

## KOMMISSIONENS FÖRORDNING (EG) nr 1082/96

av den 14 juni 1996

om upprättandet av en referensmetod för bestämning av etylestern av  $\beta$ -apo-8'-karotinsyra i koncentrerat smör och smör

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR  
ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen,

med beaktande av rådets förordning (EEG) nr 804/68 av den 27 juni 1968 om den gemensamma organisationen av marknaden för mjölk och mjölkprodukter<sup>(1)</sup>, senast ändrad genom kommissionens förordning (EG) nr 2931/95<sup>(2)</sup>, särskilt artiklarna 6.7 och 12.3 i denna, och

med beaktande av följande:

Kommissionens förordning (EEG) nr 570/88 om försäljningen av smör till sänkta priser och beviljandet av stöd för smör och koncentrerat smör avsett att användas i framställningen av konditorivaror, glass och andra livsmedel<sup>(3)</sup>, senast ändrad genom förordning (EG) nr 531/96<sup>(4)</sup>, innehåller bestämmelser om spårämnen i det subventionerade smöret och koncentrerade smöret under vissa omständigheter, för att garantera en korrekt slutanvändning av dessa produkter.

Mot bakgrund av betydelsen av spårämnena för systemets funktion och för att garantera en likvärdig behandling av de operatörer som deltar i det, är det lämpligt att upprätta gemensamma metoder för bestämningen av de spårämnen som avses i förordning (EEG) nr 570/88.

Det föreligger svårigheter att upprätta sådana referensmetoder för alla spårämnena samtidigt; upprättandet av en

referensmetod för bestämning av etylestern av  $\beta$ -apo-8'-karotinsyra i koncentrerat smör eller smör utgör ytterligare ett steg i denna riktning.

De åtgärder som föreskrivs i denna förordning är förenliga med yttrandet från Förvaltningskommittén för mjölk och mjölkprodukter.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

*Artikel 1*

Den referensmetod för analys som specificeras i bilagan skall tillämpas vid bestämning av innehållet av etylestern av  $\beta$ -apo-8'-karotinsyra i koncentrerat smör eller smör enligt förordning (EEG) nr 570/88.

Koncentrerat smör eller smör har påvisats i enlighet med artikel 6 i förordning (EEG) nr 570/88 om de erhållna resultaten är i överensstämmelse med specifikationerna i punkt 8 i bilagan.

*Artikel 2*

Denna förordning träder i kraft den tredje dagen efter det att den har offentliggjorts i *Europeiska gemenskapernas officiella tidning*.

Den skall tillämpas från och med den 1 oktober 1996.

Denna förordning är till alla delar bindande och direkt tillämplig i alla medlemsstater.

Utfärdad i Bryssel den 14 juni 1996.

*På kommissionens vägnar*

Franz FISCHLER

*Ledamot av kommissionen*

<sup>(1)</sup> EGT nr L 148, 28.6.1968, s. 13.

<sup>(2)</sup> EGT nr L 307, 20.12.1995, s. 10.

<sup>(3)</sup> EGT nr L 55, 1.3.1988, s. 31.

<sup>(4)</sup> EGT nr L 78, 28.3.1996, s. 13.

## BILAGA

**BESTÄMNING AV ETYLESTERN AV  $\beta$ -APO-8'-KAROTINSYRA I KONCENTRERAT SMÖR OCH SMÖR GENOM SPEKTROMETRI****1. Omfattning och tillämpningsområde**

Metoden innebär ett tillvägagångssätt för kvantitativ bestämning av etylestern av  $\beta$ -apo-8'-karotinsyra i koncentrerat smör och smör. Apokarotinstern är summan av alla substanser som finns i ett extrakt av prov som erhållits under de beskrivna förhållandena och som absorberar ljus vid 440 nm. Metoden är tillämplig på prov som erhållits enligt förordning (EEG) nr 570/88.

**2. Princip**

Smörfettet löses upp i lättpetroleum och absorbansen mäts vid 440 nm. Förekomsten av apokarotiner bestäms genom referens till en extern standard.

**3. Apparatur**

- 3.1 Graderade pipetter med kapaciteterna 0,25, 0,50, 0,75 och 1,0 ml.
- 3.2 Spektrofotometer — lämplig för användning vid 440 nm (och 447–449 nm) och utrustad med en optisk cell vars ljuspassagelängd är 1 cm.
- 3.3 Mätkolvar, t.ex. 20 ml och 100 ml.

**4. Reagenser**

Alla reagenser måste hålla den gängse analytiska renhetsgraden.

**4.1 Suspension av apokarotiner (cirka 20 %)****4.1.1 Fastställ suspensionens innehåll enligt nedanstående:**

Väg exakt upp cirka 400 mg i en 100 ml mätkolv och lös upp i petroleumeter (4.2), späd ut till volym med petroleumeter. Späd ut 5,0 ml av lösningen till 100 ml med petroleumeter (lösning A). Späd ut 5,0 ml av lösning A till 100 ml med petroleumeter. Mät absorbansen vid 447–449 nm (mät maximum mot petroleumeter som blindprov genom att använda celler med 1 cm ljuspassagelängd).

$$\text{Innehåll av apokarotiner (\%)} = \frac{A_{\max} \cdot 40\,000}{A \cdot 2\,550}$$

$A_{\max}$  = mätlösningens absorbans vid maximum

A = provets vikt (g)

2 550 = värdet för referens A (1 %, 1 cm)

Suspensionens renhetsgrad är P (%).

*Anmärkning:* Apokarotinersuspensionen är känslig för luft, värme och ljus. Den kan förvaras svalt i oöppnad, ursprunglig behållare (förseglad under kväve) upp till ca tolv månader. Efter öppnandet bör innehållet användas inom en kort period.

**4.1.2 Apokarotinerstandardlösning, ca 0,2 mg/ml**

Väg, till närmaste 0,1 mg, ca 0,100 g apokarotinersuspension (4.1.1) (Wg), lös upp i petroleumeter (4.2), överför kvantitativt till en 100 ml mätkolv och fyll upp till markeringen med petroleumeter.

Denna lösning innehåller (viktprocent)/100 mg/ml apokarotiner.

*Anmärkning:* Lösningen måste förvaras svalt och mörkt. Kassera oanvänd lösning efter en månad.

**4.2 Petroleumeter (40–60 °C)****4.3 Natriumsulfat, vattenfritt, i granulatform och torkat vid 102 °C i två timmar.**

5. **Tillvägagångssätt**
- 5.1 Förberedelse av testprovet
- 5.1.1 Koncentrerat smör  
Smält provet i en ugn vid ca 45 °C.
- 5.1.2 Smör  
Smält provet i en ugn vid ca 45 °C och filtrera en representativ del genom ett filter som innehåller ca 10 g vattenfritt natriumsulfat (4.3) i en miljö som är skyddad från starkt naturligt och artificiellt ljus och som hålls vid en temperatur av 45 °C. Tag en lämplig mängd smörfett.
- 5.2 Bestämning  
Väg, till närmaste 1 mg, ca 1 g koncentrerat smör (eller extraherat smörfett (5.1.2)), (mg). Häll över kvantitativt till en 20 ml/Vml mätkolv genom att använda petroleumeter (4.2). Fyll upp till markeringen och blanda väl.  
Häll över en aliquot till en optisk cell med 1 cm ljusspassagelängd och mät absorbsansen vid 440 nm mot ett blindprov bestående av petroleumeter. Fastställ koncentrationen av apokarotiner i lösningen med hjälp av kalibreringskurvan (C µg/ml).
- 5.3 Kalibreringskurva  
Pipettera 0, 0,25, 0,5, 0,75 och 1,0 ml av apokarotinerstandardlösningen (4.1.2) i fem 100 ml mätkolvar. Späd till volym med petroleumeter (4.2) och blanda om.  
Lösningarnas ungefärliga koncentrationer varierar från 0 till 2 µg/ml och kalkyleras exakt med hjälp av standardlösningens koncentration (4.1.2), (viktprocent)/100 mg/ml. Mät absorbsanserna vid 440 nm mot ett blindprov bestående av petroleumeter (4.2).  
Pricka in värdena i ett diagram med absorbsansen längs y-axeln och apokarotinerkoncentrationen längs x-axeln.
6. **Resultatberäkning**
- 6.1 Apokarotinerinnehållet uttryckt som mg per kg produkt fås enligt:  
Koncentrerat smör (C.V.)/m  
Smör 0,82 (C.V.)/m  
där  
C = apokarotinerinnehållet i µg/ml, avläst från kalibreringskurvan (5.3)  
m = testportionens vikt (g) (5.2)  
0,82 = en korrektionsfaktor för smörfetthalten i smör.
7. **Metodens noggrannhet**
- 7.1 Repeterbarhet
- 7.1.1 Analys av smör  
Differensen mellan resultaten från två bestämningar som blivit utförda inom kortast möjliga tidsintervall av en och samma laborant som använt samma apparatur på identiska testmaterial, bör inte överstiga 1,4 mg/kg.
- 7.1.2 Analys av koncentrerat smör  
Differensen mellan resultaten från två bestämningar som blivit utförda inom kortast möjliga tidsintervall av en och samma laborant som använt samma apparatur på identiska testmaterial, bör inte överstiga 1,6 mg/kg.
- 7.2 Reproducerbarhet
- 7.2.1 Analys av smör  
Differensen mellan resultaten från två bestämningar utförda av laboranter i olika laboratorier med användande av olika apparatur på identiskt testmaterial bör inte överstiga 4,7 mg/kg.
- 7.2.2 Analys av koncentrerat smör  
Differensen mellan resultaten från två bestämningar utförda av laboranter i olika laboratorier med användande av olika apparatur på identiskt testmaterial bör inte överstiga 5,3 mg/kg.

**7.3 Källa för precisionsdata**

Precisionsdata erhöles från ett experiment som utfördes 1995 och som omfattade elva laboratorier och tolv spårämnehaltiga prov (sex stycken blindduplikat) för smör; tolv spårämnehaltiga prov (sex stycken blindduplikat) för koncentrerat smör.

**8. Toleransnivåer**

8.1 Tre prov måste tas från den spårämnehaltiga produkten, för kontroll av homogeniteten.

Det beskrivna analytiska tillvägagångssättet påvisar alla substanser som absorberats vid en våglängd av 440 nm. Halten av den uppmätta apokarotinstern ökas av dessa substanser. Expertgruppen av kemister inom EG:s beslutsgrupp för mjölk har fastslagit specifikationsgränsen för tillåten bakgrundsabsorption till 22 mg/kg för smör och 24 mg/kg för koncentrerat smör.

8.2 Smör

8.2.1 Inblandningsgraden för smör, med beaktande av bakgrundsabsorbansen, är 22 mg/kg.

8.2.2 Med beaktande av den kritiska differensen för en 95-procentig sannolikhetsnivå ( $CrD_{95}$ ), bör medelvärdet av de enskilt utförda analyserna på vart och ett av de tre proven för kontroll av homogeniteten inte vara mindre än 19,3 mg/kg.

8.2.3 Som tillägg till kriteriet givet i 8.2.2 används det lägsta erhållna analysresultatet från produkten för att kontrollera spårämnesfördelningens homogenitet. Detta utförs genom en jämförelse med följande gränsvärden:

— 18,1 mg/kg (95 % av minimiinblandningsgraden, med beaktande av  $CrD_{95}$  för enskilt prov).

— 14,8 mg/kg (80 % av minimiinblandningsgraden, med beaktande av  $CrD_{95}$  för enskilt prov).

Den spårämneskoncentration i det prov som ger det lägsta resultatet används tillsammans med interpolation mellan 18,1 mg/kg och 14,8 mg/kg.

8.3 Koncentrerat smör

8.3.1 Med beaktande av bakgrundsabsorbansen är inblandningsgraden för koncentrerat smör 24 mg/kg.

8.3.2 Med beaktande av den kritiska differensen för en 95-pocentig sannolikhetsnivå ( $CrD_{95}$ ), bör medelvärdet av de enskilt utförda analyserna på vart och ett av de tre proven för kontroll av homogeniteten inte vara mindre än 20,9 mg/kg.

8.3.3 Som tillägg till kriteriet givet i 8.3.2 används det lägsta erhållna analysresultatet av produkten för att kontrollera spårämnesfördelningens homogenitet. Detta utförs genom en jämförelse med följande gränsvärden:

— 19,6 mg/kg (95 % av minimiinblandningsgraden, med beaktande av  $CrD_{95}$  för enskilt prov).

— 16,1 mg/kg (80 % av minimiinblandningsgraden, med beaktande av  $CrD_{95}$  för enskilt prov).

Den spårämneskoncentration i det prov som ger det lägsta resultatet används tillsammans med interpolation mellan 19,6 mg/kg och 16,1 mg/kg.

---