RÈGLEMENT (CEE) N° 1061/69 DE LA COMMISSION

du 6 juin 1969

définissant les méthodes d'analyse pour l'application du règlement (CEE) n° 1059/69 relatif au régime d'échanges applicable à certaines marchandises résultant de la transformation de produits agricoles

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 97/69 du Conseil, du 16 janvier 1969, relatif aux mesures à prendre pour l'application uniforme de la nomenclature du tarif douanier commun (1), et notamment son article 3,

considérant que, aux fins d'assurer un traitement uniforme à l'importation dans la Communauté des marchandises auxquelles s'applique le règlement (CEE) n° 1059/69 du Conseil, du 28 mai 1969, déterminant le régime d'échanges applicable à certaines marchandises résultant de la transformation de produits agricoles (2), il importe de définir les méthodes d'analyse et les autres dispositions de caractère technique nécessaire, soit pour l'identification, soit pour la détermination de la composition de certaines d'entre elles ; que, conformément à l'article 4 paragraphe 2 de ce règlement, les méthodes d'analyse et les autres dispositions de caractère technique dont il s'agit doivent être arrêtées selon la procédure prévue à l'article 3 paragraphes 2 et 3 du règlement (CEE) n° 97/69;

considérant que le règlement (CEE) n° 1059/69 se substitue au règlement n° 160/66/CEE du Conseil, du 27 octobre 1966, portant instauration d'un régime d'échanges pour certaines marchandises résultant de la transformation de produits agricoles (3) ; qu'aux fins de l'application de ce dernier règlement, des méthodes d'analyse ont été fixées par le règlement n° 83/67/CEE du Conseil, du 18 avril 1967, portant établissement des spécifications tarifaires relatives aux marchandises auxquelles s'applique le règlement n° 160/66/CEE du Conseil et déterminant les éléments fixes qui leur sont applicables ainsi que les quantités de produits de base considérées comme étant entrées dans leur fabrication (4), modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 2121/68 (5) ; que, sous réserve de certains aménagements apparus nécessaires à l'expérience, il y a lieu de maintenir l'application de ces méthodes d'analyse ; qu'en ce qui concerne la recherche de la présence de farine ou de semoule de blé tendre dans les pâtes alimentaires, il est toutefois indiqué de retenir une méthode nouvelle permettant d'obtenir des résultats plus précis ;

considérant que les dispositions du présent règlement sont conformes à l'avis du Comité de la nomenclature du tarif douanier commun,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

Article premier

1. Lorsque le classement d'une marchandise visée à l'article 1er du règlement (CEE) n° 1059/69 sous l'une des sous-positions du tarif douanier commun dépend de sa teneur en poids d'amidon ou de fécule, cette teneur est déterminée en fonction de la quantité d'amidon ou de fécule à l'état anhydre contenue dans ladite marchandise.

2. La teneur en poids d'amidon ou de fécule d'une marchandise est déterminée d'après la méthode polarimétrique Ewers modifiée telle que définie à l'annexe du règlement n° 228/67/CEE de la Commission du 28 juin 1967, relatif à la teneur en amidon et en cendres des sons et à la dénaturation des farines de manioc et d'autres racines (6).

Toutefois, lorsque la marchandise en cause contient des amidons ou fécules autres que natifs, sans contenir en même temps de saccharose ou de sucre interverti, la teneur en poids d'amidon ou de fécule de cette marchandise est déterminée d'après la méthode par saccharification définie à l'annexe I.

Pour l'application des dispositions du présent paragraphe, les dextrines sont considérées comme des amidons ou fécules autres que natifs.

---

(1) JO n° L 14 du 21. 1. 1969, p. 1.
(2) Voir page 1 du présent Journal officiel.
(3) JO n° 195 du 28. 10. 1966, p. 3361/66.
(4) JO n° 81 du 26. 4. 1967, p. 1597/67.
(5) JO n° L 311 du 28. 12. 1968, p. 1.
(6) JO n° 136 du 30. 6. 1967, p. 2925/67.

Article 2

La présence de farine ou de semoule de blé tendre dans les pâtes alimentaires de la position 19.03 du tarif douanier commun est recherchée d'après la méthode définie à l'annexe II.

Article 3

La teneur en poids de matières grasses provenant du lait d'une marchandise est déterminée d'après la méthode définie à l'annexe III.

Article 4

La proportion du mannitol contenu dans les marchandises relevant de la sous-position 29.04 C III du tarif douanier commun, calculée sur leur teneur en sorbitol, est déterminée d'après la méthode définie à l'annexe IV.

Article 5

Le présent règlement entre en vigueur le 1er juillet 1969.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 6 juin 1969.

Par la Commission

Le président

Jean REY

ANNEXE I

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN AMIDON D'APRÈS LA MÉTHODE PAR SACCHARIFICATION

I. Principe

Par hydrolyse acide, l'amidon est transformé en sucres réducteurs qui sont dosés volumétriquement au moyen de la liqueur de Fehling.

II. Appareillage et réactifs

1. Ballon de 250 ml environ
2. Fiole jaugée de 200 ml
3. Burette graduée de 25 ml
4. Acide chlorhydrique de densité 1,19
5. Solution de potasse caustique
6. Charbon décolorant
7. Liqueur de Fehling
8. Solution de bleu de méthylène à 1 %.

III. Mode opératoire

Dans un ballon d'environ 250 ml introduire une prise d'essai correspondant à une quantité d'amidon d'environ 1 gramme. Ajouter 100 ml d'eau distillée et 2 ml d'acide chlorhydrique. Porter à ébullition à reflux pendant 3 heures.

Transvaser le contenu du ballon ainsi que le produit de son rinçage dans une fiole jaugée de 200 ml et y ajouter la solution de potasse caustique jusqu'à réaction légèrement acide. Compléter le volume à 200 ml par de l'eau distillée et filtrer le tout sur un peu de charbon décolorant.

Verser ensuite la solution dans une burette graduée et réduire 10 ml de liqueur de Fehling selon la méthode ci-après :

Dans un ballon à fond plat d'environ 250 ml, verser 10 ml de liqueur de Fehling (5 ml de solution A et 5 ml de solution B). Agiter jusqu'à obtention d'une solution claire, puis ajouter 40 ml d'eau distillée ainsi qu'une petite quantité de quartz ou de pierre ponce.

Placer le ballon sur une plaque d'amiante de forme carrée percée en son milieu d'une ouverture circulaire d'un diamètre de 6 cm environ, reposant elle-même sur une toile métallique. Chauffer le ballon de manière que le liquide commence à bouillir au bout de 2 minutes environ.

Ajouter au liquide en ébullition, à l'aide d'une burette, des quantités successives de la solution sucrée jusqu'à ce que la couleur bleue de la liqueur de Fehling devienne à peine perceptible ; ajouter alors, à titre d'indicateur, 2 ou 3 gouttes de solution de bleu de méthylène, puis compléter la titration en ajoutant goutte à goutte une nouvelle quantité de la solution sucrée jusqu'à disparition de la couleur bleue de l'indicateur.

Pour plus de précision, répéter la titration dans les mêmes conditions en ajoutant cependant, en une seule fois, la presque totalité de la solution sucrée nécessaire à la réduction de la liqueur de Fehling. Dans cette deuxième titration, la réduction de la liqueur de Fehling doit s'opérer dans un délai de 3 minutes.

Le pourcentage en poids d'amidon de l'échantillon est déterminé au moyen de la formule suivante :

$$\text{amidon } \% = \frac{T \times 200 \times 100}{n \times p} \times 0{,}90$$

dans laquelle :

T : représente la quantité en grammes de dextrose anhydre correspondant à 10 ml de liqueur de Fehling (5 ml de solution A + 5 ml de solution B). Ce titre est de 0,04945 g de dextrose anhydre lorsque la solution A contient 17,636 g de cuivre par litre.

n : représente le nombre de ml de la solution sucrée utilisée pour la titration.

p : représente le poids de la prise d'essai.

0,90 : représente le taux de conversion du dextrose anhydre en amidon.

Le cas échéant, la teneur en amidon ainsi obtenue est corrigée par déduction des sucres préexistants dans la marchandise, calculés en amidon.

IV. Préparation de la liqueur de Fehling

Solution A : Dissoudre, dans une fiole jaugée, au moyen d'eau distillée, 69,278 g de sulfate de cuivre cristallisé pur pour analyse ($CuSO_4 \cdot 5\ H_2O$) exempt de fer et ajuster la solution au volume d'un litre au moyen d'eau distillée. Le titre exact de cette solution devra être vérifié au moyen d'une détermination quantitative du cuivre.

Solution B : Dissoudre, dans une fiole jaugée, au moyen d'eau distillée, 100 g d'hydroxyde de sodium et 346 g de tartrate double de sodium et de potassium (sel de Seignette) et ajuster la solution au volume d'un litre au moyen d'eau distillée.

Les deux solutions A et B doivent être mélangées à volume égal immédiatement avant utilisation. 10 ml de liqueur de Fehling (5 ml de solution A + 5 ml de solution B) sont complètement réduits, si l'on opère dans les conditions indiquées sous III, par 0,04945 g de dextrose anhydre.

ANNEXE II

RECHERCHE DE LA PRÉSENCE DE FARINE OU DE SEMOULE DE BLÉ TENDRE DANS LES PÂTES ALIMENTAIRES

(d'après la méthode Young et Gilles, modifiée par Bernaerts et Gruner)

I. Principe

Un extrait de l'échantillon des pâtes alimentaires à analyser est préparé en utilisant un solvant non polaire.

Cet extrait est chromatographié sur couche mince de gel de silice de façon à séparer les stérols présents en différentes fractions sous forme de bandes.

Suivant le nombre de bandes intenses révélées, il est possible de déterminer si le produit examiné est fabriqué, soit exclusivement à partir de blé dur ou de blé tendre, soit à partir d'un mélange de ces deux produits. Il est également possible de déterminer si des œufs ont été ajoutés à ces matières premières.

II. Appareillage et réactifs

1. Homogénéiseur ou broyeur permettant d'obtenir une mouture passant à travers un tamis normalisé d'une ouverture de mailles de 0,200 mm.
2. Tamis normalisé d'une ouverture de mailles de 0,200 mm.
3. Évaporateur sous pression réduite avec bain-marie.
4. Plaque de verre, feuille d'aluminium ou autre support approprié de 20 cm × 20 cm recouvert d'une couche mince de gel de silice. Si on prépare soi-même la couche mince, on utilisera du gel de silice mélangé à environ 13 % de plâtre et on l'appliquera sur la plaque de verre en couche de 0,25 mm avec un appareillage adéquat et en suivant les instructions des fabricants.
5. Micropipette permettant de mesurer 20 microlitres.
6. Cuve avec couvercle convenant pour le développement des chromatogrammes.
7. Nébulisateur.
8. Éther de pétrole de point d'ébullition compris entre 40 et 60° C redistillé avant l'emploi.
9. Éther éthylique anhydre p.a.
10. Tétrachlorure de carbone pour chromatographie redistillé avant l'emploi.
11. Acide phosphomolybdique p.a.
12. Alcool éthylique 94°.

III. Mode opératoire

Moudre une vingtaine de grammes de l'échantillon à analyser de façon qu'ils passent en totalité à travers le tamis. Introduire la prise d'essai moulue dans un flacon Erlenmeyer et recouvrir avec 150 ml d'éther de pétrole. Laisser à la température ambiante jusqu'au lendemain. Agiter de temps en temps.

Filtrer ensuite sur entonnoir Büchner muni d'une couche d'adjuvant de filtration ou sur filtre plissé. Transvaser peu à peu la solution limpide obtenue dans un ballon taré de 100 ml. Évaporer le solvant sous pression réduite en chauffant le ballon au bain-marie à 40—50° C. Après évaporation du solvant, continuer de chauffer sous pression réduite pendant 10 minutes.

Après refroidissement du ballon, déterminer le poids de l'extrait. Diluer l'extrait dans de l'éther éthylique à raison d'un ml d'éther éthylique par 60 milligrammes d'extrait.

Activer les couches minces en les portant à 130° pendant 3 heures. Laisser refroidir dans un dessiccateur contenant du gel de silice. Les plaques qui ne sont pas utilisées immédiatement sont conservées dans le même dessiccateur.

Appliquer sur une couche, de préférence fraîchement activée, 20 microlitres de la solution limpide sous forme d'une bande de largeur constante de 3 cm de long constituée de gouttelettes juxtaposées. Laisser évaporer le solvant.

Développer le chromatogramme à la température ambiante avec le tétrachlorure de carbone en utilisant une cuve chromatographique recouverte sur les parois de papier filtre imbibé de solvant. Après une heure environ le solvant a atteint une hauteur de 18 cm. Enlever la plaque et laisser évaporer le solvant à l'air. Développer une seconde fois le chromatogramme de façon à mieux séparer les bandes. Laisser évaporer à nouveau le solvant à l'air.

Vaporiser la couche mince de gel de silice avec une solution de 20 % d'acide phosphomolybdique dans l'alcool éthylique. La couleur de la couche doit être uniformément jaune. Révéler les bandes en plaçant la plaque vaporisée pendant 5 minutes à 110°.

IV. Interprétation du chromatogramme

Si le chromatogramme présente une seule bande principale intense possédant un Rf d'environ 0,4—0,5, le blé utilisé pour la fabrication de la pâte alimentaire est du blé dur. Si, par contre, deux bandes principales d'égale intensité apparaissent, la matière première utilisée est du blé tendre. Les mélanges de blé dur et de blé tendre peuvent être appréciés en évaluant l'intensité relative des deux bandes.

Si l'on constate la présence de trois bandes (2 bandes à la hauteur des bandes principales du blé tendre, plus une bande intermédiaire), il y a addition d'œufs à la pâte. Dans ce cas, la matière première utilisée est du blé dur si la bande supérieure est moins intense que la bande intermédiaire. Par contre, si la bande supérieure est plus intense que la bande intermédiaire, la matière première utilisée est du blé tendre.

ANNEXE III

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MATIÈRES GRASSES PROVENANT DU LAIT

I. Principe

Après avoir déterminé le pourcentage en poids de la matière grasse totale contenue dans l'échantillon, on détermine l'indice butyrique de cette matière grasse totale, puis on calcule la teneur en matières grasses provenant du lait en prenant pour ces dernières un indice butyrique moyen de 20.

II. Appareillage et réactifs

1. Appareil de distillation avec réfrigérant à reflux
2. Tubes de Beckel
3. Solution alcoolique d'hydrate de potassium préparée en mélangeant 40 ml de lessive de potasse (d = 1,5) avec 40 ml d'eau distillée, et en complétant à 1 litre par de l'alcool à 95/96°
4. Glycérine pure (d = 1,23)
5. Solution saturée de sulfate de potassium
6. Acide sulfurique dilué (1 volume d'acide sulfurique concentré [d = 1,84] + 3 volumes d'eau distillée)
7. Solution de savon de coco, obtenue comme indiqué ci-après :

   Dans un ballon de 1 litre, saponifier 50 g de graisse de coco pure, raffinée mais non durcie (P.F. 24—26° C) avec 50 g de glycérine, 15 g KOH et 20 ml d'eau. Après refroidissement au dessous de 100° C, diluer à 500 ml
8. Solution de phénolphtaléine à 1 %
9. Solution aqueuse d'hydrocyde de sodium 0,01 N.

III. **Mode opératoire**

Déterminer d'abord le pourcentage en poids de la matière grasse totale contenue dans l'échantillon à analyser. Déterminer ensuite l'indice butyrique de cette matière grasse totale selon la méthode de Grossfeld dans les conditions décrites ci-après :

Peser exactement 500 à 550 mg de matière grasse et les verser dans un ballon à fond plat de 50 ml avec 5 ml de solution alcoolique d'hydrate de potassium. Maintenir à ébullition modérée avec reflux. Après saponification complète de la matière grasse, enlever le réfrigérant à reflux, ajouter à l'aide d'une pipette graduée 1 ml de glycérine et continuer à chauffer jusqu'à ce que la majeure partie de l'alcool soit évaporée (on s'en aperçoit à l'apparition d'une forte mousse). Pour l'élimination du reste de l'alcool, mettre le ballon dans une étuve et l'y laisser pendant 1 heure à 100° C.

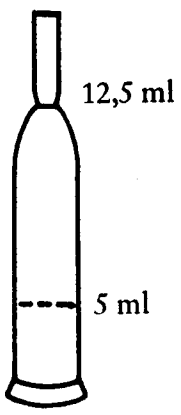

Fig. 1

Dès la sortie de l'étuve, verser, en agitant bien, 15 ml de solution saturée de sulfate de potassium. Laisser refroidir jusqu'à 20° C, puis ajouter successivement (en agitant chaque fois) à 0,5 ml de SO_4H_2 dilué, 1 ml de solution de savon de coco et environ 0,1 g de kieselgur purifié.

Filtrer alors à l'aide d'un filtre à plis, de 9 cm de diamètre, dans le tube de Beckel (fig. 1) jusqu'à ce que le filtrat atteigne la marque de 12,5 ml. Il peut être utile de comprimer le résidu de filtration sur le filtre avec un agitateur afin d'obtenir suffisamment de filtrats. Verser le filtrat dans une fiole de 100 ml et rincer le tube de Beckel avec 5 ml d'eau. Verser cette eau également dans la fiole.

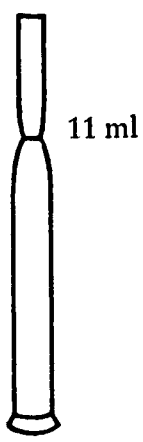

Fig. 2

Après addition de pierre ponce fine, distiller 11 ml dans le récipient indiqué (fig. 2). Après transvasement dans un bécher et addition de 1 à 2 gouttes d'une solution de phénolphtaléine, titrer avec la solution aqueuse d'hydroxyde de sodium jusqu'à coloration rouge persistante, rincer le tube avec cette solution neutralisée et titrer à nouveau jusqu'à coloration rouge.

L'indice butyrique de la matière grasse totale est calculé au moyen de la formule suivante :

$$\text{Indice butyrique} = \frac{n \times 1{,}4 \times 500}{E} = 1{,}2$$

dans laquelle :

n : représente le nombre de ml de solution aqueuse d'hydroxyde de sodium employés pour la titration

E : représente le nombre de mg de matière grasse totale utilisés pour la détermination

Le pourcentage de l'échantillon en poids de matières grasses provenant du lait est calculé au moyen de la formule suivante :

$$P = \frac{a \times b}{20}$$

dans laquelle :

P : représente le pourcentage en poids des matières grasses provenant du lait contenues dans l'échantillon

a : représente le pourcentage en poids de la matière grasse totale contenue dans l'échantillon

b : représente l'indice butyrique de la matière grasse totale déterminé comme indiqué ci-dessus.

ANNEXE IV

DÉTERMINATION DE LA PROPORTION DU MANNITOL CONTENU DANS LES MARCHANDISES RELEVANT DE LA SOUS-POSITION 29.04 C III DU TARIF DOUANIER COMMUN, CALCULÉE SUR LEUR TENEUR EN SORBITOL

I. **Principe**

Pour déterminer la proportion du mannitol contenu dans les marchandises relevant de la sous-position 29.04 C III du tarif douanier commun, calculée sur leur teneur en sorbitol, on utilise la chromatographie en phase gazeuse. A cette fin, il est nécessaire de transformer au préalable les produits non volatils ou leurs dérivés acétylés.

II. **Appareillage et réactifs**

1. Chromatographe avec détecteur à ionisation de flamme d'hydrogène
2. Colonne remplie « de 5 % de XE 60 sur Aéropak 30 » (granulation 80—100 mesh)
3. Pyridine anhydre pour analyses
4. Acétone pour analyses
5. Anhydride acétique pour analyses
6. Ballons jaugés de 25 ml.

III. **Mode opératoire**

a) *Préparation des dérivés acétylés*

1. Produits à l'état solide.

Peser environ 200 mg de produit. Porter à ébullition à reflux pendant 1 heure avec 3 ml de pyridine et 3 ml d'anhydride acétique. Laisser refroidir et ajuster à 25 ml avec de l'acétone. Injecter cette solution dans le chromatographe.

2. Produits en solution aqueuse.

Peser environ 3 g du produit. Ajouter 60 ml de pyridine. Distiller jusqu'à ce que la température de la vapeur atteigne 115°. Ajouter alors 30 ml d'anhydride acétique et porter à ébullition à reflux pendant 2 heures. Laisser refroidir et ajuster à 250 ml avec de l'acétone. Injecter cette solution dans le chromatographe.

b) *Conditions opératoires de la chromatographie*

Température d'injection : 300 ° C

Température de la colonne : 210 ° C

Débit du gaz vecteur (par exemple azote) : 25 ml/minute

Débit d'hydrogène : 25 ml/minute

Quantité injectée : 1 microlitre

Le pic du mannitol apparaît avant celui du sorbitol.

Pour déterminer la proportion du mannitol contenu dans les marchandises analysées, calculée sur leur teneur en sorbitol, il suffit de faire le rapport des aires des deux pics correspondants.