VERORDENING (EEG) Nr. 3519/84 VAN DE COMMISSIE

van 14 december 1984

tot wijziging van Verordening (EEG) nr. 1470/68 betreffende het nemen en het omzetten van monsters alsmede betreffende het bepalen van het oliegehalte, het gehalte aan onzuiverheden en het vochtgehalte van oliehoudende zaden

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op Verordening nr. 136/66/EEG van de Raad van 22 september 1966 houdende de totstandbrenging van een gemeenschappelijke ordening der markten in de sector oliën en vetten (1), laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EEG) nr. 2260/84 (2), en met name op artikel 27, lid 5,

Overwegende dat in bijlage V van Verordening (EEG) nr. 1470/68 van de Commissie (3), laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EEG) nr. 1223/81 (4), een methode is vastgesteld voor het bepalen van het oliegehalte van oliehoudende zaden ; dat onlangs een nieuwe methode is uitgewerkt, waarbij van kernmagnetische resonantiespectrometrie gebruik wordt gemaakt ; dat het dienstig is de Lid-Staten de mogelijkheid te laten om deze methode te kiezen ;

Overwegende dat de in deze verordening vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Comité van beheer voor oliën en vetten,

HEEFT DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD :

Artikel 1

Verordening (EEG) nr. 1470/68 wordt als volgt gewijzigd :

1. Artikel 2, lid 1, wordt gelezen :

„1. De bepaling van het oliegehalte als bedoeld in artikel 4 van Verordening nr. 282/67/EEG en in artikel 32 van Verordening (EEG) nr. 2681/83 van de Commissie (1) geschiedt volgens de in bijlage V bij deze verordening beschreven methode.

De Lid-Staten mogen evenwel voor zover het kool- en raapzaad betreft ook de in bijlage VII van deze verordening beschreven methode toepassen. In dat geval wordt, wanneer de analyse-uitkomst wordt aangevochten, een beroep gedaan op de in bijlage V beschreven methode waarvan de uitkomst beslissend is.

---

(1) PB nr. L 266 van 28. 9. 1983, blz. 1.".

2. De bijlage bij deze verordening wordt toegevoegd als bijlage VII.

Artikel 2

Deze verordening treedt in werking op de derde dag volgende op die van haar bekendmaking in het *Publikatieblad van de Europese Gemeenschappen.*

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in elke Lid-Staat.

Gedaan te Brussel, 14 december 1984.

Voor de Commissie

Poul DALSAGER

Lid van de Commissie

---

(1) PB nr. 172 van 30. 9. 1966, blz. 3025/66.
(2) PB nr. L 208 van 3. 8. 1984, blz. 1.
(3) PB nr. L 239 van 28. 9. 1968, blz. 2.
(4) PB nr. L 124 van 8. 5. 1981, blz. 10.

BIJLAGE

„BIJLAGE VII

BEPALING VAN HET OLIEGEHALTE VAN KOOLZAAD EN RAAPZAAD DOOR MIDDEL VAN KERNMAGNETISCHE RESONANTIESPECTROMETRIE

1. DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

De beschreven methode behandelt de bepaling van het gehalte in kool- en raapzaad.

2. PRINCIPE

Bepaling van de uitslag van vloeibare, waterstofbevattende verbindingen in vooraf gedroogd zaad bij kernmagnetische resonantie (NMR) met geringe scheiding. Berekening van het oliegehalte uit de NMR-uitslag na aftrekking van de uitslag veroorzaakt door niet-vetstoffen in het zaad.

3. APPARATUUR

3.1. Kernmagnetische resonantiespectrometer, „continuous wave low resolution type", geïnstalleerd in een ruimte met constante temperatuur.

3.2. Nessler-cylinders, 100 ml, met maatstreep bij 40 ml (ongeveer 50 mm boven de onderkant van de buis), geschikt voor de NMR-spectrometer (3.1).

3.3. Oven, ingesteld op 103 ± 2 °C.

3.4. Teflon-stop met houder die in de Nessler-cylinders (3.2) past.

3.5. Exsiccator.

4. MONSTERNEMING

4.1. Neem het monster volgens de aanwijzingen van bijlage I bij Verordening (EEG) nr. 1470/68.

4.2. Verklein het genomen monster voor analyse volgens de aanwijzingen van bijlage II bij Verordening (EEG) nr. 1470/68.

5. WERKWIJZE

5.1. **Bereiding van referentiestandaards koolzaadolie en geëxtraheerd koolzaadresidu**

5.1.1. Kies een referentiemonster koolzaad (gereinigd en vrij van verontreiniging) waarvan de vetzuursamenstelling van de olie zo dicht mogelijk ligt bij die van het koolzaad waarvan het oliegehalte moet worden bepaald.
Droog een gewogen hoeveelheid van het als referentie gekozen zaad (ten minste 250 g) bij 103 ± 2 °C gedurende 17 ± 1 uur volgens de methode van bijlage III van Verordening (EEG) nr. 1470/68. Laat deze vervolgens in een exsiccator (3.5) afkoelen.

5.1.2. Extraheer de olie uit het gedroogde referentiezaad (5.1.1) volgens de methode van Verordening (EEG) nr. 1470/68. Breng de geëxtraheerde olie over in een schoon en droog glazen vat dat gemakkelijk en volledig kan worden afgesloten.

Neem het ontvette residu, droog het in een oven (3.3) bij 103 ± 2 °C gedurende 17 uur ; laat het in een exsiccator (3.5) afkoelen, weeg het en bewaar het in een luchtdichte verpakking.

5.2. **IJking van de spectrometer**

5.2.1. Weeg op minder dan 10 mg nauwkeurig hoeveelheden van 5 g, 10 g, 20 g en 30 g droge geëxtraheerde referentieolie (5.1.2) af in afzonderlijke Nessler-cylinders (3.2) en zorg er daarbij voor dat er geen druppels olie boven de werkhoogte aan de wanden van de cylinders blijven hangen.

5.2.2. Breng een lege Nessler-cylinder (3.2) in de NMR-spectrometer (3.1) en stel de uitslag van het instrument op nul volgens de bij de spectrometer behorende aanwijzingen.

5.2.3. Bepaal de uitslag (R_5, R_{10}, R_{20}, R_{30}) voor elk van de buizen met de referentie-oliestandaards als gemiddelde van drie achtereenvolgende metingen van de uitslag van elke oliestandaard.

5.2.4. Zet deze gemiddelde waarden voor elk van de referentieoliestandaards in een grafiek uit op de x-as en de massa van de bijbehorende standaards op de y-as. Dit moet een rechte lijn door de oorsprong opleveren, zo niet dan moet de afregeling van de spectrometer worden gecontroleerd.

5.3. **Meting**

5.3.1. Droog het testmonster (gereinigd en vrij van verontreiniging) (4.1) op dezelfde wijze als de referentiestandaard (5.1.1).

Opmerking :

Nadat de gedroogde testmonsters zijn afgekoeld moeten deze ten minste in één uur voor de analyse worden overgebracht naar de ruimte waarin de NMR-spectrometer zich bevindt.

5.3.2. Weeg 25,00 g van het gedroogde testmonster af in een Nesslerbuis (3.2) en druk de teflonstop (3.4) aan de houder naar beneden tot boven het oppervlak van het zaad.

Opmerking :

25 g koolzaad heeft een volume van ongeveer 40 ml en is de meest efficiënte hoeveelheid voor een instrument met een standaardcapaciteit van 40 ml. Testmonsters van meer dan 25 g kunnen worden geanalyseerd in instrumenten met een voorziening voor de analyse van monsters met een groter volume dan 40 ml.

5.3.3. Breng de buis met het gedroogde testmonster in de NMR-spectrometer (3.1) en bepaal de uitslag (R_s) als gemiddelde van drie achtereenvolgende metingen.

5.3.4. Herhaal de meting met een volgend gedroogd testmonster van 25,00 g.

5.3.5. Vul een getarreerde Nesslercylinder (3.2) tot de maatstreep van 40 ml met het gedroogde ontvette zaadresidu dat als referentie dient (5.1.2). Weeg de cylinder met inhoud en bereken de massa van het zaadresidu (in de cylinder). Breng de Nesslerbuis in de NMR-spectrometer en bepaal de uitslag (R_r) op dezelfde wijze als voor het testmonster.

6. WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

6.1. **Berekening van het oliegehalte op basis van droog gewicht**

Het schijnbare oliegehalte van de droge zaden (O) in percenten (m/m) wordt gegeven door de formule :

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

waarin :

R_s is de NMR-uitslag van een monster zoals bepaald in 5.3.3

R_x is de NMR-uitslag van x g ruwe olie (20 of 30 g) zoals bepaald in 5.2.3

m_x is de massa in g van het monster van x g ruwe olie (20 of 30 g)

m_{ds} is de massa in g van het droge zaadmonster (25,00 g).

De bijdrage van het residu (C) in percenten (m/m) aan het schijnbare oliegehalte (O) wordt gegeven door de formule :

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

waarin :

R_r is de NMR-uitslag van het droge residu zoals bepaald in 5.3.5

m_r is de massa in g van de testportie droog residu

m_t is de massa in g van het residu dat overeenkomt met dat van 25,00 g droge zaden zoals bepaald in 5.1.

Het werkelijke oliegehalte van de droge zaden in percenten (m/m) wordt dus gegeven door de formule :

$$\text{oliepercentage (droog zaad)} = O - C = \left(R_s - R_r \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}}$$

6.2. **Berekening van het oliegehalte op basis van het materiaal als zodanig**

Het oliegehalte van de verse zaden in percenten (m/m) wordt gegeven door de formule :

$$\text{oliepercentage (als zodanig)} = \left(R_s - R_r \cdot \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}} \cdot \left(1 - \frac{a}{100}\right)$$

waarin : a is het vetgehalte van de zaden in percenten (m/m) zoals bepaald volgens bijlage III bij Verordening (EEG) nr. 1470/68.

6.3. **Herhaalbaarheid**

6.3.1. Het verschil tussen de gehaltebepalingen van de twee testmonsters mag niet groter zijn dan 0,4 g olie per 100 g monster.

6.3.2. Als het verschil russen de twee testmonsters groter is dan 0,4 g olie per 100 g monster, moeten de metingen van de twee monsters worden herhaald.

6.3.3. Als bij herhaalde metingen het verschil tussen de twee testmonsters nog steeds groter is dan 0,4 g olie per 100 g monster, moeten uit het analysemonster nieuwe monsters worden getrokken en moet de hele procedure worden herhaald.

6.3.4. Als het verschil tussen de bepalingen van het nieuwe stel monsters weer groter is dan 0,4 g olie per 100 g monster, moet het oliegehalte van het bewuste monster worden bepaald volgens de methode van bijlage V bij Verordening (EEG) nr. 1470/68.

7. OPMERKINGEN

7.1. **Nauwkeurigheid van de oliebepaling**

De nauwkeurigheid van de bepaling van het oliegehalte door middel van NMR-spectrometrie dient ten miste eenmaal per maand te worden nagegaan door vergelijking van de NMR-resultaten met resultaten die zijn verkregen door middel van extractie met hexaan volgens de methode van bijlage V bij Verordening (EEG) nr. 1470/68.

Doorgaans kan dit tegelijk worden gedaan met de maandelijkse bereiding van het oliereferentiemonster (5.1).

Het verschil tussen de met NMR en met hexaanextractie verkregen resultaten mag niet groter zijn dan 0,4 g olie per 100 g monster.

Indien het verschil tussen de resultaten verkregen met NMR en die met hexaanextractie groter is dan 0,4 g olie per 100 g monster, moet de extractie worden herhaald en de NMR-spectrometer opnieuw worden geijkt op de in 5.2 beschreven wijze.

7.2. **Storing door ferrometalen**

Sporen ferrometalen beïnvloeden de resultaten. Dergelijke metalen kunnen het best met een magneet worden verwijderd.

Als de aanwezigheid van ferrometalen aanleiding geeft tot problemen, verdient het aanbeveling het oliegehalte van het bewuste monster te bepalen volgens de methode van bijlage V bij Verordening (EEG) nr. 1470/68.".