

Projectnr.: 71313.06  
Borging COKZ i.k.v.EG-verordening 2571/97  
Programmaleider: dr. J. de Jong  
Projectleider: J.F. Labrijn

Rapport 2003.013

mei 2003

Borging van COKZ en uitgevoerd onderzoek door RIKILT  
Verordening (EG) Nr 2571/97 bakkersboterregeling  
Periode: februari 2001 t/m november 2002

J.F. Labrijn, P.M. Berends, ir. W.J. de Boer (Biometris)

Business Unit Analyse en Ontwikkeling

Medewerkers: cluster Samenstellingsonderzoek, cluster Residuen

RIKILT - Instituut voor Voedselveiligheid  
Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen  
Postbus 230, 6700 AE Wageningen  
Telefoon 0317-475400  
Telefax 0317-417717  
Internet: [www.rikilt.wur.nl](http://www.rikilt.wur.nl)

Copyright 2003, Instituut voor voedselveiligheid (RIKILT).

*Het is de opdrachtgever toegestaan dit rapport integraal openbaar te maken en ter inzage te geven aan derden.*

*Zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van RIKILT-Instituut voor Voedselveiligheid is het niet toegestaan:*

- a) dit door RIKILT-Instituut voor Voedselveiligheid uitgebracht rapport gedeeltelijk te publiceren of op andere wijze gedeeltelijk openbaar te maken;*
- b) dit door RIKILT-Instituut voor Voedselveiligheid uitgebracht rapport, c.q. de naam van het rapport of RIKILT-Instituut voor Voedselveiligheid, geheel of gedeeltelijk te doen gebruiken ten behoeve van het instellen van claims, voor het voeren van gerechtelijke procedures, voor reclame of antireclame en ten behoeve van werving in meer algemene zin;*
- c) de naam van RIKILT-Instituut voor Voedselveiligheid te gebruiken in andere zin dan als auteur van dit rapport.*

## VERZENDLIJST

### INTERN:

directeur

auteur(s)

programmaleiders (4x)

marketing & communicatie (2x)

bibliotheek (3x)

BUM A&O

projectleider (3x)

### EXTERN:

Stichting Dienst Landbouwkundig Onderzoek (dr. D van Zaane)

Directie Wetenschap en Kennisoverdracht (dr. J.A. Hoekstra)

Directie Landbouw (Mw. ir. A.M. Burger)

Directie Internationale Zaken (mr. J.P. Hoogeveen, ir. M.Y. Brouwer)

Directie Industrie en Handel (drs. R.P.J. Bol, ir. O.T.J. Stiekema)

Algemene Inspectiedienst (W.M.J. Nooij, drs. J.L.H.D. Eyck, J.A.H. Urlings)

Landelijke Service bij Regelingen (LASER) (mr. J.M.P.H. van der Zijden, ing. M.G.A. Grooten)

Directie Veterinaire, Voedings-, en Milieuaangelegenheden (dr. ir. H. Paul)

Centraal Orgaan voor Kwaliteitsaangelegenheden in de Zuivel, Leusden

(dr. ir. L. de Jong, dr. I. Freriks)

Biometris (dr. H.v.d.Voet, ir. W.J. de Boer)

<b>SAMENVATTING</b>	blz. 3
<b>1 INLEIDING</b>	5
<b>2 MATERIAAL EN METHODEN</b>	6
2.1 Monstermateriaal	6
2.2 Methode van onderzoek	6
2.3 Statistische verwerking opvraagmonsters	6
<b>3 RESULTATEN EN DISCUSSIE</b>	8
3.1 Resultaten van de opvraagmonsters van het onderzoek op de kwaliteit van het onverklikte boterconcentraat conform Bijlage I van de verordening EG 2571/97	8
3.1.1 <i>Vocht in boterconcentraat</i>	8
3.1.2 <i>FFA in boterconcentraat</i>	9
3.1.3 <i>Peroxide in boterconcentraat</i>	10
3.1.4 <i>Neutraliserende stoffen, antioxidantia en conserveermiddelen</i>	10
3.2 Onderzoek toegevoegde hoeveelheid verklikstoffen en homogeniteit	11
3.2.1 <i>Ethylester van beta-apo-<math>\delta</math>-caroteenzuur in boterconcentraat</i>	11
3.2.2 <i>4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde in boterconcentraat</i>	12
3.2.3 <i>Tryglyceriden van n-heptaanzuur in boterconcentraat</i>	13
3.2.4 <i><math>\beta</math>-sitosterol in boterconcentraat</i>	14
<b>4 CONCLUSIE EN AANBEVELINGEN</b>	15
Tabel 1 Vocht in boterconcentraat	17
Tabel 2 FFA in boterconcentraat	18
Tabel 3 Peroxide in boterconcentraat	19
Tabel 4 Ethylester van beta-apo- $\delta$ -caroteenzuur in boterconcentraat	20
Tabel 5 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde in boterconcentraat	21
Tabel 6 Tryglyceriden van n-heptaanzuur in boterconcentraat	22
Tabel 7 $\beta$ -sitosterol in boterconcentraat	23
Appendix I: Statistische verwerking	24
<b>BIJLAGEN</b>	
I Kwaliteitseisen voor boterconcentraat	
II Bij te mengen producten per ton boterconcentraat of boter, formule A	
III Bij te mengen producten per ton boterconcentraat of boter, formule B	

## **SAMENVATTING**

Voor Verordening (EG) Nr. 2571/97 van de commissie van 15 december 1997, betreffende de verkoop van boter tegen verlaagde prijs en toekenning van steun voor room, boter en boterconcentraat voor de vervaardiging van banketbakkerswerk, consumptie-ijs en andere voedingsmiddelen is het RIKILT bij beschikking van de Minister van Landbouw in augustus 1981 aangewezen om de door de AID genomen monsters van de producerende bedrijven te onderzoeken. Het RIKILT heeft het onderzoek van de routinematige parameters zoals vocht, vrije vetzuren, peroxide,  $\beta$ -caroteenzure ethylester, vanille, triglyceride van n-heptaanzuur en  $\beta$ -sitosterol uitbesteed aan het COKZ.

Het RIKILT borgt de kwaliteit van het onderzoek van het COKZ met o.a. schaduwonderzoek van monsters (dubbel genomen monsters) die zowel door COKZ als RIKILT worden onderzocht op genoemde parameters en een jaarlijkse audit op COKZ.

Het RIKILT onderzoekt zelf door de AID genomen monsters op melkvreemd vet, antioxydanten en neutraliserende stoffen. Vanaf 01-01-03 zal het RIKILT deze monsters ook op conserveermiddelen onderzoeken.

De interpretatie van de gevonden resultaten wordt met behulp van statistische proces controle (SPC) beoordeeld. In het geval er tussen de resultaten van het RIKILT en het COKZ verschillen worden geconstateerd en/of er sprake lijkt van overschrijding van actiegrenzen, is het niet altijd duidelijk welk laboratorium hier de oorzaak van is. Nader onderzoek om de verschillen op te sporen is dan noodzakelijk.

Dit rapport beschrijft het onderzoek over de periode februari 2001 tot en met november 2002. In het geheel zijn de resultaten goed en de door COKZ gebruikte methoden akkoord. Bij het onderzoek op triglyceriden van n-heptaanzuur in boterconcentraat zijn er actiegrenzen overschreden.

Op 29 november 2002 is er door specialisten van het RIKILT een audit gehouden op het COKZ. Tijdens deze audit zijn de methoden van het COKZ beoordeeld op o.a. validatie t.o.v. de referentiemethode indien die niet toegepast wordt. Het COKZ past een door Sterlab goedgekeurd systeem van bewaking van het niveau toe door middel van het onderzoek van standaard monsters bij elke serie monsters en de resultaten worden verwerkt met behulp van een Sheward/Cusumcontrolekaart. Het resultaat van de gehouden audit was akkoord.

Een aanbeveling is om gecertificeerd referentie materiaal van het Institute for Reference Material and Methods uit Geel te gebruiken om het niveau van de analyses van verklikstoffen te bewaken. Er zijn nl. geen (internationale) ringonderzoeken voor de verklikstoffen en er is gecertificeerd referentie materiaal beschikbaar.

Er is door het RIKILT geen melkvreemd vet, antioxydanten of neutraliserende stoffen aangetoond in de onderzochte monsters.

## 1 INLEIDING

In 1968 heeft de Europese Unie (EU) vanwege de boteroverschotten een regeling in het leven geroepen om het gebruik van marktboter door bepaalde consumenten en industrieën op peil te houden c.q. te bevorderen.

In 1988 is de verkoop van interventieboter tegen verlaagde prijs en de toekenning van steun voor room, marktboter en marktboterconcentraat voor de vervaardiging van banketbakkerswerk, consumptie-ijs en andere voedingsmiddelen in regeling EEG 570/88 van kracht geworden. De regeling is vernieuwd uitgebracht onder Verordening (EG) nr. 2571/97.

De verantwoordelijkheden zijn als volgt, zie ook "Beschikking van de Minister van LNV, 28 augustus 1981, Staatscourant 108".:

- A. Directie Internationale Zaken (IZ) van het Ministerie van LNV is eindverantwoordelijk voor de lidstaat Nederland.
- B. Landelijke Service bij Regelingen (LASER) is verantwoordelijk voor het uitbetalen van de toe te kennen steunbedragen (subsidies) op grond van in de verordening bepaalde en op grond van de resultaten van de in het kader van deze beschikking verrichte controles.
- C. De Algemene Inspectiedienst (AID) is belast met de in de communautaire verordening voorgeschreven controles en monsterneming in de bedrijven die boterconcentraat verwerken.
- D. De ter uitvoering van deze beschikking genomen monsters worden onderzocht door het Rijks-Kwaliteitsinstituut voor Land- en Tuinbouwproducten (RIKILT). De resultaten van het monsteronderzoek worden d.m.v. certificaten gerapporteerd aan AID en LASER.

Huidige werkwijze:

LASER voert conform B haar verantwoordelijkheden uit.

AID heeft de monsternaming uitbesteed aan Centraal Orgaan voor Kwaliteitsaangelegenheden (COKZ).

RIKILT heeft het routinematig onderzoek van de monsters uitbesteed aan het COKZ.

De door het COKZ geproduceerde resultaten worden elektronisch aan het RIKILT gerapporteerd. RIKILT controleert of de resultaten voldoen aan de eisen gesteld in de verordening 2571/97 van de EU en rapporteert aan de AID en LASER. Op geregelde tijden vinden er bijeenkomsten plaats met alle betrokken organisaties.

RIKILT borgt het onderzoek van het COKZ d.m.v. onderzoek van schaduwmonsters (dit zijn ook door COKZ onderzochte monsters) in de frequentie van 6 x per jaar en een audit bij het COKZ ter verificatie van de gebruikte methoden.

Indien het COKZ routinemethoden gebruikt moeten de methoden gevalideerd zijn t.o.v. de referentiemethoden. Bij geconstateerde afwijkingen moeten de resultaten bevestigd worden met de officiële referentie methoden conform de lijst van referentiemethoden van de Verordening (EG) nr. 213/2001 van de Commissie van 9 januari 2001, houdende uitvoeringsbepalingen van Verordening (EG) nr. 1255/1999, wat betreft de referentiemethoden voor de analyse en kwaliteitsbeoordeling van melk en zuivelproducten. De door COKZ toegepaste methoden moeten geaccrediteerd zijn door de Raad van Accreditatie of gevalideerd conform de bijlagen van Vo 213/2001.

## 2 MATERIAAL EN METHODEN

### 2.1 Monstermateriaal

Het RIKILT laat door de buitendienst van het COKZ schaduwmonsters nemen (dubbelbemonstering) t.b.v. de controle van het niveau van het COKZ laboratorium. De monsters bestaan uit boterconcentraat zonder verklekstoffen voor onderzoek op kwaliteit zoals gesteld in Bijlage 1 van de verordening en monsters boterconcentraat met verklekstoffen voor controle op voldoende toegevoegde verklekstoffen en van de homogeniteit zoals gesteld in Bijlage II en III van verordening 2571/97.

### 2.2 Methode van onderzoek

Het RIKILT onderzoekt de parameters met de in de verordening voorgeschreven referentiemethoden zoals gesteld in de lijst van voorgeschreven analysemethoden Verordening (EG) nr 213/2001, bijlage 1.

### 2.3 Statistische verwerking opvraagmonsters

#### **Berekening controlegrenzen opvraagmonsters**

In de controlekaart worden gemiddelde verschillen per ronde tussen COKZ en RIKILT uitgezet tegen de tijd. Tevens worden  $2\sigma$ - en  $3\sigma$ -grenzen aangegeven voor geschaalde gemiddelde verschillen. Punten waar actiegrenzen worden overschreven, zijn gemarkeerd weergegeven. Elk gemiddeld verschil wordt herberekend alsof het afkomstig zou zijn van een standaard aantal monsters  $n_0$ . Het aantal bemonsteringen  $n_i$  varieert per ronde. Dit beïnvloedt de standaardafwijking:

$$s_i = \sqrt{(s_{tussen}^2 + s_{binnen}^2/n_i)}$$

die nodig is voor de berekening van de  $2\sigma$ - en  $3\sigma$ -grenzen. Dit betekent dat elk rondagemiddelde eigen grenzen heeft. In de figuren zijn de oorspronkelijke gemiddelden geschaald weergegeven, zodanig dat alle punten dezelfde  $2\sigma$ - en  $3\sigma$ -grenzen hebben. De grenzen zijn gebaseerd op een  $n_i$  die gelijk is aan het harmonisch gemiddelde van het aantal waarnemingen per ronde (zie appendix I). De afgebeelde punten zijn dus ongelijk aan de oorspronkelijke gemiddelden maar zullen daar meer op lijken naarmate het aantal waarnemingen van elk gemiddelde beter overeenkomt met het gemiddelde aantal waarnemingen. Een vergelijking van de geschaalde gemiddelden met de oorspronkelijke gemiddelden laat zien dat pas in de tweede, maar meestal de derde decimaal verschillen optreden. Voor de berekening van  $\sigma$  en  $n_0$  wordt verwezen naar de formules in appendix I.

Uit de verzameling van alle verschillen is een standaardafwijking van de verschillen berekend, en op basis van deze standaardafwijking is voor elk gemiddelde een 95% betrouwbaarheidsinterval berekend dat ook in de figuren is aangegeven. Er is sprake van een statistisch significant niveauverschil wanneer het lijnstuk dat het betrouwbaarheidsinterval aangeeft niet snijdt met de x-as. De foutmarges zijn gebaseerd op de gepoolde variantie binnen ronden: verschil in lengte van de balkjes is dan een gevolg van het aantal waarnemingen voor het gemiddelde.

De volgende resultaten worden gerapporteerd: het gemiddelde verschil, de standaardafwijking van het verschil, het aantal monsters per ronde, sigma tussen en binnen ronden en de sigma voor de regelkaart, d.i. de standaardafwijking die gebaseerd is op de tussen en binnen variantie voor ronden met een standaard aantal monsters per ronde.

Voor de berekeningen en weergave in de controlekaarten worden de volgende regels gehanteerd om overschrijding van actiegrenzen te detecteren:

1. een verschilwaarde buiten de  $3\sigma$  grenzen
2. twee opeenvolgende verschilwaarden buiten de  $2\sigma$  grenzen
3. negen opeenvolgende verschilwaarden met hetzelfde teken.

Voor ronden waar actiegrenzen worden overschreden worden de gemiddelde verschilwaarden gerapporteerd.

### 3 RESULTATEN EN DISCUSSIE

#### 3.1 Onderzoek kwaliteitsaspecten

##### 3.1.1. Vocht in boterconcentraat (Tabel 1)

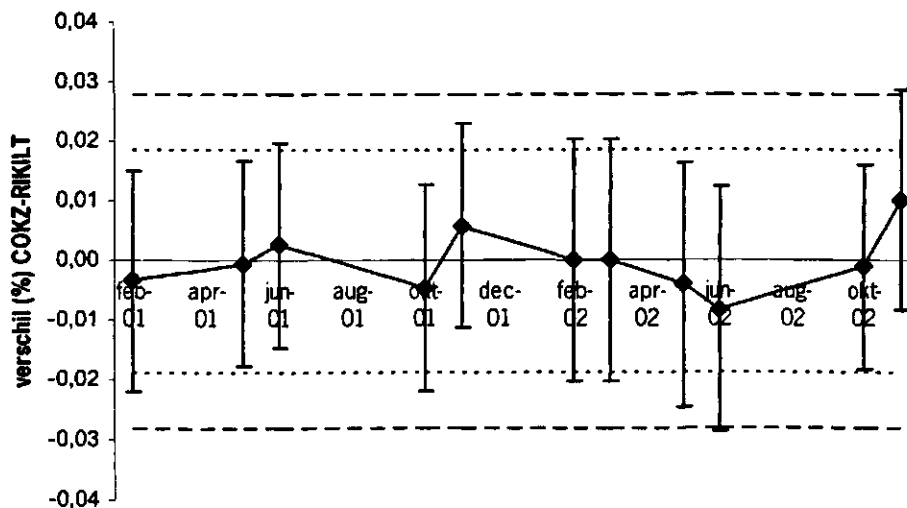
Er is geen actiegrens overschreden. De gemiddelde verschillen zijn klein (max. 0,01). Het resultaat is goed.

#### Conclusie

De door COKZ gebruikte methode volgens COKZA219 is akkoord. De resultaten zijn akkoord.

Vocht in boterconcentraat in %	Regelgrenzen gebaseerd op periode					sigma binnen ronden	0,016
			nov-98	-	dec-02	sigma tussen ronden	0,000
						sigma regelkaart	0,009
datum	gem. COKZ	gem. RIKILT	gemiddelde verschil C - R	st.afw. verschil C-R	aantal monsters		
feb-01	0,08	0,08	0,00	0,04	3		
mei-01	0,07	0,07	0,00	0,01	4		
jun-01	0,08	0,07	0,00	0,00	4		
okt-01	0,08	0,08	0,00	0,02	4		
nov-01	0,07	0,06	0,01	0,01	4		
feb-02	0,07	0,07	0,00	0,00	2		
mrt-02	0,06	0,06	0,00	0,00	2		
mei-02	0,08	0,08	-0,01	0,01	2		
jun-02	0,06	0,07	-0,01	0,01	2		
okt-02	0,06	0,06	0,00	0,01	4		
nov-02	0,09	0,08	0,01	0,00	3		

Vocht in boterconcentraat feb-01 - nov-02





### 3.1.2 Vetvrije vetzuren (FFA) in boterconcentraat (Tabel 2)

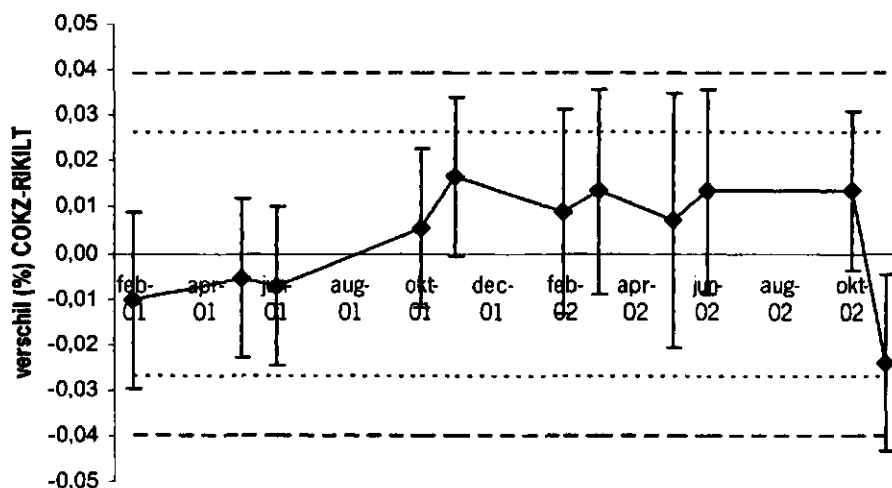
Er is geen actiegrens overschreden. De verschillen zijn klein (max. 0,02%)

#### Conclusie

De door COKZ gebruikte methode volgens COKZ-A619 is akkoord. De resultaten zijn akkoord.

FFA in boterconc in % uitgedrukt als oliezuur	Regelgrenzen gebaseerd op periode					sigma binnen ronden	0,017
	nov-98	-	dec-02	sigma tussen ronden	0,009		
datum	gem. COKZ	gem. RIKILT	gemiddelde verschil C - R	st.afw. verschil C-R	aantal monsters	sigma regelkaart	0,013
feb-01	0,18	0,19	-0,01	0,01	3		
mei-01	0,17	0,18	-0,01	0,00	4		
jun-01	0,16	0,17	-0,01	0,00	4		
okt-01	0,15	0,14	0,00	0,02	4		
nov-01	0,17	0,15	0,02	0,03	4		
feb-02	0,15	0,14	0,01	0,00	2		
mrt-02	0,15	0,14	0,02	0,01	2		
mei-02	0,15	0,14	0,01		1		
jun-02	0,16	0,15	0,02	0,01	2		
okt-02	0,16	0,14	0,01	0,01	4		
nov-02	0,15	0,17	-0,02	0,05	3		

FFA in boterconc feb-01 - nov-02



### 3.1.3 Peroxide in boterconcentraat (Tabel 3)

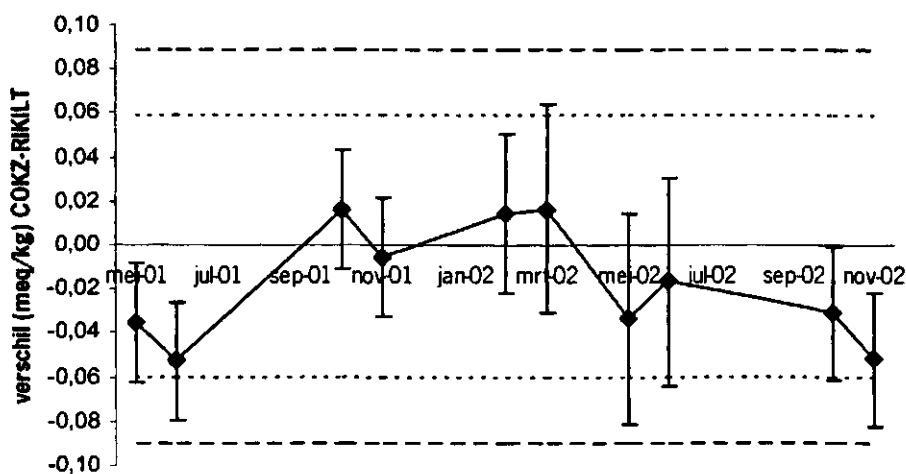
Er is geen actiegrens overschreden.

#### Conclusie

De door COKZ gebruikte methode volgens COKZ-A646 is akkoord. De resultaten zijn akkoord.

peroxide in boterconc in meq/kg	Regelgrenzen gebaseerd op periode				sigma binnen ronden sigma tussen ronden sigma regelkaart
	nov-98	-	dec-02		
datum	gem. COKZ	gem. RIKILT	gemiddelde verschil C - R	st.afw. verschil C-R	aantal monsters
mei-01	0,05	0,09	-0,03	0,02	4
jun-01	0,07	0,11	-0,05	0,01	4
okt-01	0,10	0,08	0,02	0,06	4
nov-01	0,08	0,09	-0,01	0,01	4
feb-02	0,07	0,05	0,02	0,01	2
mrt-02	0,08	0,08	0,02		1
mei-02	0,03	0,07	-0,04		1
jun-02	0,07	0,09	-0,02		1
okt-02	0,06	0,09	-0,03	0,03	3
nov-02	0,06	0,11	-0,05	0,03	3

peroxide in boterconc feb-01 - nov-02



### 3.1.4 Neutraliserende stoffen, antioxydanten en conserveermiddelen

Naast de uitbesteding van de monsternamen door de AID aan het COKZ neemt de AID bij haar controle bezoeken steekproefsgewijs monsters ter controle op fraudeaspecten zoals niet melkvet, antioxydanten, conserveermiddelen en neutralisatiemiddelen. Dit onderzoek wordt door het RIKILT zelf uitgevoerd. Er zijn bij deze onderzoeken geen melkvreemd vet, neutraliserende stoffen en antioxydanten aangetroffen. Met het conserveringsmiddelen onderzoek is het RIKILT per 01-01-2003 gestart.

### 3.2 Onderzoek op toegevoegde hoeveelheid verklekstoffen en homogeniteit.

#### 3.2.1 Ethylester van $\beta$ -apo-8-caroteenzuur (caroteen) in boterconcentraat (Tabel 4)

Er is geen actiegrens overschreden.

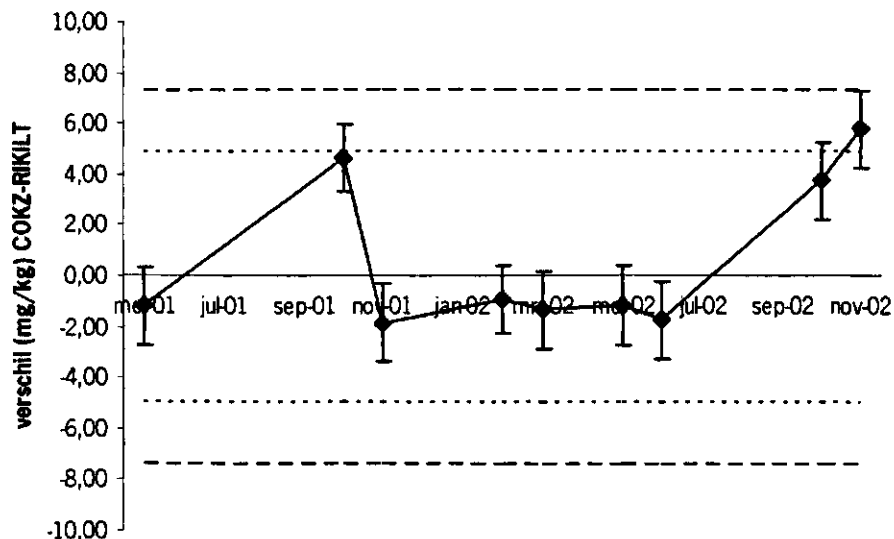
De voorgeschreven referentiemethode meet behalve het toegevoegde  $\beta$ -apo-8-caroteenzure ethylester ook de van nature aanwezige caroteenachtigen. Daardoor zijn de gevonden resultaten ruim hoger dan het toegevoegde deel (min. 20 mg/kg).

#### Conclusie

De door COKZ toegepaste methode volgens COKZ-A401B is akkoord. De resultaten zijn akkoord.

caroteen in boterconc in mg/kg	Regelgrenzen gebaseerd op periode				sigma binnen ronden	1,320
	nov-98	-	dec-02			
					sigma regelkaart	2,457
datum	gem. COKZ	gem. RIKILT	gemiddelde verschil C - R	st.afw. verschil C-R	aantal monsters	
mer-01	26,60	27,80	-1,20	0,40	3	
okt-01	31,70	27,18	4,53	3,98	4	
nov-01	27,83	29,67	-1,83	0,21	3	
feb-02	28,65	29,58	-0,93	1,11	4	
mrt-02	27,77	29,10	-1,33	0,06	3	
mei-02	27,50	28,67	-1,17	0,49	3	
jun-02	25,03	26,77	-1,73	0,49	3	
okt-02	27,87	24,17	3,70	0,10	3	
nov-02	28,20	22,47	5,73	0,35	3	

caroteen in boterconc feb-01 - dec-02



### 3.2.2 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde "vanille gehalte" in boterconcentraat (Tabel 5)

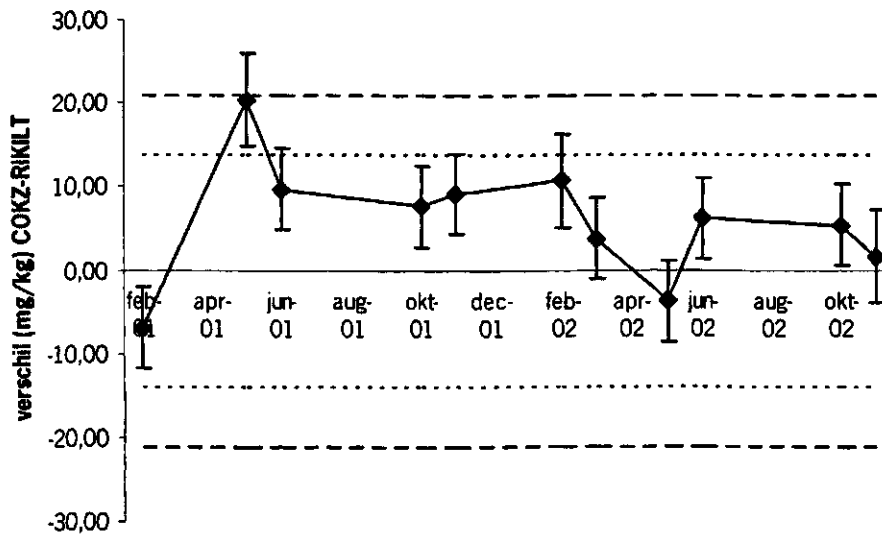
Er is geen actiegrens overschreden.

#### Conclusie

De door COKZ toegepaste methode COKZ-A430 is akkoord. De resultaten zijn akkoord.

vanille in boterconc mg/kg	Regelgrenzen gebaseerd op periode					sigma binnen ronden	4,904
	nov-98	-	dec-02				
						sigma regelkaart	6,983
datum	gem. COKZ	gem. RIKILT	gemiddelde verschil C - R	st.afw. verschil C-R	aantal monsters		
feb-01	270,75	277,75	-7,00	3,46	4		
mei-01	277,33	256,33	21,00	6,08	3		
jun-01	254,00	244,25	9,75	6,65	4		
okt-01	260,50	252,75	7,75	2,22	4		
nov-01	284,00	274,75	9,25	7,27	4		
feb-02	268,00	257,00	11,00	1,00	3		
mrt-02	270,25	266,50	3,75	0,96	4		
mei-02	266,00	269,75	-3,75	2,99	4		
jun-02	283,25	277,00	6,25	5,62	4		
okt-02	265,25	259,75	5,50	4,04	4		
nov-02	256,67	255,00	1,67	2,52	3		

vanille in boterconc feb-01 - dec-02



### 3.2.3 Triglyceriden van n-heptaanzuur in boterconcentraat (Tabel 6)

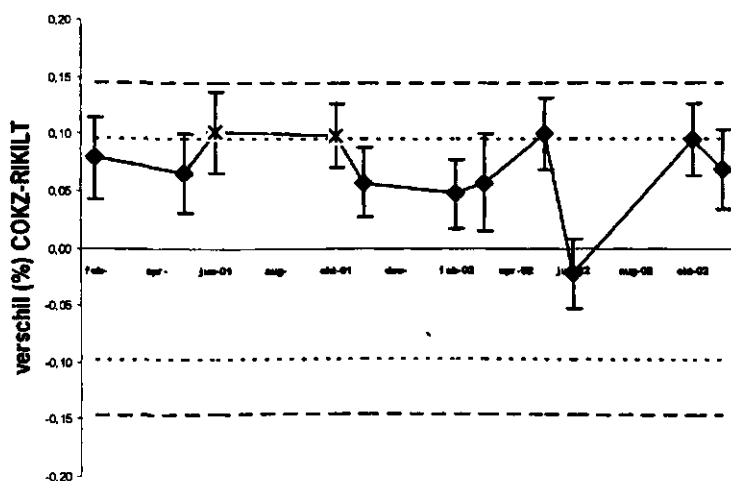
Er zijn in juni en oktober 2001 actiegrenzen overschreden. Bovendien vindt het COKZ systematisch hogere waarden dan het RIKILT. Onderzoek heeft opgeleverd dat de verschillen ontstaan door correctiefactoren. De EU heeft nog geen referentiemethode vastgesteld. De EU neigt ernaar om de methode op basis van de triglyceride samenstelling als referentiemethode vast te stellen, waardoor er geen correctiefactoren nodig zijn.

#### Conclusie

Voorlopig is de door de COKZ gevolgde methode volgens COKZ-A404 akkoord. Actiegrenzen zijn overschreden in juni en oktober 2001. De verschillen  $\leq 0,1\%$  zijn ten opzichte van de gevonden resultaten en de minimale norm 0,96% dusdanig dat de resultaten acceptabel zijn. Discussie over de toepassing c.q. toegepaste correctiefactoren zal opgestart worden.

triglycer in boterconc in %	Regelgrenzen gebaseerd op periode		sigma binnen ronde		aantal monsters	sigma tussen ronde	
	nov-98	dec-02	0,031	0,046			
			sigma regelkaart			0,049	
datum	gem. COKZ	gem. RIKILT	gemiddelde verschil C - R	st. afw. verschil C-R		Onbeheerst buiten- 2 sigma	
feb-01	1,34	1,26	0,08	0,03	3		
mei-01	1,32	1,25	0,07	0,01	3		
jun-01	1,41	1,31	0,10	0,03	3		0,10
okt-01	1,54	1,45	0,10	0,03	5		0,10
nov-01	1,57	1,51	0,06	0,03	4		
feb-02	1,35	1,30	0,05	0,02	4		
mrt-02	1,38	1,32	0,06	0,00	2		
mei-02	1,37	1,27	0,10	0,04	4		
jun-02	1,35	1,37	-0,02	0,03	4		
okt-02	1,36	1,26	0,10	0,03	4		
nov-02	1,35	1,28	0,07	0,06	3		

triglycer in boterconc feb-01 - dec-02



### 3.2.4 $\beta$ -sitosterol in boterconcentraat (Tabel 7)

Er is geen actiegrens overschreden. De verschillen zijn op een uitzondering na klein.

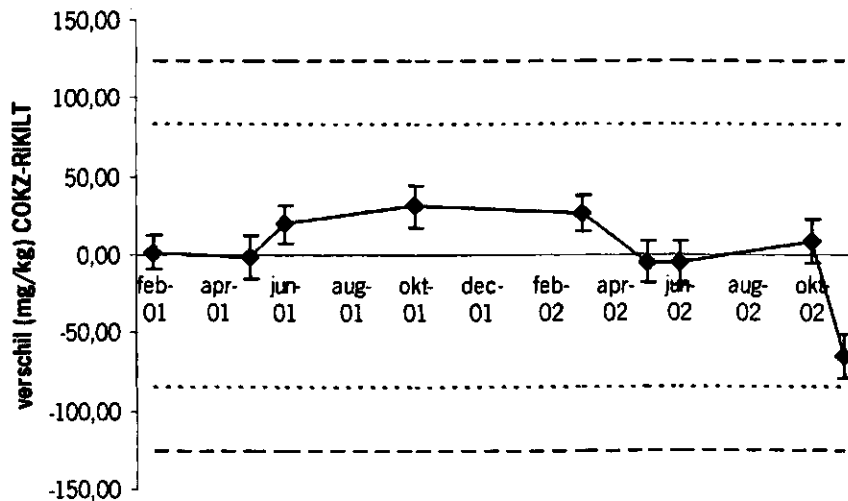
#### Conclusie

De door COKZ toegepaste methode COKZ-A426 is akkoord.

De resultaten zijn akkoord.

sitosterol in boterconc in mg/kg	Regelgrenzen gebaseerd op periode				sigma binnen ronden	11,941	
	dec-98	-	dec-02				sigma tussen ronden
sigma regelkaart							41,650
datum	gem. COKZ	gem. RIKILT	gemiddelde verschil C - R	st.afw. verschil C-R	aantal monsters		
feb-01	571,40	569,60	1,80	3,11	5		
mei-01	605,67	607,00	-1,33	23,03	3		
jun-01	588,25	568,25	20,00	13,14	4		
okt-01	577,00	545,67	31,33	11,15	3		
mrt-02	573,00	546,25	26,75	3,20	4		
mei-02	539,33	544,00	-4,67	2,08	3		
jun-02	557,33	562,33	-5,00	6,00	3		
okt-02	602,00	593,00	9,00	5,20	3		
nov-02	513,00	578,00	-65,00	4,58	3		

sitosterol in boterconc feb-01 - dec-02



#### **4 CONCLUSIE EN AANBEVELINGEN**

In het borgingsonderzoek zijn actiegrenzen overschreden voor triglyceride van n-heptaanzuur. Voor het bepalen van triglyceride van n-heptaanzuur gebruiken het COKZ en het RIKILT de methode op basis van vetzuuranalyse. De EU heeft voor deze bepaling nog geen referentie methode voorgeschreven. De door het COKZ toegepaste methoden zijn akkoord. Daar waar het COKZ routinemethoden gebruikt zijn deze voldoende gevalideerd t.o.v de voorgeschreven referentiemethoden. In geval er tussen de resultaten van het RIKILT en het COKZ verschillen worden geconstateerd en/of er sprake lijkt van een overschrijding van een actiegrens, is het niet altijd duidelijk welk laboratorium hier de oorzaak van is. Nader onderzoek om de verschillen op te sporen is dan noodzakelijk.

De resultaten van de analyses uitgevoerd door het COKZ zijn akkoord. Aanbevolen wordt om gecertificeerd referentie materiaal voor het onderzoek van verklikstoffen (tracers) van het Institute for Reference Material and Methods (IRMM) te Geel, België regelmatig mee te nemen voor het ijken van de juistheid van de analyses van verklikstoffen, daar er geen (internationale) ringonderzoeken voor deze parameters zijn.

Tijdens de op 29 november 2002 gehouden audit zijn de reeds door het RIKILT toegestane methoden van het COKZ beoordeeld op o.a. validatie t.o.v. de referentiemethode indien die niet gebruikt wordt. Het COKZ past een door Sterlab goedgekeurd systeem van bewaking van het niveau toe door middel van het onderzoek van standaardmonsters bij elke serie monsters en de verwerking van de resultaten met behulp van een Shewart/Cusumcontrolekaart. De onderzoeken van de Audit zijn akkoord.

In de verslagperiode zijn door het RIKILT geen melkveermd vet, geen neutraliserende stoffen en geen antioxidanten in de gecontroleerde monsters aangetoond. Met het onderzoek op conserveermiddelen zal per 01-01-2003 gestart worden.

Tabel 1: Vocht in boterconcentraat (%)

Ref. COKZ	Ref. RIKILT	datum	COKZ	RIKILT	C-R
EB0100640	30344	feb-01	0,08	0,12	-0,04
EB0100667	30350	feb-01	0,08	0,09	-0,01
EB0100656	30351	feb-01	0,08	0,04	0,04
EB1526	35363	mei-01	0,08	0,08	0,00
EB1530	35364	mei-01	0,10	0,09	0,01
EB1561	35365	mei-01	0,04	0,04	0,00
EB0101522	35366	mei-01	0,04	0,05	-0,01
EB2009	36989	jun-01	0,09	0,09	0,00
EB2025	36990	jun-01	0,08	0,07	0,01
EB2043	36991	jun-01	0,08	0,08	0,00
EB2075	36998	jun-01	0,05	0,05	0,00
EB3625	45551	okt-01	0,08	0,07	0,01
EB1326	45552	okt-01	0,05	0,08	-0,03
EB3656	45561	okt-01	0,08	0,08	0,00
EB3672	45562	okt-01	0,09	0,09	0,00
EB0104102	47850	nov-01	0,06	0,06	0,00
EB0104103	47851	nov-01	0,07	0,06	0,01
EB104138	47852	nov-01	0,05	0,05	0,00
EB104137	47853	nov-01	0,09	0,08	0,01
EB0201853	54671	feb-02	0,06	0,06	0,00
EB0201887	54672	feb-02	0,07	0,07	0,00
EB2700	57502	mrt-02	0,06	0,06	0,00
EB2815	57503	mrt-02	0,06	0,06	0,00
EB3481	61176	mei-02	0,07	0,08	-0,01
EB3463	61177	mei-02	0,08	0,08	0,00
EB5026	64637	jun-02	0,04	0,06	-0,02
EB4944	64638	jun-02	0,08	0,08	0,00
EB0207191	75771	okt-02	0,1	0,10	0,00
EB0207217	75772	okt-02	0,04	0,05	-0,01
EB0207218	75773	okt-02	0,06	0,06	0,00
EB0207219	75774	okt-02	0,04	0,04	0,00
EB7661	79558	nov-02	0,08	0,07	0,01
EB7678	79559	nov-02	0,07	0,06	0,01
EB7679	79560	nov-02	0,12	0,11	0,01



Tabel 2: Vetvrije vetzuren (FFA) in boterconcentraat (in % uitgedrukt als oliezuur)

Ref. COKZ	Ref. RIKILT	datum	COKZ	RIKILT	C-R
EB0100640	30344	feb-01	0,18	0,19	-0,01
EB0100667	30350	feb-01	0,19	0,19	0,00
EB0100656	30351	feb-01	0,17	0,19	-0,02
EB1526	35363	mei-01	0,16	0,16	0,00
EB1530	35364	mei-01	0,15	0,16	-0,01
EB1561	35365	mei-01	0,19	0,19	0,00
EB0101522	35366	mei-01	0,18	0,19	-0,01
EB2009	36989	jun-01	0,17	0,17	0,00
EB2025	36990	jun-01	0,16	0,17	-0,01
EB2043	36991	jun-01	0,15	0,16	-0,01
EB2075	36998	jun-01	0,16	0,17	-0,01
EB3625	45551	okt-01	0,15	0,14	0,01
EB1326	45552	okt-01	0,12	0,14	-0,02
EB3656	45561	okt-01	0,16	0,14	0,02
EB3672	45562	okt-01	0,15	0,14	0,01
EB0104102	47850	nov-01	0,22	0,18	0,04
EB0104103	47851	nov-01	0,20	0,16	0,04
EB104138	47852	nov-01	0,11	0,12	-0,01
EB104137	47853	nov-01	0,13	0,14	-0,01
EB0201853	54671	feb-02	0,14	0,13	0,01
EB0201887	54672	feb-02	0,15	0,14	0,01
EB2700	57502	mrt-02	0,15	0,13	0,02
EB2815	57503	mrt-02	0,15	0,14	0,01
EB3481	61176	mei-02	0,15	0,14	0,01
EB5026	64637	jun-02	0,17	0,15	0,02
EB4944	64638	jun-02	0,15	0,14	0,01
EB0207191	75771	okt-02	0,17	0,15	0,02
EB0207217	75772	okt-02	0,16	0,15	0,01
EB0207218	75773	okt-02	0,16	0,15	0,01
EB0207219	75774	okt-02	0,13	0,12	0,01
EB7661	79558	nov-02	0,13	0,13	0,00
EB7678	79559	nov-02	0,17	0,16	0,01
EB7679	79560	nov-02	0,15	0,23	-0,08

Tabel 3: Peroxide in boterconcentraat (in meq/kg)

Ref. COKZ	Ref. RIKILT	datum	COKZ	RIKILT	C-R
EB1526	35363	mei-01	0,04	0,06	-0,02
EB1530	35364	mei-01	0,04	0,10	-0,06
EB1561	35365	mei-01	0,09	0,13	-0,04
EB0101522	35366	mei-01	0,04	0,06	-0,02
EB2009	36989	jun-01	0,04	0,09	-0,05
EB2025	36990	jun-01	0,06	0,09	-0,03
EB2043	36991	jun-01	0,06	0,12	-0,06
EB2075	36998	jun-01	0,1	0,16	-0,06
EB3625	45551	okt-01	0,09	0,10	-0,01
EB1326	45552	okt-01	0,18	0,07	0,11
EB3656	45561	okt-01	0,05	0,08	-0,03
EB3672	45562	okt-01	0,06	0,07	-0,01
EB0104102	47850	nov-01	0,03	0,04	-0,01
EB0104103	47851	nov-01	0,06	0,05	0,01
EB104138	47852	nov-01	0,2	0,21	-0,01
EB104137	47853	nov-01	0,04	0,05	-0,01
EB0201853	54671	feb-02	0,08	0,07	0,01
EB0201887	54672	feb-02	0,05	0,03	0,02
EB2815	57503	mrt-02	0,08	0,06	0,02
EB3481	61176	mei-02	0,03	0,07	-0,04
EB5026	64637	jun-02	0,07	0,09	-0,02
EB0207191	75771	okt-02	0,05	0,06	-0,01
EB0207218	75773	okt-02	0,06	0,07	-0,01
EB0207219	75774	okt-02	0,07	0,14	-0,07
EB7661	79558	nov-02	0,04	0,12	-0,08
EB7678	79559	nov-02	0,10	0,12	-0,02
EB7679	79560	nov-02	0,03	0,08	-0,05

Tabel 4: Ethylester van  $\beta$ -apo-8-caroteenzuur in boterconcentraat (in m9/kg)

Ref. COKZ	Ref. RIKILT	datum	COKZ	RIKILT	C-R
EB1531	35370	mei-01	26,4	28	-1,60
EB1532	35371	mei-01	26,8	28	-1,20
EB1533	35372	mei-01	26,6	27,4	-0,80
EB3630	45554	okt-01	26,4	27,7	-1,30
EB3641	45558	okt-01	33,3	25,6	7,70
EB3642	45559	okt-01	33,6	27,9	5,70
EB3643	45560	okt-01	33,5	27,5	6,00
EB104134	47858	nov-01	27,8	29,7	-1,90
EB104135	47859	nov-01	27,7	29,7	-2,00
EB104136	47860	nov-01	28	29,6	-1,60
EB1877	54673	feb-02	28,2	28,3	-0,10
EB1878	54674	feb-02	28,2	28,4	-0,20
EB1879	54675	feb-02	28,2	29,1	-0,90
EB1884	54676	feb-02	30	32,5	-2,50
EB2833	57505	mrt-02	27,7	29,0	-1,30
EB2834	57506	mrt-02	27,9	29,3	-1,40
EB2835	57507	mrt-02	27,7	29,0	-1,30
EB3521	61179	mei-02	27,6	29	-1,40
EB3522	61180	mei-02	27,5	29	-1,50
EB3523	61181	mei-02	27,4	28	-0,60
EB4918	64643	jun-02	25,1	26,5	-1,40
EB4917	64644	jun-02	25	26,5	-1,50
EB4916	64645	jun-02	25	27,3	-2,30
EB7208	75779	okt-02	27,9	24,2	3,70
EB7209	75780	okt-02	27,8	24,2	3,60
EB7210	75781	okt-02	27,9	24,1	3,80
EB7638	79555	nov-02	28,0	22,6	5,40
EB7639	79556	nov-02	28,5	22,4	6,10
EB7640	79557	nov-02	28,1	22,4	5,70

Tabel 5: 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde in boterconcentraat (in mg/kg)

Ref. COKZ	Ref. RIKILT	datum	COKZ	RIKILT	C-R
EB0100670	30349	feb-01	268	278	-10,00
EB0100685	30352	feb-01	272	274	-2,00
EB0100686	30353	feb-01	271	279	-8,00
EB0100687	30354	feb-01	272	280	-8,00
EB1527	35367	mei-01	274	260	14,00
EB1528	35368	mei-01	278	253	25,00
EB1529	35369	mei-01	280	256	24,00
EB2067	36992	jun-01	256	242	14,00
EB2068	36993	jun-01	255	241	14,00
EB2069	36994	jun-01	256	245	11,00
EB2070	36995	jun-01	249	249	0,00
EB3627	45553	okt-01	259	253	6,00
EB3633	45555	okt-01	261	254	7,00
EB3634	45556	okt-01	259	252	7,00
EB3635	45557	okt-01	263	252	11,00
EB104128	47854	nov-01	290	278	12,00
EB104129	47855	nov-01	290	291	-1,00
EB104130	47856	nov-01	290	280	10,00
EB104131	47857	nov-01	266	250	16,00
EB1844	54677	feb-02	270	259	11,00
EB1845	54678	feb-02	268	256	12,00
EB1846	54679	feb-02	266	256	10,00
EB2866	57499	mrt-02	273	268	5,00
EB2867	57500	mrt-02	273	270	3,00
EB2868	57501	mrt-02	273	269	4,00
EB2817	57504	mrt-02	262	259	3,00
EB3440	61184	mei-02	248	249	-1,00
EB3460	61185	mei-02	270	278	-8,00
EB3461	61186	mei-02	272	275	-3,00
EB3462	61187	mei-02	274	277	-3,00
EB4924	64639	jun-02	281	282	-1,00
EB4923	64640	jun-02	281	269	12,00
EB4922	64641	jun-02	280	275	5,00
EB4919	64642	jun-02	291	282	9,00
EB7185	75775	okt-02	269	267	2,00
EB7186	75776	okt-02	270	264	6,00
EB7187	75777	okt-02	266	255	11,00
EB7188	75778	okt-02	256	253	3,00
EB7664	79552	nov-02	257	253	4,00
EB7665	79553	nov-02	256	257	-1,00
EB7666	79554	nov-02	257	255	2,00

Tabel 6: Triglyceride van n-heptaanzuur in boterconcentraat (in %)

Ref. COKZ	Ref. RIKILT	datum	COKZ	RIKILT	C-R
EB0100685	30352	feb-01	1,35	1,28	0,07
EB0100686	30353	feb-01	1,32	1,26	0,06
EB0100687	30354	feb-01	1,35	1,24	0,11
EB1531	35370	mei-01	1,32	1,25	0,07
EB1532	35371	mei-01	1,32	1,25	0,07
EB1533	35372	mei-01	1,32	1,26	0,06
EB2070	36995	jun-01	1,41	1,32	0,09
EB2071	36996	jun-01	1,42	1,28	0,14
EB2072	36997	jun-01	1,4	1,32	0,08
EB3627	45553	okt-01	1,55	1,43	0,12
EB3630	45554	okt-01	1,33	1,27	0,06
EB3641	45558	okt-01	1,56	1,45	0,11
EB3642	45559	okt-01	1,62	1,54	0,08
EB3643	45560	okt-01	1,66	1,54	0,12
EB104128	47854	nov-01	1,66	1,59	0,07
EB104129	47855	nov-01	1,67	1,58	0,09
EB104130	47856	nov-01	1,63	1,6	0,03
EB104131	47857	nov-01	1,3	1,26	0,04
EB1884	54676	feb-02	1,33	1,27	0,06
EB1844	54677	feb-02	1,35	1,28	0,07
EB1845	54678	feb-02	1,34	1,32	0,02
EB1846	54679	feb-02	1,38	1,34	0,04
EB2696	57496	mrt-02	1,37	1,31	0,06
EB2697	57497	mrt-02	1,39	1,33	0,06
EB3521	61179	mei-02	1,33	1,19	0,14
EB3460	61185	mei-02	1,39	1,27	0,12
EB3461	61186	mei-02	1,37	1,32	0,05
EB3462	61187	mei-02	1,38	1,29	0,09
EB4919	64642	jun-02	1,41	1,4	0,01
EB4918	64643	jun-02	1,33	1,33	0,00
EB4917	64644	jun-02	1,32	1,37	-0,05
EB4916	64645	jun-02	1,32	1,37	-0,05
EB7188	75778	okt-02	1,39	1,32	0,07
EB7208	75779	okt-02	1,33	1,23	0,10
EB7209	75780	okt-02	1,33	1,25	0,08
EB7210	75781	okt-02	1,37	1,24	0,13
EB7664	79552	nov-02	1,34	1,2	0,14
EB7665	79553	nov-02	1,37	1,33	0,04
EB7666	79554	nov-02	1,35	1,32	0,03

Tabel 7:  $\beta$ -sitosterol in boterconcentraat (in mg/kg)

Ref. COKZ	Ref. RIKILT	datum	COKZ	RIKILT	C-R
EB0100651	30345	feb-01	530	529	1,00
EB0100652	30346	feb-01	534	532	2,00
EB0100653	30347	feb-01	580	573	7,00
EB0100668	30348	feb-01	606	606	0,00
EB0100670	30349	feb-01	607	608	-1,00
EB1527	35367	mei-01	607	607	0,00
EB1528	35368	mei-01	597	622	-25,00
EB1529	35369	mei-01	613	592	21,00
EB2006	36988	jun-01	656	618	38,00
EB2067	36992	jun-01	568	555	13,00
EB2068	36993	jun-01	564	556	8,00
EB2069	36994	jun-01	565	544	21,00
EB3633	45555	okt-01	585	541	44,00
EB3634	45556	okt-01	566	543	23,00
EB3635	45557	okt-01	580	553	27,00
EB2866	57499	mrt-02	574	546	28,00
EB2867	57500	mrt-02	575	546	29,00
EB2868	57501	mrt-02	570	548	22,00
EB2817	57504	mrt-02	573	545	28,00
EB3442	61182	mei-02	548	552	-4,00
EB3441	61183	mei-02	544	551	-7,00
EB3440	61184	mei-02	526	529	-3,00
EB4924	64639	jun-02	561	560	1,00
EB4923	64640	jun-02	552	563	-11,00
EB4922	64641	jun-02	559	564	-5,00
EB7185	75775	okt-02	601	589	12,00
EB7186	75776	okt-02	599	596	3,00
EB7187	75777	okt-02	606	594	12,00
EB7638	79555	nov-02	506	566	-60,00
EB7639	79556	nov-02	516	582	-66,00
EB7640	79557	nov-02	517	586	-69,00

## Appendix 1: Statistische verwerking

De waarden van  $\sigma$  en  $n_0$  worden als volgt berekend:

1. Van de data per ronde  $i$  wordt het gemiddelde verschil  $\bar{d}_i$  en de standaardafwijking  $s_i$  van de individuele verschillen  $d_{ij}$  (verschillen COKZ-RIKILT voor ronde  $i$ , monster  $j$ ) berekend. Laat  $l$  het aantal ronden zijn waarover de controlegrenzen moeten worden berekend (dit is in ieder geval *exclusief de laatste ronden in het verslagjaar*), en  $n_i$  het aantal monsters in ronde  $i$ .
2. Bereken de gepoolde (= kwadratisch gemiddelde) binnen-ronde standaardafwijking

$$s_{binnen} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^l (n_i - 1) s_i^2}{\nu}}$$

waarbij  $\nu = \sum_{i=1}^l (n_i - 1)$  het gepoolde aantal vrijheidsgraden is.

3. Voor de gegevens van elke ronde afzonderlijk wordt het halve betrouwbaarheidsinterval berekend als

$$halfbi_i = t_{\nu;0.975} s_{binnen} / \sqrt{n_i}$$

waarin  $t_{\nu;0.975}$  het 97,5 % punt is van  $t$ verdeling met  $\nu$  vrijheidsgraden.

4. Berekenen de gepoolde tussen-ronde variantiecomponent

$$s_{tussen}^2 = T - s_{binnen}^2 (N - 1) / (N - K)$$

waarbij  $T = \sum_{i=1}^l \bar{d}_i^2 n_i - (\sum_{i=1}^l \bar{d}_i n_i)^2 / N$  en  $K = \sum_{i=1}^l n_i^2 / N$  en  $N = \sum_{i=1}^l n_i$  het totaal aantal monsters is.

5. De waarde van  $\sigma$  voor de berekening van  $2\sigma$  en  $3\sigma$  grenzen in de grafiek met rondegemiddelden is gebaseerd op de tussen- en binnen-ronde variantiecomponent, waarbij rekening wordt gehouden met het aantal monsters per ronde en wordt dus berekend per rondegemiddelde

$$s_{ronde.i} = \sqrt{s_{tussen}^2 + s_{binnen}^2 / n_i}$$

6. Bereken harmonisch gemiddelde over  $l-1$  ronden (excl. de meest recente ronde)

$$n_0 = \left( \sum_{i=1}^{l-1} 1/n_i / N \right)^{-1}$$

7. Bereken schalingsfactoren,  $SF_i$ , voor gemiddelden en  $halfbi_i$

$$SF_i = \left( \sqrt{s_{tussen}^2 + s_{binnen}^2 / n_0} \right) / s_{ronde.i}$$

De waarden  $halfbi_i$  worden als *error bars* toegevoegd aan de grafiek met rondegemiddelden.

**BILAGE I****Kwaliteitseisen voor boterconcentraat <sup>(1)</sup>  
(zonder verkleistoffen) <sup>(1)</sup>**

- *Melkvet:* ten minste 99,8 %
  - *Vocht en vetvrije melkbestanddelen:* ten hoogste 0,2 %
  - *Vrije vetzuren:* ten hoogste 0,35 % (uitgedrukt in oliezuur)
  - *Peroxidegetal:* ten hoogste 0,5 % (in milli-equivalent actieve zuurstof per kg)
  - *Smaak:* zuiver
  - *Geur:* vrij van vreemde geuren
  - *Neutraliserende stoffen, antioxidantia en conserveermiddelen:* geen
- Niet-melkvetten:* geen <sup>(2)</sup>
- 

<sup>(1)</sup> De analyses met betrekking tot de vermelde voorwaarden worden verricht voordat de in de bijlagen II en III bedoelde producten aan het boterconcentraat worden toegevoegd

<sup>(2)</sup> Onderzoek naar gelang van de geproduceerde hoeveelheden, maar minstens voor 1 000 ton en/of eenmaal per maand en onaangekondigd, volgens de in bijlage III bij Verordening (EG) nr. 454/95 aangegeven methoden.



## BIJLAGE II

## Bij te mengen producten per ton boterconcentraat of boter, formule A

(artikel 6, lid 1, onder a))

De in artikel 6, lid 1, onder a), eerste streepje, bedoelde producten zijn:

hetzij I:

- a) - 250 g 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde voorkomende in vanille of synthetische vanille of wel  
- 100 g 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde uitsluitend bijgebracht door vanillestokjes of door volledige extracten daarvan
- en
- b) - 11 kg triglyceriden van n-heptaanzuur met een zuiverheidsgraad van ten minste 95%, berekend in triglyceriden over het voor bijmenging gereede product met een maximum zuurgraad van 0,3, met een verzepingsgetal tussen 385 en 395, waarbij het gedeelte veresterd zuur wordt gevormd door ten minste 95% n-heptaanzuur of wel  
- 150 g stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta 5,22$ -stigmastadien-3-beta-ol) met een zuiverheidsgraad van ten minste 95%, berekend over het voor bijmenging gereede product of wel  
- 170 g stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta 5,22$ -stigmastadien-3-beta-ol) met een zuiverheidsgraad van ten minste 85%, berekend over het voor bijmenging gereede product, bevattende ten hoogste 7,5% brassicasterol ( $C_{28}H_{46}O = \Delta 5,22$ -ergostadien-3-beta-ol) en ten hoogste 6% sitosterol ( $C_{29}H_{50}O = \Delta 5$ -stigmasteen-3-beta-ol);

hetzij II:

- a) 20 g ethylester van beta- $\alpha$ -8'-caroteenzuur, in de vorm van een preparaat dat oplosbaar is in het botervet
- en
- b) - 11 kg triglyceriden van n-heptaanzuur met een zuiverheidsgraad van ten minste 95%, berekend in triglyceriden over het voor bijmenging gereede product met een maximum zuurgraad van 0,3, met een verzepingsgetal tussen 385 en 395, waarbij het gedeelte veresterd zuur wordt gevormd door ten minste 95% n-heptaanzuur of wel  
- 150 g stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta 5,22$ -stigmastadien-3-beta-ol) met een zuiverheidsgraad van ten minste 95%, berekend over het voor bijmenging gereede product of wel  
- 170 g stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta 5,22$ -stigmastadien-3-beta-ol) met een zuiverheidsgraad van ten minste 85%, berekend over het voor bijmenging gereede product, bevattende ten hoogste 7,5% brassicasterol ( $C_{28}H_{46}O = \Delta 5,22$ -ergostadien-3-beta-ol) en ten hoogste 6% sitosterol ( $C_{29}H_{50}O = \Delta 5$ -stigmasteen-3-beta-ol);

hetzij III:

- a) 250 kg geraffineerde suiker, fijnkorrelig of in poedervorm
- en
- b) - 11 kg triglyceriden van n-heptaanzuur met een zuiverheidsgraad van ten minste 95%, berekend in triglyceriden over het voor bijmenging gereede product met een maximum zuurgraad van 0,3, met een verzepingsgetal tussen 385 en 395, waarbij het gedeelte veresterd zuur wordt gevormd door ten minste 95% n-heptaanzuur of wel  
- 150 g stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta 5,22$ -stigmastadien-3-beta-ol) met een zuiverheidsgraad van ten minste 95% berekend over het voor bijmenging gereede product of wel  
- 170 g stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta 5,22$ -stigmastadien-3-beta-ol) met een zuiverheidsgraad van ten minste 85%, berekend over het voor bijmenging gereede product, bevattende ten hoogste 7,5% brassicasterol ( $C_{28}H_{46}O = \Delta 5,22$ -ergostadien-3-beta-ol) en ten hoogste 6% sitosterol ( $C_{29}H_{50}O = \Delta 5$ -stigmasteen-3-beta-ol).

hetzij IV:

- a) de bestanddelen die het aroma van een of meer kruiden geven, in de vorm van olie of oliebars, zoals met name mienolie, knoflookolie, dragonolie enz., in een hoeveelheid die waarneming van de geur ervan mogelijk maakt, na het aanlengen van het boterconcentraat, dat gemerkt is met een neutrale olie in de verhouding 1 : 20

en

- b) - 11 kg triglyceriden van n-heptaanzuur met een zuiverheidsgraad van ten minste 95%, berekend in triglyceriden over het voor bijmenging gereede product met een maximum zuurgraad van 0,3, met een verzepingsgetal tussen 385 en 395, waarbij het gedeelte veresterd zuur wordt gevormd door ten minste 95% n-heptaanzuur of wel
- 150 g stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta 5,22$ -stigmastadien-3-beta-ol) met een zuiverheidsgraad van ten minste 95%, berekend over het voor bijmenging gereede product of wel
- 170 g stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta 5,22$ -stigmastadien-3-beta-ol) met een zuiverheidsgraad van ten minste 85%, berekend over het voor bijmenging gereede product, bevattende ten hoogste 7,5% brassicasterol ( $C_{28}H_{46}O = \Delta 5,22$ -ergostadien-3-beta-ol) en ten hoogste 6% sitosterol ( $C_{29}H_{50}O = \Delta 5$ -stigmasteen-3-beta-ol).

## BIJLAGE III

## Bij te mengen producten per ton boterconcentraat of boter, formule B

(artikel 6, lid 1, onder a))

Bij in artikel 6, lid 1, onder b), tweede streepje, bedoelde producten zijn:

hetzij I:

- a) - 250 g 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde voorkomende in vanille of synthetische vanille  
of wel
- 100 g 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde uitsluitend bijgebracht door vanilestokjes of door volledige extracten daarvan
- en
- b) - 600 g van een preparaat dat ten minste 90% sitosterol en met name 80% betasitosterol ( $C_{29}H_{50}O = \Delta$  5-stigmasteen-3-beta-ol) bevat alsmede maximaal 9% campesterol ( $C_{29}H_{50}O = \Delta$  5-ergosteen-3-beta-ol) en 1% sporen van andere sterolen, waaronder stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta$  5,22-stigmasteen-3-beta-ol);

hetzij II:

- a) - 20 g ethylester van beta-apo-8'-caroteenzuur, in de vorm van een preparaat dat oplosbaar is in het melkvet
- en
- b) - 600 g van een preparaat dat ten minste 90% sitosterol en met name 80% betasitosterol ( $C_{29}H_{50}O = \Delta$  5-stigmasteen-3-beta-ol) bevat alsmede maximaal 9% campesterol ( $C_{29}H_{50}O = \Delta$  5-ergosteen-3-beta-ol) en 1% sporen van andere sterolen, waaronder stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta$  5,22-stigmasteen-3-beta-ol);

hetzij III:

- a) - 250 kg geraffineerde suiker, fijnkorrelig of in poedervorm
- en
- b) - 600 g van een preparaat dat ten minste 90% sitosterol en met name 80% betasitosterol ( $C_{29}H_{50}O = \Delta$  5-stigmasteen-3-beta-ol) bevat alsmede maximaal 9% campesterol ( $C_{29}H_{50}O = \Delta$  5-ergosteen-3-beta-ol) en 1% sporen van andere sterolen, waaronder stigmasterol ( $C_{29}H_{48}O = \Delta$  5,22-stigmasteen-3-beta-ol).