384R3519

Nº L 328/12 Jornal Oficial das Comunidades Europeias 15. 12. 84

REGULAMENTO (CEE) Nº 3519/84 DA COMISSÃO

de 14 de Dezembro de 1984

que altera o Regulamento (CEE) nº 1470/68 relativo à colheita e redução das amostras bem como à determinação do teor em óleo, em impurezas e em humidade das sementes oleaginosas

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Económica Europeia,

Tendo em conta o Regulamento nº 136/66/CEE do Conselho, de 22 de Setembro de 1966, que estabelece a organização comum de mercado no sector das matérias gordas (1), com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CEE) nº 2260/84 (2) e, nomeadamente, o nº 5 do seu artigo 27º

Considerando que o Regulamento (CEE) nº 1470/68 da Comissão (3), com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CEE) nº 1223/81 (4), prevê no seu Anexo V um método de determinação do teor em óleo das sementes oleaginosas; que, recentemente, foi elaborado um novo método, por espectrometria com ressonância magnética nuclear; que é oportuno deixar aos Estados-membros a possibilidade de utilizarem esse método;

Considerando que as medidas previstas no presente regulamento estão em conformidade com o parecer do Comité de Gestão das Matérias Gordas,

ADOPTOU O PRESENTE REGULAMENTO:

Artigo 1º

O Regulamento (CEE) nº 1470/68 é alterado do seguinte modo:

1) O nº 1 do artigo 2º passa a ter a seguinte redacção:

«1. A determinação do teor em óleo, referida no artigo 4º do Regulamento nº 282/67/CEE e no artigo 32º do Regulamento (CEE) nº 2681/83 da Comissão (1), efectua-se de acordo com o método definido no Anexo V do presente regulamento.

Todavia, no que diz respeito às sementes de colza e da nabita, os Estados-membros podem igualmente utilizar o método referido no Anexo VII do presente regulamento. Nesse caso, quando o resultado da análise é contestado, recorre-se ao método referido no Anexo V.

Faz fé o resultado deste último método.

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

2) O anexo do presente regulamento é aditado como Anexo VII.

Artigo 2º

O presente regulamento entra em vigor no terceiro dia seguinte ao da sua publicação no *Jornal Oficial das Comunidades Europeias.*

O presente regulamento é obrigatório em todos os seus elementos e directamente aplicável em todos os Estados-membros.

Feito em Bruxelas em 14 de Dezembro de 1984.

Pela Comissão

Poul DALSAGER

Membro da Comissão

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

ANEXO

«ANEXO VII

DETERMINAÇÃO DO TEOR EM ÓLEO DAS SEMENTES DE COLZA E DE NABITA POR ESPECTROMETRIA COM RESSONÂNCIA MAGNÉTICA NUCLEAR

1. ASSUNTO E CAMPO DE APLICAÇÃO

Este método permite determinar o teor em óleo das sementes de colza e de nabita.

2. PRINCÍPIO

Determinação por ressonância magnética nuclear (RMN) com fraca resolução da resposta dos compostos líquidos que contêm hidrogéneo e se encontram nas sementes secas. O cálculo do teor em óleo faz-se a partir do valor da resposta RMN tendo em conta a resposta imputável à substância não gorda contida nas sementes.

3. APARELHAGEM

3.1. Espectrómetro de ressonância magnética nuclear de ondas contínuas, com fraca resolução, instalado num local climatizado.

3.2. Cilindros de Nessler de 100 ml, graduados a 40 ml (aproximadamente 50 mm a partir do fundo da proveta) utilizáveis com o espectrometro RMN (3.1).

3.3. Estufa regulada a 103 ± 2°C.

3.4. Rolha em teflon com elemento de preensão adaptado aos cilindros de Nessler (3.2).

3.5. Dessecador.

4. COLHEITA DE AMOSTRAS

4.1. Colher a amostra de acordo com o Anexo I do Regulamento (CEE) nº 1470/68 da Comissão.

4.2. Reduzir a amostra colhida para análise de acordo com o Anexo II do Regulamento (CEE) nº 1470/68.

5. MODO OPERATÓRIO

5.1. **Preparação das amostras de referência de óleo de colza e de resíduos de sementes de colza extraídas**

5.1.1. Tomar uma amostra de referência de sementes de colza (limpa e livre de qualquer impureza) na qual a composição dos ácidos gordos do óleo corresponda o mais estreitamente possível à da colza a analisar para determinar o seu teor em óleo.

Secar uma quantidade determinada de sementes posta de parte na qualidade de amostra de referência (pelo menos 250 g) a 103 ± 2°C durante 17 horas ± 1 hora segundo o método do Anexo III do Regulamento (CEE) nº 1470/68. Arrefecer num dessecador (3.5).

5.1.2. Extrair o óleo das sementes de referência secas (5.1.1) segundo o método descrito no Regulamento (CEE) nº 1470/68.

Verter o óleo extraído para um recipiente de vidro limpo e seco que possa ser fechado de imediato hermeticamente. Conservar o resíduo desengordorado, secá-lo numa estufa (3.3) a 103 ± 2°C durante 17 horas; arrefecer o resíduo num dessecador (3.5), pesar e conservar num recipiente hermético.

5.2. **Calibragem do espectrómetro**

5.2.1. Pesar (com uma diferença de 10 mg) quantidades de 5, 10, 20 e 30 g do óleo de referência extraído seco (5.1.2) em cilindros de Nessler (3.2) evitando que gotículas de óleo adiram à parede dos cilindros acima da fracção utilizada.

5.2.2 Colocar um cilindro de Nessler vazio (3.2) num espectrómetro RMN (3.1) e regular o resposta do instrumento no ponto 0 seguindo as instruções do fabricante.

5.2.3. Medir a resposta (R_5, R_{10}, R_{20}, R_{30}) para cada uma das provetas que contêm as quantidades de óleo de referência calculando o valor médio de três leituras consecutivas para obter a resposta de cada tipo de óleo.

5.2.4. Traçar um gráfico a partir da média das três leituras que corresponda a cada tipo de óleo de referência, representando esses dados as coordenadas e a massa dos óleos tipos formando as abcissas.

Deve obter-se uma linha recta que passe pela origem, senão a regulação do espectrómetro deve ser controlada.

5.3. **Medida**

5.3.1. Secar a amostra a testar (4.1) (limpa e livre de qualquer impureza) de acordo com a técnica descrita para o padrão de referência (5.1.1).

NB:

Após arrefecimento, as amostras secas para dosagem devem ser transferidas para a sala onde está instalado o espectrómetro RMN, pelo menos uma hora antes da análise.

5.3.2. Pesar 25 g da amostra seca a testar num cilindro de Nessler (3.2) e colocar-lhe uma rolha de teflon segurando-o pelo elemento de preensão (3.4) até ao nível das sementes.

NB:

Uma amostra de 25 g de sementes de colza corresponde a um volume de cerca de 40 ml e representa a melhor utilização de um instrumento tipo com uma capacidade de 40 ml. Podem ser testadas amostras de mais de 25 g em instrumentos concebidos para a análise de amostras que ocupam um volume de mais de 40 ml.

5.3.3. Colocar o tubo que contém a amostra seca a testar no espectrómetro RMN (3.1) e medir a resposta (R_s), representando esta a média de três leituras consecutivas.

5.3.4. Repetir a medida com outra amostra de análise seca de 25 g.

5.3.5. Encher um cilindro de Nessler pesado (3.2) até à marca de graduação de 40 ml com resíduos de referência de sementes desengordoradas, secas (5.1.2). Pesar o cilindro e o seu conteúdo e calcular a massa do resíduo de sementes (no cilindro). Colocar o cilindro de Nessler no espectrómetro RMN e medir a resposta (R_s) segundo o método aplicado à amostra de análise.

6. EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

6.1. **Cálculo do teor em óleo com base no peso seco**

O teor aparente em óleo das sementes secas (O) em percentagem (p/p) é dada pela seguinte fórmula:

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

na qual:

R_s é a resposta RMN da amostra referida no ponto 5.3.3;

R_x é a resposta RMN de x gramas de óleo bruto (20 ou 30 g) de acordo com o ponto 5.2.3;

m_x é a massa em gramas da amostra de x gramas de óleo bruto (20 ou 30 g);

m_{ds} é a massa em gramas da amostra de sementes secas (25,00 g).

A parte do resíduo (C) em percentagem (p/p) no teor aparente em óleo (O) é dada pela seguinte fórmula:

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

na qual:

R_t é a resposta RMN do resíduo seco referido no ponto 5.3.5;

m_r é a massa em gramas da fracção de resíduo seco a testar;

m_t é a massa em gramas do resíduo que corresponde ao resíduo de 25 g de sementes secas, referidas no ponto 5.1.

O teor em óleo das sementes secas, expresso em percentagem (p/p) é pois dado pela seguinte fórmula:

$$\% \text{ de óleo (sementes secas)} = O - C$$

$$= \left(R_s - R_r \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}}$$

6.2. **Cálculo do teor em óleo da amostra tal como ela se apresenta**

O teor em óleo de sementes não tratadas em percentagem (p/p) é dado pela seguinte fórmula:

$$\% \text{ de óleo (amostra tal como se apresenta)} = \left(R_s - R_r \cdot \frac{m_t}{m_r}\right) \cdot \frac{m_x \cdot 100}{R_x \cdot m_{ds}} \cdot \left(1 - \frac{a}{100}\right)$$

na qual:

a é o teor em humidade das sementes expresso em percentagem (p/p) determinada de acordo com o Anexo III do Regulamento (CEE) nº 1470/68.

6.3. **Repetibilidade**

6.3.1. A diferença entre os resultados de determinação do teor em óleo de duas amostras de análise não deve ultrapassar 0,4 g de óleo por 100 g de amostra.

6.3.2. Se a diferença entre as duas amostras de análise ultrapassar 0,4 g de óleo por 100 g de amostra, repetir a medida das duas amostras.

6.3.3. Se a diferença entre as duas amostras de análise ainda continuar superior a 0,4 g de óleo por 100 g de amostra, colher novas amostras para fins de análise e recomeçar todo o processo.

6.3.4. Se a diferença entre os resultados de doseamento da nova série de amostras ultrapassar 0,4 g de óleo por 100 g de amostra, determinar o teor em óleo da amostra considerada segundo o método descrito no Anexo V do Regulamento (CEE) nº 1470/68.

7. OBSERVAÇÕES

7.1. **Precisão do doseamento do óleo**

A precisão da determinação do teor em óleo por espectrometria RMN deve ser controlada pelo menos uma vez por mês por comparação dos resultados RMN com os resultados obtidos por extracção com o n-hexano de acordo com o método descrito no Anexo V do Regulamento (CEE) nº 1470/68.

Esta operação de rotina efectua-se ao mesmo tempo que a preparação mensal da amostra de óleo de referência (5.1).

A diferença entre os resultados pelo método RMN e os resultados obtidos por extracção com o n-hexano não deve ultrapassar 0,4 g de óleo por 100 g de amostra.

Se a diferença entre os resultados obtidos de acordo com os dois métodos considerados ultrapassar 0,4 g de óleo por 100 g de amostra, repetir a extracção e reescalonar o espectrómetro RMN em conformidade com o ponto 5.2.

7.2. **Interferência dos metais ferrosos**

Os metais ferrosos no estado de vestígios influem nos resultados. Recomenda-se eliminar esses ingredientes com a ajuda de um íman.

Se a presença de metais ferrosos for fonte de dificuldades, recomenda-se determinar o teor em óleo da amostra considerada em conformidade com o método descrito no Anexo V do Regulamento (CEE) nº 1470/68.»