzione dei campioni nonché alla determinazione del tenore in olio, impurità ed umidità dei semi oleosi

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea,

visto il regolamento n. 136/66/CEE del Consiglio, del 22 settembre 1966, relativo all'attuazione di un'organizzazione comune dei mercati nel settore dei grassi (1), modificato da ultimo dal regolamento (CEE) n. 2260/84 (2), in particolare l'articolo 27, paragrafo 5,

considerando che il regolamento (CEE) n. 1470/68 della Commissione (3), modificato da ultimo dal regolamento (CEE) n. 1223/81 (4), prevede nell'allegato V un metodo di determinazione del tenore in olio dei semi oleosi ; che è stato recentemente messo a punto un nuovo metodo per spettrometria a risonanza magnetica nucleare ; che è opportuno lasciare agli Stati membri la scelta dell'utilizzazione di tale metodo,

considerando che le misure previste nel presente regolamento sono conformi al parere del comitato di gestione per i grassi ;

HA ADOTTATO IL PRESENTE REGOLAMENTO :

Articolo 1

Il regolamento (CEE) n. 1470/68 è modificato come segue :

1. nell'articolo 2, il testo del paragrafo 1 è sostituito dal seguente testo :

« 1. La determinazione del tenore in olio di cui all'articolo 4 del regolamento n. 282/67/CEE ed all'articolo 32 del regolamento (CEE) n. 2681/83 della Commissione (1) è effettuata secondo il metodo definito nell'allegato V del presente regolamento. Tuttavia, per i semi di colza e di ravizzone, gli Stati membri possono utilizzare anche il metodo che figura nell'allegato VII del presente regolamento. In tal caso, se il risultato dell'analisi è contestato, si ricorre al metodo che figura nell'allegato V, il cui risultato fa fede.

(1) GU n. L 266 del 28. 9. 1983, pag. 1. » ;

2. l'allegato del presente regolamento è aggiunto come allegato VII.

Articolo 2

Il presente regolamento entra in vigore il terzo giorno successivo alla pubblicazione nella *Gazzetta ufficiale delle Comunità europee.*

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

Fatto a Bruxelles, il 14 dicembre 1984.

Per la Commissione

Poul DALSAGER

Membro della Commissione

(1) GU n. 172 del 30. 9. 1966, pag. 3025/66.
(2) GU n. L 208 del 3. 8. 1984, pag. 1.
(3) GU n. L 239 del 28. 9. 1968, pag. 2.
(4) GU n. L 124 dell'8. 5. 1981, pag. 10.

ALLEGATO

« ALLEGATO VII

DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI OLIO DEI SEMI DI COLZA E DI RAVIZZONE MEDIANTE SPETTROMETRIA A RISONANZA MAGNETICA NUCLEARE

1. FINALITÀ E CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo descritto si applica alla determinazione del contenuto di olio del seme di colza e di ravizzone.

2. PRINCIPIO

Determinazione per risonanza magnetica nucleare a bassa risoluzione del responso dei composti liquidi contenenti idrogeno in semi previamente essiccati.

Calcolo del contenuto d'olio a partire dal responso NMR ottenuto, lasciando un opportuno margine per il responso dovuto alle sostanze non grasse contenute nel seme.

3. APPARECCHIATURA

3.1. Spettrometro a risonanza magnetica nucleare, tipo ad onda continua e bassa risoluzione, installato in ambiente termostatato.

3.2. Cilindri Nessler da 100 ml, tarati a 40 ml (a 50 mm circa dal fondo del tubo), idonei all'impiego con lo spettrometro NMR (3.1).

3.3. Stufa regolata a 103 ± 2 °C.

3.4. Tappo di teflon con supporto, adattabile ai cilindri Nessler (3.2).

3.5. Essiccatore.

4. CAMPIONAMENTO

4.1. Prelevare il campione come descritto nell'allegato I al regolamento (CEE) n. 1470/68 della Commissione.

4.2 Ridurre il campione prelevato in vista dell'analisi come descritto nell'allegato II del regolamento (CEE) n. 1470/68.

5. MODO DI OPERARE

5.1. **Preparazione degli standard di riferimento dell'olio di colza e del residuo del colza dopo estrazione**

5.1.1. Scegliere un campione di riferimento di colza (pulito ed esente da impurezze) nel quale la composizione in acidi grassi dell'olio corrisponda quanto più possibile da vicino a quella del colza di cui deve essere determinato il contenuto dell'olio.

Pesare un'opportuna quantità (almeno 250 g) dei semi prescelti quale termine di riferimento ; essiccarli a 103 ± 2 °C per 17 ± 1 ore secondo il metodo fissato nell'allegato III del regolamento (CEE) n. 1470/68. Lasciare raffreddare in essiccatore (3.5).

5.1.2. Estrarre l'olio dai semi di riferimento essiccati (5.1.1) secondo il metodo stabilito nel regolamento (CEE) n. 1470/68.

Trasferire l'olio estratto in un recipiente di vetro pulito, asciutto e suscettibile di chiusura immediata ed efficace. Conservare il residuo delipidato ed essiccarlo in stufa (3.3) a 103 ± 2 °C per 17 ore ; raffreddare il residuo in essiccatore (3.5), pesare e conservare in contenitore a tenuta d'aria.

5.2. **Taratura dello spettrometro**

5.2.1. In altrettanti cilindri Nessler (3.2), pesare con esattezza (con l'approssimazione di 10 mg) quantitativi da 5 g, 10 g, 20 g e 30 g dell'olio di riferimento (5.1.2) estratto ed essiccato, avendo cura di evitare che goccioline d'olio aderiscano alle pareti dei cilindri al di sopra della loro parte operativa.

5.2.2. Introdurre un cilindro Nessler (3.2) vuoto nello spettrometro NMR (3.1) e azzerare lo strumento seguendo le istruzioni del fabbricante.

5.2.3. Misurare i responsi (R_5, R_{10}, R_{20}, R_{30}) per ciascuna dei tubi contenenti gli standard di riferimento dell'olio, calcolando il valore medio di tre letture ripetitive per il responso di ciascuno standard dell'olio.

5.2.4. Tracciare un grafico, riportando in ordinata la media delle tre letture per ciascuno degli standard di riferimento dell'olio e in ascissa le masse degli standard. Il grafico dovrebbe essere costituito da una retta passante per l'origine : in caso contrario, verificare la regolazione dello spettrometro.

5.3. **Misurazione**

5.3.1. Essiccare il campione (pulito ed esente da impurezza) (4.1) nel modo descritto per lo standard di riferimento (5.1.1).

Nota :

Dopo raffreddamento, i campioni essiccati da esaminare devono essere trasferiti nel locale in cui è installato lo spettrometro NMR almeno un'ora prima dell'analisi.

5.3.2. Pesare 25 g del campione essiccato in un tubo di Nessler (3.2) e spingere il tappo di teflon verso il basso del supporto (3.4) in direzione della superficie dei semi.

Nota :

Un campione da 25 g di olio di colza occupa un volume di 40 ml circa e permette l'impiego più efficace di uno strumento della capacità standard di 40 ml. Campioni superiori a 25 g possono essere analizzati impiegando strumenti provvisti di accessori che permettano l'analisi di campioni con un volume superiore a 40 ml.

5.3.3. Introdurre nello spettrometro NMR (3.1) il tubo contenente il campione essiccato e misurare il responso (R_s), determinato attraverso la media di tre letture rispettive.

5.3.4. Ripetere la misurazione con un ulteriore campione essiccato da 25 g.

5.3.5. Riempire un cilindro Nessler tarato (3.2) fino al segno di taratura a 40 ml con il residuo dei semi di riferimento delipidato ed essiccato (5.1.2). Pesare il cilindro e il suo contenuto e calcolare la massa del residuo dei semi (nel cilindro). Trasferire il tubo Nessler nello spettrometro NMR e misurare il responso (R_r) seguendo la stessa procedura impiegata per il campione da esaminare.

6. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

6.1. **Calcolo del contenuto d'olio riferito al peso secco**

Il valore apparente (0) del contenuto d'olio nei semi secchi, espresso come percentuale (p/p), è dato dalla formula :

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

in cui :

R_s = responso NMR di un campione, come determinato al punto 5.3.3 ;

R_x = responso NMR di x g di olio grezzo (20 o 30 g), come determinato al punto 5.2.3 ;

m_x = massa in grammi del campione di x g di olio grezzo (20 o 30 g) ;

m_{ds} = massa in grammi del campione di semi essiccati (25,00 g).

Il contributo (C) del residuo, espresso come percentuale (p/p) rispetto al contenuto apparente (0) di olio, è dato dalla formula :

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

dove :

R_r = responso NMR del residuo secco, come determinato al punto 5.3.5 ;

m_r = massa in g della porzione esaminata di residuo secco ;

m_t = massa in g del residuo equivalente a quello proveniente da 25 g di semi secchi come determinato al punto 5.1.

Il contenuto d'olio dei semi secchi, espresso come percentuale (p/p), è quindi espresso dalla formula :

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

6.2. **Calcolo del contenuto d'olio riferito ai semi freschi tal quali**

Il contenuto d'olio dei semi freschi, espresso come percentuale (p/p) è dato dalla formula :

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

in cui :

a = contenuto di umidità dei semi, espresso come percentuale (p/p), e determinato secondo l'allegato III del regolamento (CEE) n. 1470/68 della Commissione.

6.3. **Ripetibilità**

6.3.1. La differenza fra le determinazioni dell'olio, effettuate su due aliquote del campione, non deve superare 0,4 g di olio su 100 g di campione.

6.3.2. Se la differenza fra le due aliquote supera 0,4 g d'olio su 100 g di campione, le misure sui due campioni devono essere ripetute.

6.3.3. Se la differenza fra le due aliquote supera ancora 0,4 g d'olio su 100 g di campione, dal campione per l'analisi dovranno essere prelevate nuove aliquote e l'intera procedura dovrà essere ripetuta.

6.3.4. Se la differenza fra le determinazioni su un nuovo gruppo di aliquote supera 0,4 g di olio su 100 g di campione, il contenuto d'olio del campione in causa deve essere determinato in conformità del metodo descritto all'allegato V del regolamento (CEE) n. 1470/68.

7. OSSERVAZIONI

7.1. Precisione della determinazione del contenuto d'olio per spettrometria NMR con i risultati ottenuti per estrazione con n-esano in conformità del metodo descritto all'allegato V del regolamento (CEE) n. 1470/68 della Commissione.

In via di routine, tale controllo viene effettuato simultaneamente alla preparazione mensile del campione di riferimento d'olio (5.1).

La differenza tra i risultati ottenuti per NMR e per estrazione con n-esano non deve superare 0,4 g d'olio per 100 g di campione.

Se la differenza fra i risultati ottenuti per NMR e per estrazione con n-esano supera 0,4 g d'olio per 100 g di campione, l'estrazione viene ripetuta e si procede ad una nuova taratura dello spettrometro NMR descritto al punto 5.2.

7.2. **Interferenza dei metalli ferrosi**

Tracce di metalli ferrosi sono capaci di interferire con il risultato. Si raccomanda di eliminare tali composti mediante una calamita.

Qualora la presenza di metalli ferrosi costituisca un problema, si raccomanda di determinare il contenuto d'olio del campione in conformità del metodo descritto all'allegato V del regolamento (CEE) n. 1470/68 della Commissione. ».