KOMMISSIONENS FORORDNING (EØF) Nr. 3519/84

af 14. december 1984

om ændring af forordning (EØF) nr. 1470/68 om udtagelse og reduktion af prøver samt om bestemmelse af indholdet af olie, urenheder og fugtighed i olieholdige frø

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det europæiske økonomiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets forordning nr. 136/66/EØF af 22. september 1966 om oprettelse af en fælles markedsordning for fedtstoffer (1), senest ændret ved forordning (EØF) nr. 2260/84 (2), særlig artikel 27, stk. 5, og

ud fra følgende betragtninger:

I bilag V til Kommissionens forordning (EØF) nr. 1470/68 (3), senest ændret ved forordning (EØF) nr. 1223/81 (4), er der fastsat en metode til bestemmelse af olieindholdet i olieholdige frø; for nylig er der blevet udarbejdet en ny metode i form af kernemagnetisk resonansspektrometri; det er hensigtsmæssigt at stille medlemsstaterne frit med hensyn til at anvende denne metode;

de i denne forordning fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Forvaltningskomiteen for Fedtstoffer —

UDSTEDT FØLGENDE FORORDNING:

Artikel 1

I forordning (EØF) nr. 1470/68 foretages følgende ændringer:

1. Artikel 2, stk. 1, affattes således:

»1. Den i artikel 4 i i forordning nr. 282/67/EØF og i artikel 32 i Kommissionens forordning (EØF) nr. 2681/83 (1) omhandlede bestemmelse af olieindholdet sker efter metoden i nærværende forordnings bilag V.

Medlemsstaterne kan dog også for raps- og rybsfrøs vedkommende anvende den i nærværende forordnings bilag VII omhandlede metode. Såfremt analyseresultatet bestrides, gøres der i så fald brug af den i bilag V omhandlede metode. Sidstnævnte resultat er bindende.

(1) EFT nr. L 266 af 28. 9. 1983, s. 1.«

2. Nærværende forordnings bilag indsættes som bilag VII.

Artikel 2

Denne forordning træder i kraft på tredjedagen efter offentliggørelsen i *De Europæiske Fællesskabers Tidende.*

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i Bruxelles, den 14. december 1984.

På Kommissionens vegne

Poul DALSAGER

Medlem af Kommissionen

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

BILAG

»BILAG VII

BESTEMMELSE AF OLIEINDHOLDET I RAPSFRØ OG RYBSFRØ VED KERNEMAGNETISK RESONANSSPEKTROMETRI

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Den beskrevne metode anvendes til bestemmelse af olieindholdet i rapsfrø og rybsfrø.

2. PRINCIP

Bestemmelse ved hjælp af kernemagnetisk resonans (NMR) med lav opløsningevne af udslaget fra flydende hydrogenholdige forbindelser i tørrede frø. Beregning af olieindholdet på grundlag af NMR-værdien, efter at der er taget hensyn til udslaget fra ikke-fedtholdigt materiale i frøene.

3. APPARATUR

3.1. Kernemagnetisk resonansspektrometer af typen med kontinuerlig bølge og lav opløsningsevne, anbragt i et temperaturkontrolleret rum.

3.2. Nesslerrør, 100 ml, kalibreret ved 40 ml (ca. 50 mm fra rørets bund) og egnede til anvendelse sammen med NMR-spektrometeret (3.1.).

3.3. Ovn, opvarmet til 103 ± 2°C.

3.4. Teflon-prop med holder, som passer til Nesslerrørene (3.2).

3.5. Ekssikkator.

4. PRØVEUDTAGNING

4.1. Prøven udtages som beskrevet i bilag I til Kommissionens forordning (EØF) nr. 1470/68.

4.2. En analyseprøve udtages som beskrevet i bilag II til Kommissionens forordning nr. 1470/68.

5. FREMGANGSMÅDE

5.1. **Fremstilling af referenceprøver af rapsfrøolie og ekstraheret rapsfrømateriale.**

5.1.1. Der udvælges en referenceprøve af rapsfrø (ren og fri for urenheder), hvori oliens fedtsyresammensætning så nært som muligt svarer til fedtsyresammensætningen i de rapsfrø, hvis olieindhold skal analyseres.

En afvejet mængde af de udvalgte referencefrø (mindst 250 g) tørret ved 103 ± 2° C i 17 ± 1 time efter den metode, der er beskrevet i bilag III til Kommissionens forordning (EØF) nr. 1470/68. Derefter afkøles prøven i en eksikkator (3.5).

5.1.2. Olien ekstraheres fra den tørrede referenceprøve (5.1.1) efter den metode, der er beskrevet i forordning (EØF) nr. 1470/68. Den ekstraherede olie overføres til en ren, tør glasbeholder, som let kan lukkes tæt til.

Remanensen fra ekstrationen tørres i en ovn (3.3) ved 103 ± 2 °C i 17 timer. Den afkøles derefter i en ekssikkator (3.5), vejes og opbevares i en lufttæt beholder.

5.2. **Kalibrering af spektrometeret**

5.2.1 Med en nøjagtighed på 10 mg afvejes 5 g, 10 g, 20 g og 30 g af den tørre ekstraherede referenceolie (5.1.2) i fire Nesslerrør (3.2), idet man omhyggeligt undgår, at oliedråber bliver hængende på rørenes væg oven for den del, hvor målingen sker.

5.2.2 Et tomt Nesslerrør (3.2) anbringes i NMR-spektrometeret (3.1), og instrumentet nulstilles efter fabrikantens forskrifter.

5.2.3 Udslaget (R_5, R_{10}, R_{20}, R_{30}) for hvert af rørene med referenceoliestandarder bestemmes, idet gennemsnitsværdien for tre på hinanden følgende aflæsninger beregnes for hver oliestandard.

5.2.4 Der konstrueres en graf med gennemsnitsværdien af de tre aflæsninger for hver af referenceolieprøverne som ordinat og prøvernes masse som abscisse. Herved fremkommer en ret linje, som passerer gennem koordinatsystemets nulpunkt. Er dette ikke tilfældet, kontrolleres spektrometerets indstilling.

5.3. **Måling**

5.3.1 Analyseprøven (ren og fri for urenheder) (4.1) tørres som beskrevet for referenceprøven (5.1.).

NOTE:

Efter akøling overføres de tørrede analyseprøver til det rum, hvori NMR-spektrometeret er anbragt, mindst 1 time før analysen foretages.

5.3.2 25,00 g af den tørrede analyseprøve afvejes i et Nesslerrør (3.2), og teflonproppen skubbes med holderen (3.4) ned mod frøenes overflade

NOTE:

En rapsfrøprøve på 25 g fylder omkring 40 ml og fører til den mest effektive udnyttelse af et standardinstrument med en kapacitet på 40 ml. Analyseprøver på over 25 g kan analyseres ved anvendelse af instrumenter, som er således udstyret, at de kan analysere prøver med et rumfang på over 40 ml.

5.3.3 Røret med den tørrede analyseprøve overføres til NMR-spektrometeret (3.1), og udslaget (R_2) bestemmes, idet R_s er gennemsnittet af tre på hinanden følgende aflæsninger.

5.3.4 Målingen gentages med endnu en tørret analyserøve på 25,00 g.

5.3.5 Et tareret Nesslerrør (3.2) fyldes op til 40 ml kalibreringsmærket med den affedtede, tørrede referencemanens (5.1.2). Rør og indhold vejes, og massen af frøremanensen (i røret) beregnes. Nesslerrøret indsættes i NMR-spektrometeret, og udslaget (R_r) måles efter samme fremgangsmåde som for analyseprøven.

6. ANGIVELSE AF RESULTATER

6.1. **Beregning af olieindholdet i forhold til tørstoffet**

Det tilsyneladende olieindhold i de tørrede frø, (*O*), som procent w/w) er givet ved formlen :

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

hvor :

R_s er prøvens NR-udslag som bestemt under 5.3.3

R_x er NMR-udslaget fra x g rå olie (20 eller 30 g) som bestemt under 5.2.3

m_x er massen i g af prøven på g rå olie (20 eller 30 g)

m_{ds} er massen i g af den tørrede frøprøve (25,00 g)

Bidraget fra remanensen (C) i procent (w/w) til det tilsyneladende olieindhold (O) er givet ved formlen :

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

hvor :

R_r er NMR-udslaget fra den tørre remanens som bestemt under 5.3.5

m_r er massen i g af prøveportionen af den tørrede remanens

m_t er massen i g af den remanens, som svarer til remanensen af 25,00 g tørrede frø som bestemt under 5.1

Olieindholdet i de tørrede frø i procent (w/w) er derefter givet ved formlen :

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

6.2. **Beregning af olieindholdet som sådant**

Olieindholdet i frøene i procent (w/w) er givet ved formlen :

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

hvor :

a er vandindholdet i frøene i procent (w/) som bestemt i henhold til bilag III i Kommissionens forordning (EØF) nr. 1470/68.

6.3. **Repeterbarhed**

6.3.1. Forskellen mellem oliebestemmelser i de to analyseprøver må ikke overstige 0,4 g olie pr. 100 g prøve.

6.3.2. Hvis forskellen mellem de to analyseprøver overstiger 0,4 g olie pr. 100 g prøve, skal målingerne på de to prøver gentages.

6.3.3. Hvis forskellen mellem de to analyseprøver stadig overstiger 0,4 g olie pr. 100 g prøve, udtages nye prøvemængder af analyseprøven, og hele proceduren gentages.

6.3.4. Hvis forskellen mellem bestemmelserne på det nye prøvesæt overstiger 0,4 g olie pr. 100 g prøve, skal olieindholdet i den pågældende prøve bestemmes efter den metode, der er beskrevet i bilag V til Kommissionens forordning (EØF) nr. 1470/68.

7. BEMÆRKNINGER

7.1. **Nøjagtighed af oliebestemmelsen**

Nøjagtigheden i bestemmelsen af olieindholdet ved NMR-spektrometri kontrolleres mindst en gang om måneden ved sammenligning af NMR-resultaterne med resultater opnået ved ekstraktion med n-hexan efter den metode, der er beskrevet i bilag V i Kommissionens forordning (EØF) nr. 1470/68.

Dette gøres rutinemæssigt samtidig med den månedlige fremstilling af oliereferenceprøven (5.1).

Forskellen mellem resultater opnået ved NMR og ekstraktion med n-hexan må ikke overstige 0,4 g olie pr. 100 g prøve.

Hvis forskellen mellem resultaterne opnået ved NMR og ekstraktion med n-hexan overstiger 0,4 g olie pr. 100 g prøve, gentages ekstraktionen og en ny kalibrering af NMR-spektrometeret foretages som beskrevet under 5.2.

7.2. **Interferens med ferro-metaller**

Spor af ferro-metaller indvirker på resultaterne. Det anbefales at fjerne sådanne forbindelser med en magnet.

Hvis tilstedeværelsen af ferro-metaller udgør et problem, anbefales det, at den pågældende prøves olieindhold bestemmes efter den metode, der er beskrevet i bilag V i Kommissionens forordning (EØF) nr. 1470/68.«