384R3519

REGLAMENTO (CEE) Nº 3519/84 DE LA COMISIÓN

de 14 de diciembre de 1984

por el que se modifica el Reglamento (CEE) nº 1470/68 relativo a la toma y reducción de muestras y a la determinación del contenido en aceite, en impurezas y en humedad de las semillas oleaginosas

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento nº 136/66/CEE del Consejo, de 22 de septiembre de 1966, por el que se establece una organización común de mercados en el sector de las materias grasas (1), modificado en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 2260/84 (2), y, en particular, el apartado 5 de su artículo 27,

Considerando que el Reglamento (CEE) nº 1470/68 de la Comisión (3) modificado en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 1223/81 (4), prevé en su Anexo V un método de determinación del contenido en aceite de las semillas oleaginosas; que, recientemente, se ha perfeccionado un nuevo método por espectrometría de resonancia magnética nuclear; que resulta oportuno dejar a elección de los Estados miembros la utilización de dicho método;

Considerando que las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité de gestión de las materias grasas,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

Se modifica el Reglamento (CEE) nº 1470/68 de la forma siguiente:

1. Se sustituye el apartado 1 del artículo 2 por el texto siguiente:

«1. La determinación del contenido en aceite, contemplada en el artículo 4 del Reglamento nº 282/67/CEE y en el artículo 32 del Reglamento (CEE) nº 2681/83 de la Comisión (1), se efectuará de acuerdo con el método definido en el Anexo V del presente Reglamento.

No obstante, en lo que se refiere a las semillas de colza y de harina, los Estados miembros podrán utilizar asimismo el método contemplado en el Anexo VII del presente Reglamento. En tal caso, cuando se impugne el resultado del análisis, se recurrirá al método contemplado en el Anexo V.

El resultado de este último método será el auténtico

(1) DO nº L 266 de 28. 9. 1983, p. 1.»

2. Se añade el Anexo del presente Reglamento como Anexo VII.

Artículo 2

El presente Reglamento entrará en vigor el tercer día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas.*

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 14 de diciembre de 1984.

Por la Comisión

Poul DALSAGER

Miembro de la Comisión

(1) DO nº 172 de 30. 9. 1966, p. 3025/66.
(2) DO nº L 208 de 3. 8. 1984, p. 1.
(3) DO nº L 239 de 28. 9. 1968, p. 2.
(4) DO nº L 124 de 8. 5. 1981, p. 10.

ANEXO

«ANEXO VII

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN ACEITE DE LAS SEMILLAS DE COLZA Y DE NABINA POR ESPECTROMETRÍA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este método permite determinar el contenido en aceite de las semillas de colza y de nabina.

2. PRINCIPIO

Determinación por resonancia magnética nuclear (RMN) de débil resolución de la respuesta de los compuestos líquidos que contengan hidrógeno y que se encuentren en granos secados. El cálculo del contenido en aceite se hará a partir del valor de la respuesta RMN habida cuenta de la respuesta imputable a la materia grasa contenida en las semillas.

3. EQUIPO

3.1. Espectrómetro de resonancia magnética nuclear de ondas continuas, de débil resolución, instalado en un local climatizado.

3.2. Cilindros de Nessler de 100 ml, aforados en 40 ml (aproximadamente a 50 mm del fondo de la probeta) utilizables con el espectrómetro RMN (3.1).

3.3. Estufa regulada a 103 ± 2 °C.

3.4. Tapón de teflón con un elemento de prensión adaptado a los cilindros de Nessler (3.2).

3.5. Desecador.

4. MUESTREO

4.1. Tomar la muestra con arreglo a lo dispuesto en el Anexo I del Reglamento (CEE) n° 1470/68 de la Comisión.

4.2. Reducir la muestra tomada por arialisis con arreglo a lo dispuesto en el Anexo II del Reglamento (CEE) n° 1470/68.

5. MÉTODO OPERATORIO

5.1. **Preparación de muestras de referencia de aceite de colza y de residuos de semillas de colza extraídas**

5.1.1. Tomar una muestra de referencia de semillas de colza (limpia y libre de impurezas) en la que la composición de ácidos grasos del aceite corresponda lo más posible a la de la colza que debe analizarse para determinar su contenido en aceite.

Secar una determinada cantidad de granos seleccionada como muestra de referencia (por lo menos 250 g) a los 103 ± 2 °C durante 17 horas ± 1 hora de acuerdo con el método del Anexo III del Reglamento (CEE) n° 1470/68. Enfriar en un desecador (3.5).

5.1.2. Extraer el aceite de las semillas de referencia secadas (5.1.1) de acuerdo con el método descrito en el Reglamento (CEE) n° 1470/68.

Transvasar el aceite extraido a un recipiente de cristal limpio y seco que pueda cerrarse herméticamente enseguida. Conservar el residuo magro, secarlo en una estufa (3.3) a 103 ± 2 °C durante 17 horas; enfriar el residuo en un desecador (3.5), pesarlo y conservarlo en un recipiente hermético.

5.2. **Contraste del espectrómetro**

5.2.1. Pesar (con una precisión de 10 mg) cantidades de 5, 10, 20 y 30 g del aceite de referencia extraido seco (5.1.2) en cilindros de Nessler (3.2) evitando que se adhieran gotitas a la pared de los cilindros por encima de la fracción utilizada.

5.2.2 Colocar un cilindro de Nessler vacío (3.2) en el espectrómetro RMN (3.1) y regular la respuesta del instrumento en el número 0 siguiendo las instrucciones del fabricante.

5.2.3. Medir la respuesta (R_5, R_{10}, R_{20}, R_{30}) para cada una de las probetas que contengan las cantidades de aceite de referencia calculando el valor medio de tres lecturas consecutivas para obtener la respuesta de cada tipo de aceite.

5.2.4. Elaborar un gráfico con la media de las tres lecturas correspondiente a cada tipo de aceite de referencia, representando estos datos las coordenadas y la masa de los aceites tipo las abscisas.

Se deberá obtener una línea recta que pase por el origen, si no es así deberá controlarse la regulación del espectrómetro.

5.3. **Medida**

5.3.1. Secar la prueba que debe medirse (4.1) (limpia y libre de impurezas) con arreglo a la técnica descrita para el patrón de referencia (5.1.1).

NB:

Una vez refrigeradas, las muestras secas que han de dosificarse deberán transferirse a la sala en donde se haya instalado el espectrómetro RMN, por lo menos una hora antes del análisis.

5.3.2. Pesar 25 g de la muestra seca que debe medirse en un cilindro de Nessler (3.2) y enfundarle la tapa de teflón sujetándola con el elemento de prensión (3.4) hasta el nivel de las semillas.

NB:

Una muestra de 25 g de semillas de colza corresponde a un volumen de 40 ml aproximadamente y representa la máxima cabida de un instrumento tipo de una capacidad de 40 ml. Podrán medirse muestras de más de 25 g en instrumentos concebidos para el análisis de muestras que ocupen un volumen mayor a 40 ml.

5.3.3. Poner el tubo que contiene la muestra sacada que debe medirse en el espectrómetro RMN (3.1) y medir la respuesta (R_s) que vendrá dada por la medida de tres lecturas consecutivas.

5.3.4. Repetir la medición con otra muestra de ensayo secada de 25 g.

5.3.5. Llenar un cilindro de Nessler tarado (3.2) hasta la marca de aforo de 40 ml con residuos de referencia de granos magros, secados (5.1.2). Pesar el cilindro y su contenido y calcular la masa del residuo de semillas (en el cilindro). Colocar el cilindro de Nessler en el espectrómetro RMN y medir la respuesta (R_r) de acuerdo con el método aplicado a la muestra del ensayo.

6. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

6.1. **Cálculo del contenido en aceite en función del peso seco**

El contenido aparente en aceite de los granos secados (O) en porcentaje (p/p) viene dado por la fórmula siguiente:

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

donde:

R_s es la respuesta RMN de la muestra contemplada en el número 5.3.3;

R_x es la respuesta RMN de x gramos de aceite bruto (20 o 30 g) con arreglo al número 5.2.3;

m_x es la masa en gramos de la muestra de x gramos de aceite bruto (20 o 30 g);

m_{ds} es la masa en gramos de la muestra de granos secados (25,00 g).

La parte del residuo (C) en porcentaje (p/p) en el contenido aparente de aceite (O) viene dada por la fórmula siguiente:

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

donde:

R_r es la respuesta RMN del residuo seco contemplado en el número 5.3.5;

m_r es la masa en gramos de la fracción del residuo seco que debe medirse;

m_t es la masa en gramos del residuo correspondiente al de 25 g de granos secados, contemplados en el número 5.1.

El contenido en aceite de los granos secados, expresado en porcentaje (p/p) viene dado, por consiguiente, por la fórmula siguiente:

$$\% \text{ de aceite (granos secados)} = O - C = \left(R_s - R_r \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}}$$

6.2. **Cálculo del contenido en aceite de la muestra en el estado en que se encuentra**

El contenido en aceite de semillas sin tratar en porcentaje (p/p) viene dado por la fórmula siguiente:

$$\% \text{ de aceite (muestra en estado natural)} = \left(R_s - R_r \cdot \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}} \cdot \left(1 - \frac{a}{100}\right)$$

donde:

a es el contenido en humedad de las semillas expresado en porcentaje (p/p) determinado con awreglo al Anexo III del Reglamento (CEE) nº 1470/68.

6.3. **Repetibilidad**

6.3.1. La diferencia entre los resultados de determinación del contenido en aceite de dos muestras de ensayo no debe exceder de 0,4 g de aceite por 100 g de muestra.

6.3.2. Si la diferencia entre las dos muestras de ensayo excede de 0,4 g de aceite por 100 g de muestra, repetir la medición de las dos muestras.

6.3.3. Si la diferencia entre las dos muestras de ensayo siguiera siendo superior a 0,4 g de aceite por 100 g de muestra, tomar nuevas muestras para análisis y comenzar de nuevo todo el procedimiento.

6.3.4. Si la diferencia entre los resultados de determinación de la nueva serie de muestras excede de 0,4 g de aceite por 100 g de muestra, determinar el contenido en aceite de la muestra considerada de acuerdo con el método descrito en el Anexo V del Reglamento (CEE) nº 1470/68.

7. OBSERVACIONES

7.1. **Precisión de la determinación del aceite**

La precisión de la determinación del contenido en aceite con el espectrómetro debe controlarse por lo menos una vez al mes comparando los resultados RMN con los obtenidos por extracción con n-hexano de acuerdo con el método descrito en el Anexo V del Reglamento (CEE) nº 1470/68.

Dicha operación de rutina se efectúa al mismo tiempo que la preparación mensual de la muestra de aceite de oliva de referencia (5.1).

La diferencia entre los resultados obtenidos por el método RMN y los obtenidos por extracción con n-hexano, no debe exceder de 0,4 g de aceite por 100 g de muestra.

Si la diferencia entre los resultados obtenidos de acuerdo con los dos métodos excediere de 0,4 g de aceite por 100 g de muestra, repetir la extracción y graduar de nuevo el espectrómetro RMN con arreglo al número 5.2.

7.2. **Interferencia de metales ferrosos**

Los metales ferrosos en forma de indicios influyen sobre los resultados. Se recomienda eliminar dichos elementos con un imán.

Si la presencia de metales ferrosos origina dificultades, se recomienda determinar el contenido en aceite de la muestra considerada con arreglo al método descrito en el Anexo V del Reglamento (CEE) nº 1470/68.»