ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΟΚ) αριθ. 3519/84 ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 14ης Δεκεμβρίου 1984

που τροποποιεί τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68 περί της λήψεως και αναγωγής δειγμάτων, καθώς και του προσδιορισμού της περιεκτικότητας σε έλαιο, σε ξένα σώματα και σε υγρασία των ελαιούχων σπόρων

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Οικονομικής Κοινότητας,

τον κανονισμό αριθ. 136/66/ΕΟΚ του Συμβουλίου της 22ας Σεπτεμβρίου 1966 περί δημιουργίας κοινής οργανώσεως αγοράς στον τομέα των λιπαρών ουσιών [1], όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 2260/84 [2], και ιδίως το άρθρο 27 παράγραφος 5,

Εκτιμώντας:

ότι ο κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68 της Επιτροπής [3], όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 1223/81 [4], προβλέπει στο παράρτημα V μια μέθοδο προσδιορισμού της περιεκτικότητας σε έλαιο των ελαιούχων σπόρων· ότι τελευταία αναπτύχθηκε νέα μέθοδος, με τη χρήση φασματομετρίας πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού· ότι είναι σκόπιμο να αφεθεί στα κράτη μέλη η επιλογή χρησιμοποίησης αυτής της μεθόδου·

ότι τα μέτρα που προβλέπονται στον παρόντα κανονισμό είναι σύμφωνα με τη γνώμη της Επιτροπής Διαχειρίσεως Λιπαρών Ουσιών,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

Άρθρο 1

Ο κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68 τροποποιείται ως εξής:

1. Το άρθρο 2 παράγραφος 1 αντικαθίσταται από το ακόλουθο κείμενο:

«1. Ο προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε έλαιο, που αναφέρεται στο άρθρο 4 του κανονισμού αριθ. 282/67/ΕΟΚ και στο άρθρο 32 του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 2681/83 της Επιτροπής [1], διενεργείται σύμφωνα με τη μέθοδο που καθορίζεται στο παράρτημα V του παρόντος κανονισμού.

Ωστόσο, όσον αφορά τους κραμβόσπορους και γογγυλόσπορους, τα κράτη μέλη μπορούν επίσης να χρησιμοποιούν τη μέθοδο που αναφέρεται στο παράρτημα VII του παρόντος κανονισμού. Στην περίπτωση αυτή, όταν αμφισβητείται το αποτέλεσμα της αναλύσεως, καταφεύγουμε στη μέθοδο που αναφέρεται στο παράρτημα V, το αποτέλεσμα της οποίας θεωρείται αξιόπιστο.

---

[1] ΕΕ αριθ. L 266 της 28. 9. 1983, σ. 1.»

2. Το παράρτημα του παρόντος κανονισμού προστίθεται ως παράρτημα VII.

Άρθρο 2

Ο παρών κανονισμός αρχίζει να ισχύει την τρίτη ημέρα από τη δημοσίευσή του στην *Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων.*

Ο παρών κανονισμός είναι δεσμευτικός ως προς όλα τα μέρη του και ισχύει άμεσα σε κάθε κράτος μέλος.

Βρυξέλλες, 14 Δεκεμβρίου 1984.

Για την Επιτροπή

Poul DALSAGER

Μέλος της Επιτροπής

---

[1] ΕΕ αριθ. 172 της 30. 9. 1966, σ. 3025/66.
[2] ΕΕ αριθ. L 208 της 3. 8. 1984, σ. 1.
[3] ΕΕ αριθ. L 239 της 28. 9. 1968, σ. 2.
[4] ΕΕ αριθ. L 124 της 8. 5. 1981, σ. 10.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

«ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ VII

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΣΕ ΕΛΑΙΟ ΤΩΝ ΚΡΑΜΒΟΣΠΟΡΩΝ ΚΑΙ ΤΩΝ ΓΟΓΓΥΛΟΣΠΟΡΩΝ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΙΑ ΠΥΡΗΝΙΚΟΥ ΜΑΓΝΗΤΙΚΟΥ ΣΥΝΤΟΝΙΣΜΟΥ

1. ΣΚΟΠΟΣ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η περιγραφόμενη μέθοδος αποβλέπει στον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε έλαιο των κραμβόσπορων και των γογγυλόσπορων.

2. ΑΡΧΗ

Προσδιορισμός, με πυρηνικό μαγνητικό συντονισμό (NMR) χαμηλής διάλυσης, της απόκρισης υγρών υδρογονούχων ενώσεων σε σπόρους, οι οποίοι έχουν προηγουμένως ξηρανθεί. Η περιεκτικότητα σε έλαιο υπολογίζεται από τη λαμβανόμενη τιμή της απόκρισης του NMR, αφού ληφθεί υπόψη η απόκριση που οφείλεται στις μη λιπαρές ουσίες που περιέχονται στους σπόρους.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ

3.1. Φασματόμετρο πυρηνικού μαγνητικού συντονισμού, τύπου χαμηλής διάλυσης συνεχούς κύματος, εγκατεστημένο σε αίθουσα με ελεγχόμενη θερμοκρασία.

3.2. Κύλινδροι Nessler των 100 ml, βαθμονομημένοι σε 40 ml (περίπου σε 50 mm από τον πυθμένα του σωλήνα) κατάλληλοι για να χρησιμοποιηθούν με τα φασματόμετρα NMR (3.1).

3.3. Κλίβανος, ρυθμισμένος σε 103 ± 2°C.

3.4. Πώμα από teflon με υποδοχή για την τοποθέτηση των κυλίνδρων (3.2).

3.5. Ξηραντήρας.

4. ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑ

4.1. Λάβετε το δείγμα όπως περιγράφεται στο παράρτημα I του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68.

4.2. Το ληφθέν δείγμα ανάγεται για ανάλυση, όπως περιγράφεται στο παράρτημα II του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68 της Επιτροπής.

5. ΜΕΘΟΔΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

5.1. **Ετοιμασία προτύπων αναφοράς ελαίου κραμβόσπορων και εκχυλισμένων υπολειμμάτων κραμβόσπορων.**

5.1.1. Επιλέξατε ένα δείγμα αναφοράς κραμβόσπορων (καθαρό και ελεύθερο προσμίξεων) στο οποίο η σύνθεση των λιπαρών οξέων του ελαίου αντιστοιχεί, όσο το δυνατόν ακριβέστερα, προς εκείνη των κραμβόσπορων που πρόκειται να αναλυθούν για την περιεκτικότητα σε έλαιο.

Ξηράνετε μια ζυγισμένη ποσότητα σπόρων, που έχουν επιλεγεί όπως το δείγμα αναφοράς (τουλάχιστον 250 g) σε 103 ± 2° C επί 17 ώρες ± 1 ώρα, σύμφωνα με τη μέθοδο που καθορίζεται στο παράρτημα III του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68. Ψύξτε σε ξηραντήρα (3.5).

5.1.2. Εκχυλίστε το έλαιο από τους αποξηραμένους σπόρους αναφοράς (5.1.1) σύμφωνα με τη μέθοδο που καθορίζεται στον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68. Μεταφέρετε το εκχυλισμένο έλαιο σε καθαρό, ξηρό, υάλινο υποδοχέα, ο οποίος μπορεί να σφραγισθεί γρήγορα και αποτελεσματικά. Κρατήστε το απολιπόμενο υπόλειμμα, ξηράνετέ το σε κλίβανο (3.3) σε 103 ± 2° C επί 17 ώρες· ψύξτε το υπόλειμμα σε ξηραντήρα (3.5), ζυγίστε το και αποθηκεύστε το σε αεροστεγή περιέκτη.

5.2. **Βαθμονόμηση του φασματόμετρου**

5.2.1. Ζυγίστε επακριβώς εντός των ορίων των 10 mg (ποσότητες 5 g, 10 g, 20 g και 30 g) από το ξηρό εκχυλισμένο έλαιο αναφοράς (5.1.2) σε ξεχωριστούς κυλίνδρους Nessler (3.2), προσέχοντας να μην υπάρχουν σταγονίδια ελαίου στα τοιχώματα των κυλίνδρων, επάνω από το χρησιμοποιούμενο τμήμα τους.

5.2.2. Εισάγεται έναν κενό κύλινδρο Nessler (3.2) στο φασματόμετρο NMR (3.1) και ρυθμίζετε την απόκριση του οργάνου σε μηδέν, ακολουθώντας τις οδηγίες του κατασκευαστή.

5.2.3. Μετρείστε την απόκριση (R_5, R_{10}, R_{20}, R_{30}) για κάθε σωλήνα που περιέχει τα πρότυπα αναφοράς του ελαίου, υπολογίζοντας τη μέση τιμή τριών επαναληπτικών μετρήσεων της απόκρισης κάθε προτύπου δείγματος ελαίου.

5.2.4. Σχεδιάστε μια καμπύλη με τεταγμένες τον μέσο όρο των τριών ενδείξεων για κάθε πρότυπο αναφοράς του ελαίου, και τετμημένες τη μάζα των προτύπων. Αν δεν ληφθεί ευθεία που να διέρχεται από το σημείο αφετηρίας, θα πρέπει να ελεγχθεί η ρύθμιση του φασματόμετρου.

5.3. **Μετρήσεις**

5.3.1. Ξηράνατε το δείγμα δοκιμής (καθαρό και ελέθευρο προσμίξεων) (4.1) όπως περιγράφεται για το πρότυπο αναφοράς (5.1.1).

Σημείωση:

Μετά από ψύξη, τα ξηραμένα δείγματα δοκιμής πρέπει να μεταφερθούν στην αίθουσα όπου βρίσκεται το φασματόμετρο NMR, τουλάχιστον μία ώρα πριν από την ανάλυση.

5.3.2. Ζυγίστε 25,00 g από το ξηραμένο δείγμα δοκιμής μέσα σε σωλήνα Nessler (3.2.) και πιέστε το πώμα από το teflon, διαμέσου της υποδοχής (3.4), προς την επιφάνεια των σπόρων.

Σημείωση:

Δείγμα κραμβόσπορων 25 g καταλαμβάνει όγκο περίπου 40 ml και χρησιμοποιεί κατά τον αποτελεσματικότερο τρόπο ένα τυποποιημένο όργανο χωρητικότητας 40 ml. Δείγματα δοκιμής, άνω των 25 g, μπορούν να αναλυθούν χρησιμοποιώντας όργανα εξοπλισμένα με ειδική διάταξη που έχει σχεδιαστεί για να καθιστά την ανάλυση δειγμάτων που καταλαμβάνουν όγκο μεγαλύτερο από 40 ml.

5.3.3. Μεταφέρετε το σωλήνα, που περιέχει το ξηραμένο δείγμα δοκιμής, στο φασματόμετρο NMR (3.1) και μετρείστε την απόκριση (R_s), όπου R_s είναι ο μέσος όρος των τριών επαναληπτικών ενδείξεων.

5.3.4. Επαναλάβετε τις μετρήσεις με ακόμη ένα ξηραμένο δείγμα 25,00 g.

5.3.5. Πληρώστε ένα προζυγισμένο κύλινδρο Nessler (3.2), μέχρι τη βαθμονομημένη σήμανση των 40 ml, με το ξηραμένο απολιπόμενο υπόλειμμα των σπόρων (5.1.2). Ζυγίστε τον κύλινδρο και το περιεχόμενό του και υπολογίστε τη μάζα του υπολείμματος των σπόρων (στο εσωτερικό του κυλίνδρου). Μεταφέρετε το σωλήνα Nessler στο φασματόμετρο NMR και μετρείστε την απόκριση (R_r) ακολουθώντας την ίδια διαδικασία όπως και για το δείγμα δοκιμής.

6. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

6.1. **Υπολογισμός της περιεκτικότητας σε έλαιο επί τη βάση του ξηρού βάρους**

Η επί της εκατό, κατά βάρος, φαινομενική περιεκτικότητα σε έλαιο των ξηραμένων σπόρων (O) παρέχεται από τον τύπο:

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

όπου:

R_s είναι η απόκριση του NMR ενός δείγματος, όπως προσδιορίζεται στο σημείο 5.3.3·

R_x είναι η απόκριση του NMR x g ανεπεξέργαστου ελαίου (20 ή 30 g) όπως προσδιορίζεται στο σημείο 5.2.3·

m_x είναι η μάζα σε g του δείγματος ανεπεξέργαστου ελαίου (20 ή 30 g)·

m_{ds} είναι η μάζα σε g του δείγματος ξηραμένων σπόρων (25,00 g).

Η επί τοις εκατό κατά βάρος συμμετοχή του υπολείμματος (c) στη φαινομενική περιεκτικότητα σε έλαιο (O) παρέχεται από τον τύπο:

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

όπου:

R_r είναι η απόκριση του NMR του ξηραμένου υπολείμματος, όπως προσδιορίζεται στο σημείο 5.3.5·

m_r είναι η μάζα σε g του προς δοκιμή μέρους του ξηρού υπολείμματος·

m_t είναι η μάζα σε g του υπολείμματος που είναι ισοδύναμο προς εκείνο το οποίο προκύπτει από 25,00 g ξηρών σπόρων, όπως προσδιορίζεται στο σημείο 5.1.

Η επί τοις εκατό, κατά βάρος, περιεκτικότητα σε έλαιο των ξηρών σπόρων, παρέχεται επομένως από τον τύπο:

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

6.2. **Υπολογισμός της περιεκτικότητας σε έλαιο, επί τη βάσει του «ως έχει»**

Η επί τοις εκατό, κατά βάρος, περιεκτικότητα σε έλαιο των νωπών σπόρων παρέχεται από τον τύπο:

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

όπου:

a είναι η επί τοις εκατό, κατά βάρος, περιεκτικότητα σε υγρασία των σπόρων, όπως προσδιορίζεται σύμφωνα με το παράρτημα III, στον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68.

6.3. **Επαναληπτικότητα**

6.3.1. Η διαφορά μεταξύ των δύο δειγμάτων δοκιμής, δεν πρέπει να υπερβαίνει 0,4 g ελαίου αντί 100 g δείγματος.

6.3.2. Αν η διαφορά μεταξύ των δύο δειγμάτων δοκιμής υπερβαίνει 0,4 g ελαίου ανά 100 g δείγματος, πρέπει να επαναληφθούν οι μετρήσεις των δύο δειγμάτων.

6.3.3. Αν η διαφορά μεταξύ των δύο δειγμάτων δοκιμής εξακολουθεί να υπερβαίνει 0,4 g ελαίου ανά 100 g δείγματος, πρέπει να ληφθούν νέα δείγματα από το προς ανάλυση δείγμα και να επαναληφθεί η όλη διαδικασία.

6.3.4. Αν η διαφορά μεταξύ των προσδιορισμών της νέας σειράς διεγμάτων υπερβαίνει 0,4 g ελαίου ανά 100 g δείγματος, η περιεκτικότητα σε έλαιο του εν λόγω δείγματος πρέπει να προσδιοριστεί σύμφωνα με τη μέθοδο που περιγράφεται στο παράρτημα V του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68 της Επιτροπής.

7. ΣΗΜΕΙΩΣΕΙΣ

7.1. **Ακρίβεια του προσδιορισμού της περιεκτικότητας σε έλαιο**

Η ακρίβεια του προσδιορισμού της περιεκτικότητας σε έλαιο, με τη φασματομετρία NMR, πρέπει να ελέγχεται τουλάχιστον μία φορά το μήνα, συγκρίνοντας τα αποτελέσματα του NMR με τα αποτελέσματα που λαμβάνονται με την εκχύλιση με κανονικό εξάνιο, σύμφωνα με τη μέθοδο που περιγράφεται στο παράρτημα V του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68.

Κανονικά ο έλεγχος αυτός γίνεται ταυτόχρονα με τη μηνιαία παρασκευή του δείγματος αναφοράς του ελαίου (5.1).

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων, που λαμβάνονται με τον NMR και με την εκχύλιση με κανονικό εξάνιο, δεν πρέπει να υπερβαίνει 0,4 g ελαίου ανά 100 g δείγματος.

Αν η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων, που λαμβάνονται με τον NMR και με την εκχύλιση με κανονικό εξάνιο, υπερβαίνει 0,4 g ελαίου ανά 100 g δείγματος, η εκχύλιση επαναλαμβάνεται και πραγματοποιείται νέα βαθμονόμηση του φασματομέτρου NMR, όπως περιγράφεται στο σημείο 5.2.

7.2. **Παρεμβολή σιδηρούχων μετάλλων**

Σιδηρούχα μέταλλα σε ίχνη παρακωλύουν τα αποτελέσματα. Συνιστάται η απομάκρυνση των ενώσεων αυτών με ένα μαγνήτη.

Αν η παρουσία σιδηρούχων μετάλλων αποτελεί πρόβλημα, συνιστάται ο προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε έλαιο υπό εξέταση δείγματος, σύμφωνα με τη μέθοδο που περιγράφεται στο παράρτημα V του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 1470/68.»