Nr. L 141/24 De Europæiske Fællesskabers Tidende 12. 6. 69

KOMMISSIONENS FORORDNING (EØF) Nr. 1061/69

af 6. juni 1969

om fastsættelse af analysemetoderne ved anvendelse af forordning (EØF) nr. 1059/69 om en handelsordning for visse af landbrugsprodukter fremstillede varer

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det europæiske økonomiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets forordning (EØF) nr. 97/69 af 16. januar 1969 om de nødvendige foranstaltninger for ensartet anvendelse af den fælles toldtarifs nomenklatur[1]), særlig artikel 3, og

ud fra følgende betragtninger:

For at sikre ensartet behandling ved indførsel til Fællesskabet af varer, for hvilke Rådets forordning (EØF) nr. 1059/69 af 28. maj 1969 om fastsættelse af en handelsordning for visse af landbrugsprodukter fremstillede varer[2]) finder anvendelse, er det nødvendigt at fastsætte de analysemetoder og andre tekniske forskrifter, der skal anvendes til deres identifikation eller til bestemmelse af deres sammensætning. I henhold til artikel 4, stk. 2, i denne forordning skal analysemetoderne og de andre tekniske forskrifter i denne henseende fastsættes i overensstemmelse med fremgangsmåden i artikel 3, stk. 2 og 3, i forordning (EØF) nr. 97/69;

forordning (EØF) nr. 1059/69 træder i stedet for Rådets forordning nr. 160/66/EØF af 27. oktober 1966 om indførelse af en handelsordning for visse af landbrugsprodukter fremstillede varer[3]); med henblik på anvendelsen af denne sidste forordning er analysemetoderne blevet fastsat ved Rådets forordning nr. 83/67/EØF af 18. april 1967 om fastlæggelse af toldspecifikationerne for produkter henhørende under Rådets forordning nr. 160/66/EØF og om fastsættelse af de faste elementer, der anvendes for disse samt mængderne af forarbejdede basisprodukter[4]), senest ændret ved forordning (EØF) nr. 2121/68[5]);

bortset fra nogle ændringer, der har vist sig nødvendige i praksis, anbefales det at opretholde anvendelsen af disse analysemetoder; til konstatering af tilstedeværelsen af mel eller gryn af blød hvede i makaroni, spaghetti o. lign. varer vil det imidlertid være hensigtsmæssigt at benytte en ny metode, der fører til mere nøjagtige resultater;

bestemmelserne i denne forordning er i overensstemmelse med udtalelse fra Nomenklaturudvalget for den fælles toldtarif,

UDSTEDT FØLGENDE FORORDNING:

Artikel 1

1. Er tariferingen af en i artikel 1 i forordning (EØF) nr. 1059/69 nævnt vare afhængig af varens stivelsesindhold, beregnet i vægtprocent, bestemmes dette indhold som indholdet af vandfri stivelse.

2. Stivelsesindholdet, beregnet i vægtprocent, i en vare bestemmes ved Ewers modificerede polarimetriske metode, som er beskrevet i bilaget til Kommissionens forordning nr. 228/67/EØF af 28. juni 1967 om bestemmelse af stivelsesindholdet i klid og foderblandinger og om denaturering af mel af maniokrod og andre rødder[6]).

Såfremt den pågældende vare indeholder omdannet stivelse uden samtidig at indeholde hverken saccharose eller invertsukker, bestemmes varens stivelsesindhold dog efter den i bilag I beskrevne metode.

Ved anvendelse af bestemmelserne i dette stykke betragtes dextrin som omdannet stivelse.

Artikel 2

Indhold af mel eller gryn af blød hvede i makaroni, spaghetti og lignende varer henhørende under pos. 19.03 i den fælles toldtarif bestemmes efter den i bilag II beskrevne metode.

[1]) EFT nr. L 14 af 21.1.1969, s. 1.
[2]) Se side 1 i denne tidende.
[3]) EFT nr. 195 af 28.10.1966, s. 3361/66.
[4]) EFT nr. 81 af 26.4.1967, s. 1597/67.
[5]) EFT nr. L 311 af 28.12.1968, s. 1.
[6]) EFT nr. 136 af 30.6.1967, s. 2925/67.

Artikel 3

Indholdet af mælkefedt i en vare bestemmes efter den i bilag III beskrevne metode.

Artikel 4

Indholdet af mannitol, beregnet på grundlag af indholdet af sorbitol, i varer henhørende under pos. 29.04 C III i den fælles toldtarif bestemmes efter den i bilag IV beskrevne metode.

Artikel 5

Denne forordning træder i kraft 1. juli 1969.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i Bruxelles, den 6. juni 1969.

På Kommissionens vegne

Jean REY

Formand

BILAG I

BESTEMMELSE AF STIVELSESINDHOLDET EFTER METODEN FOR HYDROLYSERING TIL SUKKER

I. **Metodens princip**

Ved syrehydrolyse sønderdeles stivelsen til reducerende sukker, der bestemmes volumetrisk ved hjælp af Fehlingvæske.

II. **Apparater og reagenser**

1. Kolbe med et rumindhold på ca. 250 ml,
2. Målekolbe med et rumindhold på 200 ml,
3. Burette med et rumindhold på 25 ml,
4. Saltsyre, vægtfylde 1,19,
5. Kaliumhydroxid i vandig opløsning,
6. Aktivt kul,
7. Fehlings væske I og Fehlings væske II,
8. Metylenblåt i 1 pct. vandig opløsning.

III. **Forsøgets gennemførelse**

I en kolbe rummende ca. 250 ml, indvejes så meget mængde prøve, at det svarer til ca. 1 g stivelse, og der tilføjes 100 ml destilleret vand og 2 ml saltsyre. Blandingen koges i tre timer under tilbagesvaling.
Efter afkøling hældes kolbens indhold kvantitativt på en målekolbe rummende 200 ml, og der tilføjes så meget kaliumhydroxid, at opløsningen kun reagerer svagt surt. Derefter fyldes der op med destilleret vand indtil 200 ml, og væsken filtreres gennem aktivt kul for at blive affarvet.

Med denne opløsning fyldes derefter en burette, og 10 ml Fehlingvæske reduceres på følgende måde:

I en stålkolbe rummende ca. 250 ml hældes 10 ml Fehling-væske (5 ml væske I og 5 ml væske II). Kolben rystes, indtil der fremkommer en klar opløsning, og derpå tilføjes 40 ml destilleret vand og lidt kvarts eller pimpsten.

Kolben anbringes på en kvadratisk plade af asbest, der i midten har en cirkelformet åbning med diameter ca. 6 cm. Asbestpladen lægges på et trådnet. Kolben opvarmes nu således, at væsken begynder at koge i løbet af ca. 2 minutter.

Den kogende væske tilsættes derefter så meget af sukkeropløsningen fra buretten, at Fehling-væskens blå farve næsten ikke er synlig. Der tilsættes nu 2–3 dråber metylenblåtopløsning som indikator, og titreringen fortsættes ved yderligere dråbevis tilsætning af sukkeropløsningen, indtil indikatorens blå farve forsvinder.

Med henblik på større nøjagtighed gentages titreringen under samme betingelser, idet dog næsten hele den mængde sukkeropløsning, der kræves til reducering af Fehling-væsken, tilsættes på en gang. Ved denne titrering skal Fehling-væsken være fuldstændig reduceret i løbet af 3 minutter.

Prøvens indhold af stivelse i vægtprocent beregnes efter følgende formel:

$$\text{Stivelse i procent} = \frac{T \times 200 \times 100}{n \times p} \times 0{,}90.$$

Heri betyder:

T: et kvantum vandfri dextrose i g, der svarer til 10 ml Fehling-væske. 10 ml Fehling-væske (5 ml væske I og 5 ml væske II) svarer til 0,04945 g vandfri dextrose, når væske I indeholder17,636 g kobber pr. liter;

n: den ved titreringen forbrugte mængde sukkeropløsning i ml;

p: den indvejede mængde prøve;

0,90: faktor til omregning af vandfri dextrose til stivelse.

Sukker, der oprindelig er til stede i prøven, fratrækkes – efter omregning til den ækvivalente stivelsesmængde – i den efter ovenstående formel udfundne procentsats.

IV. **Fremstilling af Fehling-væske**

Væske I: I en målekolbe opløses 69,278 g krystalliseret, analyserent, jernfrit kobbersulfat ($CuSO_4 \cdot 5\ H_2O$) i destilleret vand til 1 liter. Opløsningens nøjagtige indhold af kobber kontrolleres ved en kvantitativ bestemmelse af dette.

Væske II: I en målekolbe opløses 100 g natriumhydroxid og 346 g kaliumnatriumtartrat (Seignettesalt) i destilleret vand til 1 liter.

De to væsker I og II blandes i lige dele umiddelbart før anvendelsen. 10 ml Fehling-væske (5 ml væske I og 5 ml væske II) reduceres fuldstændigt af 0,04945 g vandfri dextrose, når fremgangsmåden er som beskrevet under III.

BILAG II

PÅVISNING AF MEL ELLER GRYN AF BLØD HVEDE I MAKARONI, SPAGHETTI OG LIGNENDE VARER

(efter Young og Gilles-metoden, ændret af Bernaerts og Grunner)

I. **Metoden princip**

Af prøven udvindes med anvendelse af et ikke-polart opløsningsmiddel en ekstrakt.

Ekstrakten kromatograferes på en plade med et tyndt lag af kiselgel. Herved skilles de tilsvarende steroler i forskellige fraktioner af form som striber.

Udfra antallet af de intensive farvestriber kan man slutte, om produktet kun er fremstillet af hård hvede eller blød hvede eller af en blanding af hård og blød hvede. Endvidere kan det konstateres, om der er anvendt æg til produktets fremstilling.

II. **Apparater og reagenser**

1. Homogenisator eller laboratoriemølle for at kunne fremstille et malet produkt, der kan passere gennem en sigte med maskevidde 0,200 mm;

2. Standardiseret sigte med en maskevidde af 0,200 mm;

3. Vakuum-inddampningsapparat med vandbad;

4. Glasplade, aluminiumfolie eller andre egnede materialer i format 20 x 20 cm påført et tyndt lag kiselgel. Påfører man selv det tynde lag af kiselgel, anvendes en kiselgel-gips-blanding med et indhold af gips på ca. 13 %. Låget påføres med et egnet redskab, idet producentens oplysninger følges. Det skal være 0,25 mm tykt;

5. Mikropipette til afmåling af 20 mikroliter;

6. Kar med låg til fremkaldelse af kromatogrammerne;

7. Forstøver;

8. Petroleumsether, der destillerer fra 40 til 60° C, redestilleret før brugen;

9. Diethylether, vandfri, til analyse;

10. Carbontetrachlorid, til kromatografi, redestilleret før brugen;

11. Molybdenphosphorsyre, til analyse;

12. Ethylalkohol, 94 volumenprocent.

III. **Forsøgets gennemførelse**

Ca. 20 g af prøven males så fint, at stoffet kan passere helt gennem sigten. Den fint formalede prøve hældes på en Erlenmeyer-kolbe, dækkes med 150 ml petroleumsether og står til næste dag ved stuetemperatur. Kolben rystes herunder fra tid til anden.

Derefter filtreres blandingen gennem en Büchner-tragt med filtrerlag eller gennem et foldefilter. Det klare filtrat overføres portionsvis til en 100 ml-kolbe, og opløsningsmidlet fordampes under reduceret tryk ved en vandbadstemperatur på 40–50° C. Efter opløsningsmidlets fordampning fortsættes opvarmningen i endnu 10 minutter under reduceret tryk.

Efter kolbens afkøling bestemmes vægten af den opnåede ekstrakt. Ekstrakten opløses derefter i diethylether, idet der for hver 60 mg ekstrakt benyttes 1 ml diethylether.

Tyndtlagspladerne med kiselgel aktiveres ved opvarmning ved 130° C i tre timer. Man lader dem afkøle i ekssikkator over kiselgel. Plader, der ikke straks anvendes, forbliver i ekssikkatoren.

På et så frisk aktiveret lag som muligt påføres 20 mikroliter af den klare opløsning i form af en jævn stribe på 3 cm's længde, bestående af ved siden af hinanden liggende dråber, hvorpå man lader opløsningsmidlet fordampe.

Kromatogrammet udvikles ved stuetemperatur med carbontetrachlorid i et kromatograférkar, hvis vægge dækkes med filtrerparir, der indeholder opløsningemidlet. Efter ca. en times forløb har opløsningsmidlet nået en højde af 18 cm. Man tager pladen op og lader opløsningsmidlet fordampe i luften. Kromatogrammet udvikles derefter en gang til, for at striberne skal blive bedre skilt fra hinanden. Opløsningsmidlet lader man igen fordampe i luften.

Tyndtlagskromatogrammet påsprøjtes nu med 20 procent-opløsning af molybdenphosphorsyre i ethylalkohol. Lagets farve skal være ensartet gul. Ved en derpå følgende 5 minutter lang opvarmning til 110° C gøres striberne synlige.

IV. **Aflæsning af kromatogrammet**

Viser kromatogrammet en eneste kraftig hovedstribe med en Rf-værdi af ca. 0,4 til 0,5, er der ved produktets fremstilling anvendt hård hvede. Er der derimod to hovedstriber af samme intensitet, er det anvendte råstof blød hvede. Blandinger af blød og hård hvede kan erkendes ved at de to striber har forskellig intensitet.

Kan der på kromatogrammet konstateres tre striber (to striber i højde som blød hvedes hovedstriber og en stribe, der ligger derimellem), tyder dette på, at produktet indeholder æg. Er den øverste stribe i dette tilfælde svagere end den mellemliggende stribe, er der anvendt hård hvede som råstof. Er den øverste stribe derimod mere udtalt end den mellemliggende stribe, er der anvendt blød hvede.

BILAG III

BESTEMMELSE AF MÆLKEFEDTINDHOLD

I. **Metodens princip**

Efter at prøvens samlede fedtindhold i vægtprocent er fundet, bestemmes smørsyretallet i det isolerede fedt. Derefter udregnes prøvens mælkefedtindhold, idet der gås ud fra et gennemsnitssmørsyretal på 20 for mælkefedt.

II. **Apparater og reagenser**

1. Destillationsapparatur med tilbagesvaler;

2. Beckel-rør;

3. Alkaholisk kaliumhydroxid, tilberedt ved blanding af 40 ml kalilud (vægtfylde = 1,5) og 40 ml destilleret vand og opfyldning med 95/96 volumenprocent alkohol til 1 liter;

4. Ren glycerin (vægtfylde = 1,23);

5. Mættet kaliumsulfatopløsning;

6. Fortyndet svovlsyre. Der tilsættes 1 volumendel koncentreret svovlsyre (vægtfylde = 1,84) til 3 volumendel destilleret vand;

7. Kokos-sæbe-opløsning. 50 g rent, raffineret, men ikke hærdet kokosfedt (smeltepunkt 24–26° C) forsæbes med 50 g glycerin, 15 g kaliumhydroxid og 20 ml vand i en 1-liter-kolbe. Efter afkøling til under 100° C fortyndes til 500 ml;

8. 1 pct. alkoholisk phenolphthaleinopløsning;

9. 0,01 n natriumhydroxid.

III. **Forsøgets gennemførelse**

Først bestemmes prøvens samlede fedtindhold i vægtprocent. I det samlede fedtindhold findes under følgende betingelser smørsyretallet efter Grossfelds halvmikrometode:
500 til 550 mg fedt indvejes nøjagtigt i en stålkolbe rummende 50 ml og opvarmes med 5 ml alkoholisk kaliumhydroxid til let kogning under tilbagesvaling. Efter at fedtet er fuldstændig forsæbet, fjerner man tilbagesvaleren, tilsætter med en pipette 1 ml glycerin og opvarmer yderligere, indtil alkoholen for størstedelen er fordampet (dette fremgår af en stærk skumudvikling. For at lade den resterende alkohol fordampe sætter man kolben i liggende stilling ind i et tørreskab og lader den blive der en time ved en temperatur af 100° C.

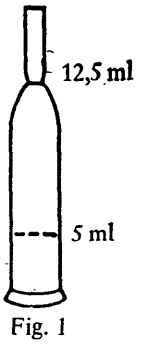

Fig. 1

Straks efter, at kolben er taget ud af tørreskabet, tilsætter man under kraftig rysten med en pipette 15 ml mættet kaliumsulfatopløsning, lader afkøle til 20° C og tilføjer efter hinanden (hver gang under omrystning) 0,5 ml fortyndet svovlsyre, 1 ml kokossæbeopløsning og ca. 0,1 g renset kiselgur.

Derefter filtrerer man gennem et foldefilter med en diameter af 9 cm i et Beckel-rør (fig. 1), indtil filtratet har nået 12,5 ml-mærket. Herved kan det være nødvendigt at trykke filtreringsbundfaldet på filteret noget sammen med en spatel for at få tilstrækkeligt filtrat. Filtratet hælder man på en 100-ml-stålkolbe og skyller Beckel-røret efter med 5 ml vand, som man ligeledes hælder på stålkolben.

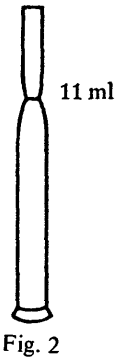

Fig. 2

Efter at der er tilsat pimpsten, destileres 11 ml i et rør som fig. 2. Efter omfyldning til et glasbæger og tilsætning af 1–2 dråber phenolphthaleinopløsning titreres med 0,01 n natriumhydroxid, indtil der fremkommer en varig svag rødfarvning, røret udskylles med den neutraliserede opløsning, og der titreres på ny, til svag rødfarvning.

Fedtets smørsyretal beregnes ved hjælp af følgende formel:

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

Heri betyder:

n: det ved titreringen forbrugte antal ml natriumhydroxid;

E: det indvejede fedt i mg.

Prøvens indhold af mælkefedt i vægtprocent beregnes ved hjælp af følgende formel:

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

Heri betyder:

P: Prøvens mælkefedtindhold i vægtprocent;

a: Prøvens samlede fedtindhold i vægtprocent;

b: Det efter den foran beskrevne metode konstaterede smørsyretal i det samlede fedtindhold.

BILAG IV

METODE TIL BESTEMMELSE AF MANNITOL-INDHOLDET I VARER HENHØRENDE UNDER POS. 29.04 C III I DEN FÆLLES TOLDTARIF, I RELATION TIL DERES INDHOLD AF SORBITOL

I. Metodens princip

Til bestemmelse af manitol-indholdet i varer henhørende under pos. 29.04 C III i den fælles toldtarif, i relation til deres indhold af sorbitol, anvendes gaskromatografisk analyse. Med henblik herpå må produkterne, der ikke er flygtige, først omdannes til deres acetylderivater.

II. Apparater og reagenser

1. Gaskromatograf med flammeionisationsdetektor;
2. Søjle, fyldt med »5 % XE 60 på Aeropak 30« (kornstørrelse 80–100 mesh);
3. Vandfri pyridin til analyse;
4. Acetone til analyse;
5. Eddikesyreanhydrid til analyse;
6. Målekolbe rummende 25 ml.

III. Forsøgets gennemførelse

a) Fremstilling af acetylderivaterne

1. Faste produkter:
   Ca. 200 mg af produktet indvejes og koges en time med 3 ml vandfri pyridin og 3 ml eddikesyreanhydrid under tilbagesvaling. Afkøles og fyldes op med acetone til 25 ml. Denne opløsning anvendes i kromatografen.

2. Produkter i vandig opløsning:
   Ca. 3 g af produktet indvejes, og 60 ml pyridin tilsættes; der destilleres, indtil damptemperaturen er på 115° C. Der tilsættes derefter 30 ml eddikesyreanhydrid, og væsken koger i 2 timer under tilbagesvaling. Afkøles og fyldes op med acetone til 250 ml. Denne opløsning anvendes i kromatografen.

b) Gennemførelsen af den gaskromatografiske analyse

Indsprøjtningsbloktemperatur: 300° C;

Søjletemperatur: 210° C;

Bæregassens strømningshastighed (f. eks. kvælstof): 25 ml/minuttet;

Brintens strømningshastighed: 25 ml/minuttet;

Indsprøjtet mængde: 1 mikroliter.

Den første peak, der viser sig, er mannitol, den næste er sorbitol.

Til bestemmelse af mannitol-indholdet i de analyserede varer, i relation til deres indhold af sorbitol, er det tilstrækkeligt at beregne forholdet mellem arealerne af de 2 peaks.