VERORDENING (EEG) Nr. 1061/69 VAN DE COMMISSIE

van 6 juni 1969

houdende vaststelling van de methodes inzake analyse ter uitvoering van Verordening (EEG) nr. 1059/69 betreffende de regeling voor het handelsverkeer van bepaalde goederen verkregen door verwerking van landbouwprodukten

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op Verordening (EEG) nr. 97/69 van de Raad van 16 januari 1969 betreffende de maatregelen die moeten worden getroffen voor de uniforme toepassing van de nomenclatuur van het gemeenschappelijk douanetarief (1), en in het bijzonder op artikel 3,

Overwegende dat voor een uniforme regeling bij invoer in de Gemeenschap van goederen, vallende onder Verordening (EEG) nr. 1059/69 van de Raad van 28 mei 1969 tot vaststelling van de regeling voor het handelsverkeer van bepaalde goederen verkregen door verwerking van landbouwprodukten (2), de analysemethodes en de andere technische bepalingen moeten worden vastgesteld voor de identificatie of voor de bepaling van de samenstelling van sommige van deze goederen; dat overeenkomstig artikel 4, lid 2, van genoemde verordening de betreffende methodes inzake analyse en de andere technische bepalingen moeten worden vastgesteld volgens de procedure van artikel 3, leden 2 en 3, van Verordening (EEG) nr. 97/69;

Overwegende dat Verordening (EEG) nr. 1059/69 in de plaats treedt van Verordening nr. 160/66/EEG van de Raad van 27 oktober 1966 tot invoering van een handelsregeling voor bepaalde goederen, verkregen door verwerking van landbouwprodukten (3); dat voor de toepassing van laatstgenoemde verordening analysemethodes werden vastgesteld bij Verordening nr. 83/67/EEG van de Raad van 18 april 1967 houdende vaststelling van de tariefspecificaties voor de goederen waarop Verordening nr. 160/66/EEG van de Raad van toepassing is alsmede van de vaste elementen die daarop van toepassing zijn en van de hoeveelheden basisprodukten die worden geacht bij de vervaardiging daarvan te zijn verwerkt (4), laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EEG) nr. 2121/68 (5);

dat deze methodes kunnen worden gehandhaafd afgezien van enige wijzigingen die in de praktijk nodig zijn gebleken; dat echter voor het bepalen van de aanwezigheid van gries, griesmeel of meel van zachte tarwe in deegwaren een nieuwe methode dient te worden gekozen waarmede nauwkeuriger resultaten kunnen worden bereikt;

Overwegende dat de in deze verordening vervatte bepalingen in overeenstemming zijn met het advies van het Comité nomenclatuur van het gemeenschappelijk douanetarief,

HEEFT DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD:

Artikel 1

1. Indien de indeling van een produkt als bedoeld in artikel 1 van Verordening (EEG) nr. 1059/69 onder een van de postonderverdelingen van het gemeenschappelijk douanetarief afhankelijk is van het in gewichtspercenten uitgedrukte zetmeelgehalte, wordt dit gehalte bepaald naar de hoeveelheid in dit produkt vervat watervrij zetmeel.

2. Het in gewichtspercenten uitgedrukte zetmeelgehalte van een produkt wordt bepaald volgens de gewijzigde polarimetrische methode Ewers, zoals omschreven in de bijlage van Verordening nr. 228/67/EEG van de Commissie van 28 juni 1967 betreffende het zetmeelgehalte van mengvoeders, het zetmeelgehalte en het asgehalte van zemelen en de denaturering van meel van maniok en van andere wortels (6).

Indien het produkt echter ander dan oorspronkelijk zetmeel bevat zonder tegelijkertijd saccharose of invertsuiker te bevatten, wordt het in gewichtspercenten uitgedrukte zetmeelgehalte van dit produkt bepaald volgens de in bijlage I omschreven versuikeringsmethode.

Voor de toepassing van het bepaalde in dit lid wordt dextrine beschouwd als ander dan oorspronkelijk zetmeel.

(1) PB nr. L 14 van 21. 1. 1969, blz. 1.
(2) Zie blz. 1 van dit Publikatieblad.
(3) PB nr. 195 van 28. 10. 1966, blz. 3361/66.
(4) PB nr. 81 van 26. 4. 1967, blz. 1597/67.
(5) PB nr. L 311 van 28. 12. 1968, blz. 1.
(6) PB nr. 136 van 30. 6. 1967, blz. 2925/67.

Artikel 2

Gries, griesmeel of meel van zachte tarwe in deegwaren van post 19.03 van het gemeenschappelijk douanetarief wordt aangetoond volgens de in bijlage II beschreven methode.

Artikel 3

Het gehalte aan van melk afkomstige vetstoffen in een produkt wordt bepaald volgens de in bijlage III omschreven methode.

Artikel 4

Het gehalte aan mannitol, berekend op het sorbitolgehalte, in de produkten van onderverdeling 29.04 C III van het gemeenschappelijk douanetarief wordt bepaald volgens de in bijlage IV beschreven methode.

Artikel 5

Deze verordening treedt in werking op 1 juli 1969.

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in elke Lid-Staat.

Brussel, 6 juni 1969.

Voor de Commissie

De Voorzitter

Jean REY

BIJLAGE I

BEPALING VAN HET GEHALTE AAN ZETMEEL VOLGENS DE VERSUIKERINGSMETHODE

I. Beginsel

Door zure hydrolyse wordt het zetmeel omgezet in reducerende suikers, die volumetrisch worden bepaald met behulp van Fehlings proefvocht.

II. Apparatuur en reagentia

1. Kolf van ongeveer 250 ml.
2. Maatflesje van 200 ml.
3. Buret met maatverdeling van 25 ml.
4. Zoutzuur, soortelijk gewicht 1,19.
5. Kaliumhydroxyde-oplossing.
6. Ontkleuringskool.
7. Fehlings proefvocht.
8. Methyleenblauw-oplossing van 1 %.

III. Werkwijze

In een kolf van ongeveer 250 ml brengt men een hoeveelheid monster overeenkomend met een hoeveelheid zetmeel van ongeveer 1 gram. Men voegt 100 ml gedistilleerd water en 2 ml zoutzuur bij. Men brengt dit aan de kook met reflux en laat het 3 uur koken.

De inhoud van de kolf alsmede het produkt verkregen door uitspoeling daarvan wordt overgebracht in een maatflesje van 200 ml en de kaliumhydroxyde-oplossing wordt bijgevoegd totdat een licht zure reactie is verkregen. Er wordt met gedistilleerd water aangelengd tot 200 ml en het geheel wordt op een weinig ontkleuringskool afgefiltreerd.

Vervolgens giet men de oplossing in een buret met maatverdeling en reduceert 10 ml Fehlings proefvocht volgens onderstaande methode.

In een kolf met platte bodem van ongeveer 250 ml giet men 10 ml Fehlings proefvocht (5 ml van oplossing A en 5 ml van oplossing B). Men schudt totdat een heldere oplossing is verkregen, vervolgens voegt men 40 ml gedistilleerd water alsmede een geringe hoeveelheid kwarts of puimsteen toe.

Men plaatst de kolf op een vierkant asbest plaatje met een ronde opening, $\phi \pm 6$ cm in het midden, dat zelf op metaalgaas rust. Men verwarmt de kolf, zodat de vloeistof na verloop van ongeveer 2 minuten begint te koken.

Bij de kokende vloeistof worden met behulp van een buret achtereenvolgens hoeveelheden van de versuikerde oplossing bijgemengd, totdat de blauwe kleur van het Fehlings proefvocht nauwelijks meer zichtbaar is; vervolgens worden als indicator 2 à 3 druppels van een oplossing van methyleenblauw bijgevoegd. Daarna voltooit men het titreren door druppelsgewijs een nieuwe hoeveelheid van de versuikerde oplossing in te bregen, totdat de blauwe kleur van de indicator verdwijnt.

Nauwkeuringheidshalve herhaalt men de titratie onder dezelfde omstandigheden, waarbij echter bijna de gehele voor de reductie van het Fehlings proefvocht benodigde versuikerde oplossing ineens wordt bijgevoegd. Bij deze tweede titratie moet de reductie van het Fehlings proefvocht plaatsvinden binnen 3 minuten.

Het gewichtspercentage zetmeel in het monster wordt bepaald met behulp van de volgende formule:

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

waarin:

T: de hoeveelheid watervrije dextrose in grammen welke overeenkomt met 10 ml Fehlings proefvocht (5 ml van oplossing A + 5 ml van oplossing B). Dit gehalte is gelijk aan 0,04945 gram watervrije dextrose wanneer oplossing A 17,636 gram koper per liter bevat;

n: de voor de titratie benodigde hoeveelheid versuikerde oplossing in ml;

p: het gewicht van de hoeveelheid;

0,90: het cijfer voor de omzetting van de watervrije dextrose in zetmeel.

Zo nodig wordt het aldus verkregen zetmeelgehalte gecorrigeerd door aftrek van de tevoren in het produkt reeds aanwezige suikers, berekend als zetmeel.

IV. Bereiding van het Fehlings proefvocht

Oplossing A: In een maatflesje lost men met behulp van gedistilleerd water 69,278 gram ijzervrij zuiver gekristalliseerd kopersulfaat van analysekwaliteit ($CuSO_4 \cdot 5\,H_2O$) op en lengt de oplossing met gedistilleerd water aan tot 1 liter. De juiste titer van deze oplossing moet worden gecontroleerd via een kwantitatieve koperbepaling.

Oplossing B: In een maatflesje lost men met gedistilleerd water 100 gram natriumhyrdoxye en 346 gram kalium-natriumtartraat (Seignettezout) op en lengt de oplossing met gedistilleerd water aan tot 1 liter.

De beide oplossingen A en B moeten onmiddellijk voor het gebruik in gelijke delen worden gemengd. 10 ml Fehlings proefvocht (5 ml oplossing A + 5 ml oplossing B) wordt volledig gereduceerd met 0,04945 gram watervrije dextrose, mits wordt gewerkt onder de onder III beschreven omstandigheden.

BIJLAGE II

METHODE VOOR HET AANTONEN VAN GRIES, GRIESMEEL OF MEEL VAN ZACHTE TARWE IN DEEGWAREN

(volgens de methode Young en Gilles, gewijzigd bij Bernaerts en Gruner)

I. Beginselen

Een extract van het monster van de te onderzoeken deegwaren wordt bereid door middel van een niet-polair oplosmiddel.

Dit extract wordt gechromatografeerd op een silicagefilm ten einde de aanwezige sterol te scheiden in verschillende deeltjes in de vorm van banden.

Naargelang het aantal zichtbaar gemaakte intens gekleurde banden is het mogelijk vast te stellen of het onderzochte produkt vervaardigd is hetzij met harde tarwe dan wel met zachte tarwe of een mengsel van deze beide. Het is eveneens mogelijk vast te stellen of er aan deze grondstoffen ei is toegevoegd.

II. Apparatuur en reagentia

1. Homogenisator of maaltoestel waarmede het maalgoed zo fijn gemalen kan worden dat het door een genormaliseerde zeef met 0,200 mm maaswijdte gaat.
2. Genormaliseerde zeef met 0,200 mm maaswijdte.
3. Verdamper met verminderde druk en met warmwaterbad.
4. Glazen plaat, bladaluminium of een andere geschikte steun van 20 cm × 20 cm bedekt met een silicagelfilm. Indien men de film zelf bereidt, gebruike men silicagel vermengd met circa 13 % gips; de gel wordt aangebracht op de glazen plaat in een laag van 0,25 mm dik met behulp van geschikt gereedschap en overeenkomstig de gebruiksaanwijzingen van de fabrikant.
5. Micropipet waarmede 20 microliter kunnen worden gemeten.
6. Bak met deksel geschikt om er chromatogrammen in te ontwikkelen.
7. Verstuiver.
8. Petroleumether met een kookpunt traject tussen 40 en 60° C en die vóór het gebruik opnieuw gedistilleerd is.
9. Watervrije ethylether pro analyse.
10. Tetrachloorkoolstof voor chromatografie, opnieuw gedistilleerd vóór het gebruik.
11. Fosformolybdeenzuur pro analyse.
12. Ethylalcohol 94°.

III. Werkwijze

Twintig gram van het te onderzoeken produkt wordt zodanig gemalen dat het geheel door de zeef gaat. Het gemalen monster wordt in een Erlenmeyer gebracht en bedekt met 150 ml petroleumether.

In de omgevingstemperatuur laten staan tot de volgende dag. Af en toe schudden.

Vervolgens filteren door een Büchner-trechter waarin een laag „filteraid" is aangebracht of door een vouwfilter. De aldus verkregen heldere oplossing beetje bij beetje overgieten in een getareerde 100 ml-kolf. Het oplosmiddel onder verminderde druk verdampen door de kolf in een warmwaterbad tot 40 à 50° C te verwarmen. Na de verdamping van het oplosmiddel nog 10 minuten voortgaan met verwarmen onder verminderde druk.

Na afkoeling van de kolf, het gewicht van het extract bepalen. Het extract oplossen in ethylether in een verhouding van een ml ethylether per 60 milligram extract.

De films activeren door ze gedurende drie uur op 130° te houden. Laten afkoelen in een silicagel bevattende exsiccator. De niet onmiddellijk gebruikte platen worden in dezelfde exsiccator bewaard. Op een bij voorkeur pas geactiveerde laag 20 microliter van de limpide

oplossing aanbrengen in de vorm van een 3 cm lange strook van constante breedte, bestaande uit naast elkaar geplaatste druppels. Het oplosmiddel laten verdampen.

Het chromatogram bij de omgevingstemperatuur ontwikkelen met de tetrachloorkoolstof in een chromatografische bak waarvan de zijden zijn bedekt met in een oplosmiddel gedrenkt filtreerpapier. Na ongeveer een uur heeft het oplosmiddel een hoogte van 18 cm bereikt. De plaat uit het bad nemen en het oplosmiddel aan de lucht laten verdampen. Het chromatogram opnieuw ontwikkelen om de banden beter te scheiden. Het oplosmiddel opnieuw laten verdampen.

De silicagelfilm met behulp van de verstuiver besproeien met een oplossing van 20 % fosformolybdeenzuur in ethylalcohol. De kleur van de film moet gelijkmatig geel zijn. De strookjes zichtbaar maken door de besproeide plaat gedurende 5 minuten op 110° te verwarmen.

IV. **Interpretatie van het chromatogram**

Indien het chromatogram slechts één intense hoofdband vertoont met een Rf van circa 0,4—0,5 is harde tarwe gebruikt voor de vervaardiging van de deegwaren. Indien daarentegen twee hoofdbanden van gelijke intensiteit zichtbaar worden, is de gebruikte grondstof zachte tarwe. De mengsels van harde tarwe en zachte kunnen worden bepaald aan de hand van de relatieve intensiteit van de twee banden.

Worden drie banden waargenomen (2 ter hoogte van de voornaamste voor zachte tarwe karakteristieke banden en bovendien een tussenliggende band) dan is er ei aan het deeg toegevoegd. Indien de bovenste band in dat geval minder intensief is dan de tussenliggende band, is de gebruikte grondstof harde tarwe; indien daarentegen de bovenste band intensiever is dan de tussenliggende band, is de gebruikte grondstof zachte tarwe.

BIJLAGE III

BEPALING VAN HET GEHALTE AAN VAN MELK AFKOMSTIGE VETSTOFFEN

I. **Beginsel**

Nadat het gewichtspercentage van de totale vetstof in het monster is bepaald, stelt men de boterzuurindex van deze totale vetstof vast en berekent vervolgens het gehalte aan van melk afkomstige vetstof, waarbij voor deze vetstof een gemiddelde boterzuurindex van 20 wordt genomen.

II. **Apparatuur en reagentia**

1. Distilleertoestel met refluxkoeler.
2. Beckelbuizen.
3. Alcoholische kaliumhydroxyde oplossing; bereid door menging van 40 ml kaliloog (s.g. = 1,5) met 40 ml gedistilleerd water en aanvulling tot 1 liter met alcohol van 95/96°.
4. Zuivere glycerine (s.g. = 1,23).
5. Verzadigde kaliumsulfaatoplossing.
6. Verdund zwavelzuur (1 deel geconcentreerd zwavelzuur [s.g = 1,84] + 3 delen gedistilleerd water).
7. Kokoszeep-oplossing, verkregen als volgt:
   In een kolf van 1 liter verzeept men 50 gram zuiver kokosvet, gezuiverd, doch niet gestold (smeltpunt 24—26° C) met 50 gram glycerine, 15 gram KOH en 20 ml water. Na afkoeling onder 100° C verdunt men tot 500 ml.
8. Alcoholische oplossing van fenolftaleïne van 1 %.
9. Waterige oplossing van natriumhydroxyde 0,01 N.

III. Werkwijze

Men bepaalt eerst het gewichtspercentage van de totale in het te analyseren monster aanwezige vetstof. Daarop bepaalt men de boterzuurindex van deze totale vetstof volgens de methode van Grossfeld onder de hieronder beschreven omstandigheden:

Men weegt nauwkeurig 500—550 mg vetstof en brengt dit in een kolf met platte bodem van 50 ml met 5 ml alcoholische kaliumhydroxyde-oplossing. Men laat het geheel matig koken met reflux. Na volledige verzeping van de vetstof verwijdert men het reflux-koelmiddel, voegt met behulp van een maatpipet 1 ml glycerine toe en verwarmt verder totdat de meeste alcohol is verdampt (dit blijkt uit sterke schuimvorming). Ter verwijdering van de rest van de alcohol plaatst men de kolf in een droogstoof en laat deze daarin gedurende 1 uur staan bij 100° C.

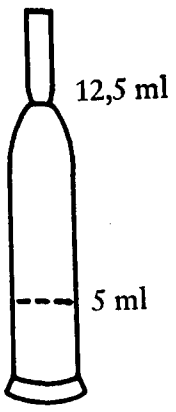

Fig. 1

Zodra de kolf uit de droogstoof is genomen giet men, onder krachtig schudden, 15 ml verzadigde kaliumsulfaat-oplossing bij. Men laat het geheel afkoelen tot 20° C en voegt dan achtereenvolgens (waarbij telkens opnieuw wordt geschud) 0,5 ml verdund H_2SO_4, 1 ml kokoszeep-oplossing en ongeveer 0,1 gram gezuiverd kieselguhr toe.

Vervolgens filtreert men met een vouwfilter van 9 cm doorsnede in de Beckelbuis (fig. 1) of totdat het filtraat het streepje van 12,5 ml bereikt. Het kan nuttig zijn, het filtreerresidu met een schudapparaat op het filter te comprimeren ten einde voldoende filtraat te verkrijgen. Het filtraat wordt in een flesje van 100 ml gegoten en de Beckelbuis uitgespoeld met 5 ml water. Dit water wordt eveneens in het flesje gegoten.

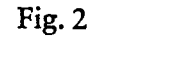

Fig. 2

Na toevoeging van fijn puimsteen distilleert men 11 ml al in het afgebeelde bakje (fig. 2). Na overgieting in een bekerglas en bijvoeging van 1 à 2 druppels alcoholische oplossing van fenolftaleïne van 1 % titreert men met de waterige natriumhydroxyde-oplossing totdat het geheel blijvend rood wordt gekleurd, spoelt de buis met deze geneutraliseerde oplossing uit en titreert opnieuw totdat roodkleuring optreedt.

De boterzuurindex van de totale vetstof wordt berekend met behulp van de volgende formule:

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

waarin:

n: hoeveelheid in ml van de voor de titratie gebruikte waterige oplossing van natriumhydroxyde;

E: hoeveelheid in mg van de voor de bepaling gebruikte totale vetstof.

Het gewichtspercentage van melk afkomstige vetstof van het monster wordt berekend met behulp van de volgende formule:

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

waarin:

P: gewichtspercentage van melk afkomstige vetstof van het monster;

a: gewichtspercentage totale vetstof van het monster;

b: boterzuurindex van de totale vetstof, bepaald als boven aangegeven.

BIJLAGE IV

METHODE TER BEPALING VAN HET GEHALTE AAN MANNITOL, BEREKEND OP HET SORBITOLGEHALTE VAN DE PRODUKTEN BEDOELD IN ONDERVERDELING Nr. 29.04 C III VAN HET GEMEENSCHAPPELIJK DOUANETARIEF

I. Principe

Om het gehalte aan mannitol, berekend op het sorbitolgehalte, van de produkten als bedoeld in onderverdeling nr. 29.04 C III van het gemeenschappelijk douanetarief te bepalen, wordt gebruik gemaakt van de gas-chromatografie. Daartoe dienen de niet-vluchtige produkten vooraf te worden geacetyleerd.

II. **Apparatuur en reagentia**

1. Gas-chromatograaf met vlamionisatie-detector.
2. Kolom gevuld met „5 % van XE 60 op Aéropak 30" (korrelgrootte 80—100 mesh).
3. Watervrij pyridine pro analyse.
4. Aceton pro analyse.
5. Azijnzuur anhydride pro analyse.
6. Maatkolven van 25 ml.

III. **Werkwijze**

a) *Bereiding van geacetyleerde derivaten*

1. Vaste stoffen:

Ongeveer 200 mg van de stof afwegen. Gedurende 1 uur onder terugvloeikoeling laten koken met 3 ml watervrij pyridine en 3 ml azijnzuur anhydride. Laten afkoelen en met aceton aanvullen tot 25 ml. Deze oplossing in de chromatograaf injecteren.

2. Stoffen in waterige oplossing:

Ongeveer 3 g van de stof afwegen; 60 ml pyridine toevoegen. Distilleren totdat de temperatuur van de damp 115° C bereikt. Vervolgens 30 ml azijnzuur anhydride toevoegen en onder terugvloeikoeling gedurende 2 uren laten koken. Laten afkoelen en met aceton aanvullen tot 250 ml. Deze oplossing in de chromatograaf injecteren.

b) *Werkomstandigheden van de chromatografie*

Temperatuur bij injectie: 300° C.

Temperatuur van de kolom: 210° C.

Draaggasdebiet (b.v. stikstof): 25 ml/min.

Waterstofdebiet: 25 ml/min.

Geïnjecteerde hoeveelheid: 1 microliter.

De piek van het mannitol verschijnt voor die van het sorbitol.

Om het gehalte aan mannitol, berekend op het sorbitolgehalte, van de geanalyseerde goederen te bepalen is het voldoende de verhouding van de oppervlakten van de twee overeenkomende pieken te bepalen.