REGOLAMENTO (CEE) N. 1061/69 DELLA COMMISSIONE

del 6 giugno 1969

che definisce i metodi d'analisi per l'applicazione del regolamento (CEE) n. 1059/69 relativo al regime di scambi applicabile a talune merci risultanti dalla trasformazione di prodotti agricoli

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea,

visto il regolamento (CEE) n. 97/69 del Consiglio, del 16 gennaio 1969, relativo alle misure da adottare per l'applicazione uniforme della nomenclatura della tariffa doganale comune [1], in particolare l'articolo 3,

considerando che, per assicurare un trattamento uniforme all'importazione nella Comunità delle merci alle quali si applica il regolamento (CEE) n. 1059/69 del Consiglio, del 28 maggio 1969, che determina il regime di scambi applicabile a talune merci risultanti dalla trasformazione di prodotti agricoli [2], è opportuno definire i metodi d'analisi e le altre disposizioni di carattere tecnico necessarie sia per l'identificazione, sia per la determinazione della composizione di alcune fra esse; che, conformemente all'articolo 4, paragrafo 2, di detto regolamento, i metodi d'analisi e le altre disposizioni di carattere tecnico di cui trattasi devono essere adottate secondo la procedura prevista all'articolo 3, paragrafi 2 e 3, del regolamento (CEE) n. 97/69;

considerando che il regolamento (CEE) n. 1059/69 sostituisce il regolamento n. 160/66/CEE del Consiglio, del 27 ottobre 1966, relativo all'instaurazione di un regime di scambi per talune merci risultanti dalla trasformazione di prodotti agricoli [3]; che ai fini dell'applicazione di quest'ultimo regolamento, alcuni metodi d'analisi sono stati fissati dal regolamento n. 83/67/CEE del Consiglio, del 18 aprile 1967, che stabilisce le sottovoci tariffarie concernenti le merci cui si applica il regolamento n. 160/66/CEE del Consiglio e determina gli elementi fissi applicabili a tali merci, nonché i quantitativi di prodotti di base che si considerano entrati nella loro fabbricazione [4], modificato da ultimo con regolamento (CEE) n. 2121/68 [5]; che, fatte salve alcune modifiche apparse necessarie in base all'esperienza, è opportuno mantenere inalterata l'applicazione di questi metodi di analisi; che per quanto riguarda la ricerca volta ad accertare la presenza di farina o di semolino di grano tenero nelle paste alimentari, è tuttavia opportuno adottare un nuovo metodo che consenta di ottenere risultati più precisi;

considerando che le disposizioni del presente regolamento sono conformi al parere del Comitato della nomenclatura della tariffa doganale comune,

HA ADOTTATO IL PRESENTE REGOLAMENTO:

Articolo 1

1. Quando la classificazione di una merce, di cui all'articolo 1 del regolamento (CEE) n. 1059/69, in una delle sottovoci della tariffa doganale comune dipende dal suo tenore in peso di amido o di fecola, questo tenore è determinato in funzione della quantità di amido o di fecola allo stato anidro contenuto in detta merce.

2. Il tenore in peso di amido o di fecola di una merce è determinato in base al metodo polarimetrico Ewers modificato, definito nell'allegato del regolamento n. 228/67/CEE della Commissione, del 28 giugno 1967, relativo al tenore in amido e in cenere delle crusche e alla denaturazione delle farine di manioca e di altre radici [6].

Tuttavia, quando la merce in questione contiene amidi o fecole diversi da quelli naturali, senza contenere nel medesimo tempo saccarosio o zucchero invertito, il tenore in peso di amido o di fecola di questa merce è determinato con il metodo della saccarificazione, definito all'allegato I.

Ai fini dell'applicazione delle disposizioni del presente paragrafo, le destrine sono considerate come amidi o fecole diverse da quelle naturali.

---

(1) GU n. L 14 del 21. 1 .1969, pag. 1.
(2) Vedi pag. 1 della presente Gazzetta ufficiale.
(3) GU n. 195 del 28. 10. 1966, pag. 3361/66.
(4) GU n. 81 del 26. 4. 1967, pag. 1597/67.
(5) GU n. L 311 del 28. 12. 1968, pag. 1.
(6) GU n. 136 del 30. 6. 1967, pag. 2925/67.

Articolo 2

La presenza di farina o di semolino di grano tenero nelle paste alimentari della voce n. 19.03 della tariffa doganale comune è determinata col metodo definito all'allegato II.

Articolo 3

Il tenore in peso di sostanze grasse provenienti dal latte di una merce è determinato col metodo definito all'allegato III.

Articolo 4

La percentuale di mannite contenuta nelle merci della sottovoce 29.04 C III della tariffa doganale comune, calcolata sul tenore in sorbite, è determinata col metodo definito all'allegato IV.

Articolo 5

Il presente regolamento entra in vigore il 1° luglio 1969.

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

Fatto a Bruxelles, il 6 giugno 1969.

Per la Commissione

Il Presidente

Jean REY

ALLEGATO I

DETERMINAZIONE DEL TENORE IN AMIDO CON IL METODO DELLA SACCARIFICAZIONE

I. Principio

L'amido, per idrolisi acida, è trasformato in zuccheri riduttori che sono dosati volumetricamente mediante il liquido di Fehling.

II. Apparecchiatura e reattivi

1. Pallone di circa 250 ml,
2. Pallone tarato di 200 ml,
3. Buretta di 25 ml,
4. Acido cloridrico di densità 1,19,
5. Soluzione di potassa caustica,
6. Carbone decolorante,
7. Liquido di Fehling,
8. Soluzione di bleu di metilene all'1 %.

III. Procedimento

In un pallone di circa 250 ml introdurre un campione corrispondente ad una quantità d'amido di circa 1 grammo. Aggiungere 100 ml di acqua distillata e 2 ml di acido cloridrico. Portare a ebollizione a riflusso per 3 ore.

Travasare il contenuto del pallone nonché il prodotto della sciacquatura in un pallone tarato di 200 ml, aggiungendovi la soluzione di potassa caustica fino ad ottenere una reazione leggermente acida. Completare il volume fino a 200 ml mediante acqua distillata e filtrare il tutto su un po' di carbone decolorante.

Successivamente versare la soluzione in una buretta e ridurre 10 ml di liquido di Fehling secondo il metodo seguente:

in un pallone a fondo piatto di circa 250 ml versare 10 ml di liquido di Fehling (5 ml di soluzione A e 5 ml di soluzione B). Agitare fino ad ottenere una soluzione limpida, poi aggiungere 40 ml di acqua distillata e una piccola quantità di quarzo o di pietra pomice.

Collocare il pallone su una piastra di amianto di forma quadrata recante al centro un'apertura circolare del diametro di circa 6 cm e posta a sua volta su un reticolo metallico. Riscaldare il pallone in modo che il liquido entri in ebollizione dopo 2 minuti circa.

Mediante una buretta aggiungere, a più riprese, al liquido in ebollizione, quantitativi di soluzione zuccherina finché il colore azzurro del liquido di Fehling diventi appena percettibile; aggiungere poi come indicatore 2 o 3 gocce di soluzione di bleu di metilene. Completare la titolazione aggiungendo goccia a goccia un nuovo quantitativo della zuccherata fino alla scomparsa del colore azzurro dell'indicatore.

Per maggior precisione, ripetere la titolazione nelle stesse condizioni, aggiungendo però in una sola volta quasi tutta la soluzione zuccherina necessaria alla riduzione del liquido di Fehling. In questa seconda titolazione, la riduzione del liquido di Fehling deve avvenire entro 3 minuti.

La percentuale in peso d'amido del campione è espressa dalla seguente formula:

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

in cui:

T: rappresenta la quantità in grammi di destrosio anidro corrispondente a 10 ml di liquido di Fehling (5 ml di soluzione A + 5 ml di soluzione B). Questo titolo è di 0,04945 g di destrosio anidro quando la soluzione A contiene 17,636 g di rame per litro;

n: rappresenta il numero di ml della soluzione zuccherina impiegata per la titolazione;

p: rappresenta il peso del campione;

0,90: rappresenta l'indice di conversione del destrosio anidro in amido.

Il tenore in amido in tal modo determinato viene eventualmente rettificato per deduzione degli zuccheri preesistenti nella merce, calcolati in amido.

IV. Preparazione del liquido di Fehling

Soluzione A: sciogliere, in un pallone tarato, mediante acqua distillata, 69,278 g di solfato di rame cristallizzato puro per analisi ($Cu\ SO_4 \cdot 5\ H_2O$) esente da ferro, e portare la soluzione al volume di 1 litro mediante acqua distillata. Il titolo esatto di questa soluzione dovrà essere verificato mediante determinazione quantitativa del rame.

Soluzione B: sciogliere, in un pallone tarato, mediante acqua distillata, 100 g di idrossido di sodio e 346 g di bitartrato di sodio e di potassio (sale di Seignette) e portare la soluzione al volume di 1 litro mediante acqua distillata.

Le due soluzioni A e B devono essere mescolate in volume uguale immediatamente prima di essere impiegate. Seguendo il procedimento di cui al punto 3, 10 ml di liquido di Fehling (5 ml di soluzione A e 5 ml di soluzione B) risultano completamente ridotti da 0,04945 g di destrosio anidro.

ALLEGATO II

METODI DI ACCERTAMENTO DELLA PRESENZA DI FARINA O DI SEMOLINO DI GRANO TENERO NELLE PASTE ALIMENTARI

(Secondo il metodo Young e Gilles, modificato da Bernaerts e Gruner)

I. Principio

Si prepara un estratto del campione delle paste alimentari da analizzare utilizzando un solvente non polare.

Questo estratto è sottoposto all'esame cromatografico su strato sottile di gel di silice in modo da separare gli steroli presenti in differenti frazioni sotto forma di bande.

A seconda del numero di bande intense rivelate è possibile determinare se il prodotto esaminato è fabbricato esclusivamente con grano duro o con grano tenero oppure con una miscela di questi due prodotti. È ugualmente possibile determinare se a queste materie prime sono state aggiunte delle uova.

II. Apparecchiatura e reattivi

1. Omogeneizzatore o frantoio che permette di ottenere un macinato in grado di passare attraverso uno staccio normalizzato a maglie di 0,200 mm.
2. Staccio normalizzato a maglie di 0,200 mm.
3. Evaporatore a pressione ridotta con bagnomaria.
4. Lastra di vetro, foglio di alluminio o altro supporto appropriato di 20 cm × 20 cm, ricoperti da uno strato sottile di gel di silice. Se si procede da sè alla preparazione dello strato sottile, utilizzare gel di silice mescolato con circa il 13 % di gesso e applicarlo sulla lastra di vetro in strato di 0,25 mm con un'adeguata apparecchiatura, seguendo le istruzioni dei fabbricanti.
5. Micropipetta atta a misurare 20 microlitri.
6. Vaschetta con coperchio adatta allo sviluppo dei cromatogrammi.
7. Nebulizzatore.
8. Etere di petrolio con punto di ebollizione compreso fra 40 e 60° C ridistillato prima dell'uso.
9. Etere etilico anidro per analisi.
10. Tetracloruro di carbonio per cromatografia ridistillato prima dell'uso.
11. Acido fosfomolibdico per analisi.
12. Alcole etilico a 94°.

III. Procedimento

Macinare una ventina di grammi del campione da analizzare in modo che passino interamente attraverso lo staccio. Introdurre la presa di campione macinata in una beuta erlenmeyer e ricoprire con 150 ml di etere di petrolio. Lasciare i due prodotti fino al giorno successivo, a temperatura ambiente. Agitare di tanto in tanto.

Filtrare poi con imbuto di Büchner provvisto di strato cooperante di filtrazione o su filtro a pieghe. Travasare a poco a poco la soluzione limpida ottenuta in un pallone da 100 ml. Evaporare il solvente a pressione ridotta scaldando il pallone a bagnomaria alla temperatura di 40—50° C. Dopo evaporazione del solvente continuare il riscaldamento per 10 minuti a pressione ridotta.

Dopo raffreddamento del pallone determinare il peso dell'estratto. Diluire l'estratto nell'etere etilico in ragione di un ml di etere etilico per 60 milligrammi di estratto.

Attivare gli strati sottili portandoli a 130° C in 3 ore. Lasciar raffreddare in un essiccatoio contenente gel di silice. Le lastre non utilizzate immediatamente sono conservate nello stesso essiccatoio.

Applicare su di uno strato, preferibilmente attivato di recente, 20 microlitri della soluzione limpida sotto forma di striscia di larghezza costante e della lunghezza di 3 cm, costituita da minute gocce poste l'una accanto all'altra. Lasciare evaporare il solvente.

Sviluppare il cromatogramma a temperatura ambiente con il tetracloruro di carbonio, utilizzando una vaschetta cromatografica ricoperta sulle pareti da carta da filtro imbevuta di solvente. Dopo circa un'ora il solvente raggiunge il livello di 18 cm. Togliere la lastra e lasciar evaporare il solvente all'aria. Sviluppare una seconda volta il cromatogramma in modo da separare meglio le bande. Lasciar evaporare nuovamente il solvente all'aria.

Vaporizzare il sottile strato di gel di silice con una soluzione al 20% di acido fosfomolibdico in alcole etilico. Il colore dello strato deve essere giallo uniforme. Rivelare le bande esponendo per 5 minuti la lastra vaporizzata alla temperatura di 110°.

IV. **Interpretazione del cromatogramma**

Se il cromatogramma presenta una sola banda principale intensa con un Rf di circa 0,4—0,5, il grano utilizzato per la fabbricazione della pasta alimentare è il grano duro. Se, invece, appaiono due bande principali di pari intensità, la materia prima utilizzata è il grano tenero. Le miscele di grano duro e di grano tenero sono valutate stimando l'intensità relativa delle due bande.

Se si constata la presenza di tre bande (due bande all'altezza di quella principale del grano tenero, più una banda intermedia), si ha aggiunta di uova alla pasta. In tale caso, se la banda superiore è meno intensa di quella intermedia, la materia prima utilizzata è il grano duro. Invece, se la banda superiore è più intensa di quella intermedia, la materia prima utilizzata è il grano tenero.

ALLEGATO III

DETERMINAZIONE DEL TENORE IN MATERIE GRASSE PROVENIENTI DAL LATTE

I. **Principio**

Dopo aver determinato la percentuale in peso della materia grassa totale contenuta nel campione, si determina l'indice butirrico di tale materia grassa totale e successivamente si calcola il tenore in materie grasse provenienti dal latte fissando per queste ultime un indice butirrico medio uguale a 20.

II. **Apparecchiatura e reattivi**

1. Apparecchio di distillazione con refrigerante a riflusso,
2. Tubi di Beckel
3. Soluzione alcolica di idrossido di potassio preparata mescolando 40 ml di soluzione acquosa di potassa caustica (d = 1,5) con 40 ml di acqua distillata, completando fino a 1 litro mediante alcole a 95/96°
4. Glicerina pura (d = 1,23)
5. Soluzione satura di solfato di potassio
6. Acido solforico diluito (1 volume di acido solforico concentrato (d = 1,84) + 3 volumi di acqua distillata)
7. Soluzione di sapone di cocco, ottenuta con il seguente metodo:
   In un pallone di 1 litro procedere alla saponificazione di 50 g di grasso di cocco puro, raffinato e non indurito (P.F. 24 — 26° C) con 50 g di glicerina, 15 g di KOH e 20 ml di acqua. Dopo aver fatto scendere la temperatura al di sotto dei 100° C diluire fino a 500 ml.
8. Soluzione alcolica di fenolftaleina all'1%
9. Soluzione acquosa di idrossido di sodio 0,01 N

III. **Procedimento**

Determinare innanzitutto la percentuale in peso della materia grassa totale contenuta nel campione da analizzare. Determinare poi l'indice butirrico di questa materia grassa totale secondo il metodo di Grossfeld nelle seguenti condizioni:

Pesare esattamente 500—550 mg di materia grassa e porli in un pallone a fondo piatto di 50 ml con 5 ml di soluzione alcolica di idrossido di potassio. Mantenere in ebollizione moderata con riflusso. Compiuta la saponificazione della materia grassa, togliere il refrigerante a riflusso, aggiungere, mediante pipetta graduata, 1 ml di glicerina e continuare a riscaldare finché la maggior parte dell'alcole sia evaporata (ciò è indicato dalla comparsa di un'abbondante schiuma). Per eliminare l'alcole restante, porre il pallone in una stufa di essiccazione, lasciandovelo per 1 ora alla temperatura di 100° C.

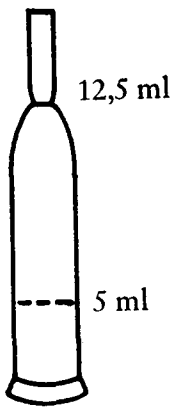

Fig. 1

Nel pallone tolto dalla stufa versare, agitando energicamente, 15 ml di soluzione satura di solfato di potassio. Dopo aver lasciato raffreddare fino a 20° C, aggiungere nell'ordine (sempre agitando) 0,5 ml H_2SO_4 diluito, 1 ml di soluzione di sapone di cocco e circa 0,1 g di farina fossile purificata.

Filtrare il tutto mediante filtro a pieghe di 9 cm di diametro nel tubo di Beckel (fig. 1) finché il filtrato raggiunge la tacca corrispondente a 12,5 ml. Per ottenere abbastanza filtrato, può essere utile comprimere il residuo della filtrazione sul filtro con un agitatore. Versare il filtrato in un matraccio da 100 ml e risciacquare il tubo di Beckel con 5 ml di acqua, da versare pure nel matraccio.

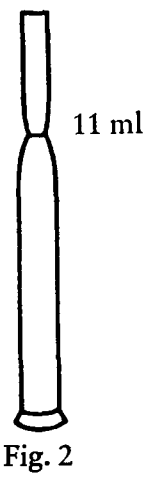

Fig. 2

Dopo aver aggiunto pietra pomice fine, distillare 11 ml nel recipiente indicato (fig. 2). Dopo aver travasato il contenuto in un bicchiere e aver aggiunto 1 o 2 gocce di soluzione di fenolftaleina, titolare con una soluzione acquosa di idrossido di sodio fino a colorazione rossa persistente. Risciacquare il tubo con questa soluzione neutralizzata e rititolare fino a colorazione rossa.

L'indice butirrico della materia grassa totale è espresso dalla seguente formula:

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

in cui:

n: rappresenta il numero di cc della soluzione acquosa di idrossido di sodio impiegati nella titolazione;

E: rappresenta il numero di mg di materia grassa totale utilizzati per la determinazione.

La percentuale in peso di materie grasse provenienti dal latte nel campione è espressa dalla seguente formula:

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

in cui:

P: rappresenta la percentuale in peso delle materie grasse provenienti dal latte contenute nel campione;

a: rappresenta la percentuale in peso della materia grassa totale contenuta nel campione;

b: rappresenta l'indice butirrico della materia grassa totale determinata con il metodo sopra descritto.

ALLEGATO IV

METODO DI DETERMINAZIONE DEL TENORE DI MANNITE NELLE MERCI DI CUI ALLA VOCE 29.04 C III DELLA TARIFFA DOGANALE COMUNE, CALCOLATO CON RIFERIMENTO AL LORO TENORE IN SORBITE

I. **Principio**

Per determinare il tenore di mannite nelle merci di cui alla voce 29.04 C III della tariffa doganale comune, calcolato con riferimento al loro tenore in sorbite, si impiega la cromatografia in fase gassosa. A tale scopo è necessario trasformare preventivamente i prodotti non volatili nei loro derivati acetilati.

II. **Apparecchiatura e reattivi**

1. Cromatografo con rivelatore a ionizzazione di fiamma di idrogeno
2. colonna riempita di « 5 % di XE 60 su Aeropak 30 » (granulazione 80—100 mesh)
3. piridina anidra per analisi
4. acetone per analisi
5. anidride acetica per analisi
6. palloncini graduati da 25 ml.

III. **Procedimento**

a) *Preparazione dei derivati acetilati*

1. Prodotti allo stato solido:

   Pesare circa 200 mg del prodotto. Portare ad ebollizione a riflusso durante 1 ora con 3 ml di piridina anidra e 3 ml di anidride acetica. Lasciare raffreddare e portare a volume di 25 ml con acetone. Iniettare tale soluzione nel cromatografo.

2. Prodotti in soluzione acquosa

   Pesare circa 3 g di prodotto. Aggiungere 60 ml di piridina.

   Distillare sino a che la temperatura del vapore raggiunga 115° C.

   Aggiungere quindi 30 ml di anidride acetica e portare ad ebollizione a riflusso durante 2 ore. Lasciar raffreddare e portare a volume di 250 ml con acetone. Iniettare detta soluzione nel cromatografo.

b) *Condizioni per l'analisi gascromatografica*

Temperatura del blocco d'iniezione: 300° C

Temperatura della colonna: 210° C

Flusso del gas di trasporto (per esempio azoto): 25 ml/minuto

Flusso di idrogeno: 25 ml/minuto

Quantità da iniettare: 1 ml

Il picco della mannite appare prima di quello della sorbite.

Per determinare il tenore di mannite nelle merci analizzate, calcolato con riferimento al loro tenore in sorbite, basterà fare il rapporto delle superfici dei due picchi.