369R1061

REGLAMENTO (CEE) N° 1061/69 DE LA COMISIÓN

de 6 de junio de 1969

por el que se definen los métodos de análisis para la aplicación del Reglamento (CEE) n° 1059/69 relativo al régimen de intercambios aplicable a ciertas mercancías resultantes de la transformación de productos agrícolas

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento (CEE) n° 97/69 del Consejo, de 16 de enero de 1969, relativo a las medidas que se deben adoptar para la aplicación uniforme de la nomenclatura del arancel aduanero común (1) y, en particular, su artículo 3,

Considerando que, para conseguir un tratamiento uniforme de la importación en la Comunidad de mercancías a las que se aplica el Reglamento (CEE) n° 1059/69 del Consejo, de 28 de mayo de 1969, por el que se determina el régimen de intercambios aplicable a ciertas mercancías resultantes de la transformación de productos agrícolas (2), es necesario definir los métodos de análisis y demás disposiciones de carácter técnico necesarias, bien para la identificación, o bien para la determinación de la composición de algunas de éllas; que de acuerdo con el apartado 2 del artículo 4 de dicho Reglamento, los métodos de análisis y demás disposiciones de carácter técnico de que se trata deben ser adoptados según el procedimiento previsto en los apartados 2 y 3 del artículo 3 del Reglamento (CEE) n° 97/69;

Considerando que el Reglamento (CEE) n° 1059/69 sustituye al Reglamento n° 160/66/CEE del Consejo, de 27 de octubre de 1966, por el que se instaura un régimen de intercambios para algunas mercancías resultantes de la transformación de productos agrícolas (3); que, para la aplicación de este último Reglamento se han fijado métodos de análisis por el Reglamento n° 83/67/CEE del Consejo, de 18 de abril de 1967, por el que se establecen especificaciones arancelarias relativas a las mercancías a las que se aplica el Reglamento n° 160/66/CEE del Consejo, y se determinan los elementos fijos que les son aplicables así como las cantidades de productos básicos que se considera que han intervenido en su fabricación (4), cuya última modificación la constituye el Reglamento (CEE) n° 2121/68 (5); que, con la salvedad de algunas modificaciones aconsejadas por la experiencia, hay que mantener la aplicación de dichos métodos de análisis; que, en lo que respecta a la detección de la presencia de harina o de sémola de trigo blando en las pastas alimenticias, es recomendable, sin embargo, adoptar un método nuevo que permita obtener resultados más precisos;

Considerando que las disposiciones del presente Reglamento concuerdan con el dictamen del Comité de nomenclatura del arancel aduanero común,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

1. Cuando la clasificación en una de las subpartidas del arancel aduanero común, de una mercancía contemplada en el artículo 1 del Reglamento (CEE) n° 1059/69, dependa del contenido en peso de almidón o de fécula, este contenido se determinará en función de la cantidad de almidón o fécula anhidros contenida en dicha mercancía.

2. El contenido en peso de almidón o fécula de una mercancía de determinará por el método polarimétrico Ewers modificado tal como se define en el Anexo I del Reglamento n° 228/67/CEE de la Comisión de 28 de junio de 1967, relativo al contenido de almidón y de cenizas de salvado y a la desnaturalización de las harinas de mandioca y de otras raíces (6).

No obstante, cuando la mercancía considerada contenga almidones o féculas distintos de los originarios, sin contener al mismo tiempo sacarosa o azúcar invertido, el contenido en peso de almidón o fécula de dicha mercancía se determinará por el método de sacarificación definido en el Anexo I.

Para la aplicación de las disposiciones del presente apartado, las destrinas se considerarán como almidones o féculas distintos de los originarios.

(1) DO n° L 14 de 21. 1. 1969, p. 1.
(2) DO n° L 141 de 12. 6. 1969, p. 1.
(3) DO n° 195 de 28. 10. 1966, p. 3361/66.
(4) DO n° 81 de 26. 4. 1967, p. 1597/67.
(5) DO n° L 311 de 28. 12. 1968, p. 1.
(6) DO n° 136 de 30. 6. 1967, p. 2925/67.

Artículo 2

La presencia de harina o de sémola de trigo blando en las pastas alimenticias de la partida n° 19.03 del arancel aduanero común se determinará por el método definido en el Anexo II.

Artículo 3

El contenido en peso de materias grasas procedentes de la leche de una mercancía se determinará por el método definido en el Anexo III.

Artículo 4

La proporción de manitol contenida en las mercancías de la subpartida 29.04 C III del arancel aduanero común, calculada sobre su contenido de sorbitol, se determinará por el método definido en el Anexo IV.

Artículo 5

El presente Reglamento entrará en vigor el 1 de julio de 1969.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 6 de julio de 1969.

Por la Comisión
El Presidente
Jean REY

ANEXO I

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ALMIDÓN POR EL MÉTODO DE SACARIFICACIÓN

I. **Principio**

Por hidrólisis ácida, el almidón se transforma en azúcares reductores, que se valoran volumétricamente con licor de Fehling.

II. **Material y reactivos**

1. Matraz de 250 ml aproximadamente
2. Matraz aforado de 200 ml
3. Bureta graduada de 25 ml
4. Acido clorhídrico de densidad 1,19
5. Disolución de potasa cáustica
6. Carbón decolorante
7. Licor de Fehling
8. Disolución de azul de metileno al 1 %

III. **Método operativo**

En un matraz de aproximadamente 250 ml, se introduce una muestra correspondiente a una cantidad de almidón aproximadamente de 1 gramo. Se añaden 100 ml de agua destilada y 2 ml de ácido clorhídrico. Se calienta hasta la ebullición a reflujo durante 3 horas.

Se trasvasa el contenido del matraz, así como el producto del enjuagado a un matraz aforado de 200 ml y se añade la disolución de potasa cáustica hasta reacción ligeramente ácida. Se lleva con agua destilada a 200 ml y se filtra el total con un poco de carbón decolorante.

Acto seguido, se vierte la disolución en una bureta graduada y se reducen 10 ml de licor de Fehling por el método siguiente:

En un matraz de fondo plano de aproximadamente 250 ml, se vierten 10 ml de licor de Fehling (5 ml de disolución A y 5 ml de disolución B). Se agita hasta obtener una solución clara, después se añaden 40 ml de agua destilada, así como una pequeña cantidad de cuarzo o de piedra pómez.

Se coloca el matraz sobre una placa de amianto de forma cuadrada perforada en su centro con una abertura circular de 6 cm de diámetro, aproximadamente, que descanse sobre una tela metálica. Se calienta el matraz de manera que el líquido comience a hervir al cabo de 2 minutos aproximadamente.

Con una bureta, se añaden al líquido hirviendo, cantidades sucesivas de la disolución azucarada hasta que el color azul del licor de Fehling sea apenas perceptible; se añaden entonces, como indicador, 2 o 3 gotas de la disolución de azul de metileno y después se completa la valoración añadiendo gota a gota una nueva cantidad de disolución azucarada hasta que desaparezca el color azul del indicador.

Para mayor precisión, se repite la valoración en las mismas condiciones añadiendo, sin embargo, de una sola vez, la casi totalidad de la solución azucarada necesaria para la reducción del licor de Fehling. En esta segunda valoración, la reducción del licor de Fehling deberá hacerse en un periodo de 3 minutos.

El procentaje en peso de almidón de la muestra se determinará por medio de la fórmula siguiente:

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

en la cual:

T: representa la cantidad en gramos de dextrosa anhidra correspondiente a 10 ml de licor de Fehling (5 ml de disolución A + 5 ml de disolución B). Este valor es de 0,04945 g de dextrosa anhidra cuando la solución A contenga 17,636 g de cobre por litro.

n: representa el número de ml de la solución azucarada utilizada para la valoración.

p: representa el peso de la muestra de ensayo.

0,90: representa la relación de conversión de la dextrosa anhidra en almidón.

Llegado el caso, el contenido de almidón así obtenido se corregirá deduciendo los azúcares preexistentes en la mercancía, calculados en almidón.

IV. **Preparación del licor de Fehling.**

Disolución A: En un matraz aforado, se disuelven en agua destilada 69,278 g de sulfato de cobre cristalizado puro para análisis ($Cu\,SO_4 \cdot 5\,H_2O$) exento de hierro y se completa la disolución con agua destilada hasta un volumen de un litro. La concentración exacta de esta disolución deberá comprobarse por medio de una determinación cuantitativa del cobre.

Disolución B: En un matraz aforado se disuelven en agua destilada 100 g de hidróxido de sodio y 346 g de tartrato doble de sodio y de potasio (sal de Seignette) y se completa la disolución con agua destilada hasta un volúmen de un litro.

Las dos disoluciones A y B deberán mezclarse en volúmenes iguales, inmediatamente antes de la utilización. Si se trabaja en las condiciones indicadas en III, 10 ml de licor de Fehling (5 ml de disolución A + 5 ml de disolución B) serán reducidos completamente por 0,04945 g de dextrosa anhidra.

ANEXO II

DETECCIÓN DE LA PRESENCIA DE HARINA O DE SEMOLA DE TRIGO BLANDO EN LAS PASTAS ALIMENTICIAS

(por el método Young y Gilles, modificado por Bernaerts y Gruner)

I. Principio

Utilizando un disolvente no polar, se preparará un extracto de la muestra de las pastas alimenticias.

Este extracto se someterá a cromatografía en capa fina de gel de sílice, de manera que se separen, en forma de bandas, los esteroles presentes en las diferentes fracciones.

Según el número de bandas intensas reveladas, se podrá determinar si el producto examinado se ha fabricado, bien exclusivamente a partir de trigo duro o de trigo blando, o bien a partir de una mezcla de estos dos productos. Es igualmente posible determinar si se han añadido huevos a estas primeras materias.

II. Material y reactivos

1. Homogeneizador o triturador que permita obtener un producto que pase a través de un tamiz normalizado con una abertura de mallas de 0,2 mm.
2. Tamiz normalizado con una abertura de mallas de 0,2 mm.
3. Evaporador a presión reducida con baño maría.
4. Placa de vidrio, hoja de aluminio u otro soporte apropiado de 20 cm × 20 cm recubierto de una capa fina de gel de sílice. Sie se prepara uno mismo la capa fina, se utilizará gel de sílice mezclado aproximadamente con 13 % de yeso y se aplicará sobre la placa de vidrio en capa de 0,25 mm con un instrumento adecuado y siguiendo las instrucciones del fabricante.
5. Micropipeta que permita medir 20 microlitros.
6. Cubeta con tapa adecuada para revelar cromatogramas.
7. Atomizador.
8. Éter de petróleo con punto de ebullición comprendido entre 40 y 60 °C redestilado antes de emplearlo.
9. Eter etílico anhídrido p. a.
10. Tetracloruro de carbono para cromatografía redestilado antes de emplearlo.
11. Ácido fosfomolíbdico p. a.
12. Alcohol etílico 94°.

III. Método operativo

Se muelen unos veinte gramos de la muestra de manera que pasen en su totalidad a través del tamiz. Se introduce la muestra molida en un matraz Erlenmeyer y se recubre con 150 ml de éter de petróleo. Se deja a la temperatura ambiente hasta el día siguiente. Se agita de vez en cuando.

Se filtra después en el embudo Büchner provisto de una capa de adyuvante de la filtración o sobre filtro plegado. La solución límpida obtenida se trasvasa, poco a poco, a un matraz tarado de 100 ml. Se evapora el disolvente a presión reducida calentando el matraz al baño maría a 40–50 °C. Después de la evaporación del disolvente, se sigue calentando a presión reducida durante 10 minutos.

Después de enfriar el matraz, se determina el peso del extracto. Se diluye el extracto en éter etílico a razón de 1 ml de éter etílico por 60 mg de extracto.

Se activan las capas finas calentándolas a 130 °C iurante 3 horas. Se deja enfriar en un desecador que contenga gel de sílice. Las placas que no se vayan a utilizar inmediatamente se conservarán en el mismo desecador.

Se aplican sobre una capa, preferentemente recién activada, 20 microlitros de la solución límpida en forma de una banda de ancho constante de 3 cm de larga formada por gotitas yuxtapuestas y se deja evaporar el disolvente.

Se desarrolla el cromatograma a la temperatura ambiente con el tetracloruro de carbono utilizando una cubeta cromatográfica recubierta en las paredes de papel filtro empapado de disolvente. Después de una hora aproximadamente, el disolvente habrá alcanzado una altura de 18 cm. Se quita la placa y se deja evaporar el disolvente al aire. Se desarrolla por segunda vez el cromatograma con el fin de separar mejor las bandas y se deja evaporar de nuevo el disolvente al aire.

Se atomiza la capa fina de gel de sílice con una disolución de 20 % de ácido fosfomolíbdico en alcohol etílico. El color de la capa debe ser uniformemente amarillo. Se revelan las bandas manteniendo la placa atomizada durante 5 minutos a 110 °C.

IV. **Interpretación del cromatograma**

Si el cromatograma presenta una sola banda principal intensa con un Rf de aproximadamente 0,4 – 0,5, el trigo utilizado para la fabricación de la pasta alimenticia es trigo duro. Si, por el contrario, aparecen dos bandas principales, de igual intensidad, la materia prima utilizada es trigo blando. Las mezclas de trigo duro y de trigo blando pueden apreciarse valorando la intensidad relativa de las dos bandas.

Si se observa la presencia de tres bandas (dos bandas a la altura de las bandas pricipales del trigo blando, mas una banda intermedia), hay adición de huevos a la pasta. En este caso, la materia prima utilizada es trigo duro, si la banda superior es menos intensa que la banda intermedia. Al contrario, si la banda superior es más intensa que la intermedia, la primera materia utilizada es trigo blando.

ANEXO III

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE MATERIAS GRASAS PROCEDENTES DE LA LECHE

I. **Principio**

Después de determinar el porcentaje en peso de la materia grasa total de la muestra, se determina el índice butírico de la materia grasa total y luego se calcula el contenido de las materias grasas procedentes de la leche tomando para estas últimas un índice butírico medio de 20.

II. **Material y reactivos**

1. Aparato de destilación con refrigerante de reflujo.
2. Tubos de Beckel.
3. Disolución alcohólica de hidróxido de potasio preparada mezclando 40 ml de lejía de potasa (d = 1,5) con 40 ml de agua destilada, y completando hasta un litro con alcohol de 95/96°.
4. Glicerina pura (d = 1,23).
5. Disolución saturada de sulfato de potasio.
6. Acido sulfúrico diluido (un volúmen de ácido sulfúrico concentrado [d = 1,84] + 3 volúmenes de agua destilada).
7. Disolución de jabón de coco obtenida de la siguiente forma:
   En un matraz de un litro, se saponifican 50 g de grasa de coco pura, refinada pero sin endurecer (P.F. 24–26 °C) con 50 g de glicerina, 15 g KOH y 20 ml de agua. Después de enfriar por debajo de 100 °C, se diluye hasta 500 ml.
8. Disolución de fenolftaleína al 1 %.
9. Disolución acuosa de hidróxido de sodio 0,01 N.

III. **Método operativo**

Se determina primero el porcentaje en peso de la materia grasa total de la muestra. Se determina acto seguido el índice butírico de esta materia grasa total según el método de Grossfeld en las condiciones descritas a continuación:

Se pesan exactamente de 500 a 550 mg de materia grasa y se vierten en un matraz de fondo plano de 50 ml con 5 ml de disolución alcohólica de hidróxido de potasio y se mantiene en ebullición moderada con reflujo. Después de la saponificación completa de la materia grasa, se quita el refrigerante de reflujo, se añade con una pipeta graduada 1 ml de glicerina y se continua calentando hasta que la mayor parte del alcohol se haya evaporado (se observa por la aparición de abundante espuma). Para la eliminación del resto del alcohol, se introduce el matraz en una estufa y se deja allí durante una hora a 100 °C.

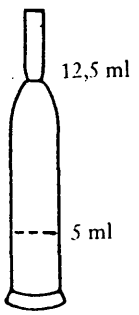

Fig. 1

Cuando se saca de la estufa, se añaden, agitando bien, 15 ml de disolución saturada de sulfato de potasio. Se deja enfriar hasta 20 °C y después a 0,5 ml de SO_4H_2 se le añaden sucesivamente (agitando cada vez) 1 ml de disolución de jabón de coco y, aprocimadamente, 0,1 g de kieselgur purificado,

Se filtra después con un filtro de pliegues de 9 cm de diámetro en el tubo de Beckel (fig. 1) hasta que el filtrado llegue a la señal de 12,5 ml. Puede ser útil comprimir el residuo de filtración sobre el filtro con un agitador para obtener suficiente filtrado. Se vierte el filtrado en un matraz de 100 ml y se enjuaga el tubo de Beckel con 5 ml de agua. El agua se vierte también en el matraz.

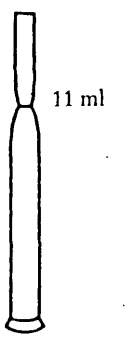

Fig. 2

Después de añadir piedra pómez fina, se destilan 11 ml en el recipiente indicado (fig. 2). Después del trasvase a un vaso y de añadir una o dos gotas de una disolución de fenolftaleína, se valora con la disolución acuosa de hidróxido de sodio hasta que se consiga una coloración roja persistente, se enjuaga el tubo con esta disolución neutralizada y se valora de nuevo hasta obtener la coloración roja.

El índice butírico de la materia grasa total se calculará por medio de la fórmula siguiente:

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

En la cual:

n: representa el número de ml de disolución acuosa de hidróxido de sodio empleados para la valoración.

E: representa el número de mg de materia grasa total utilizados para la determinación.

El porcentaje en peso de materias grasa procedentes de la leche de la muestra se calculará con la siguiente fórmula:

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

En la cual:

P: representa el porcentaje en peso de materias grasas procedentes de la leche de la muestra.

a: representa el porcentaje en peso de materia grasa total contenido en la muestra.

b: representa el índice butírico de la materia grasa total determinado como se ha indicado antes.

ANEXO IV

DETERMINACIÓN DE LA PROPORCIÓN DE MANITOL CONTENIDO EN LAS MERCANCÍS DE LAS SUBPARTIDAS 29.04 C III Y 38.19 DEL ARANCEL ADUANERO COMUN. CALCULADA SOBRE EL CONTENIDO DE SORBITOL

I. **Principio.**

Para determinar la proporción de manitol contenido en las mercancías de las subpartidas 29.04 C III y 38.19 T del arancel aduanero común, calculado sobre el contenido de sorbitol, se utiliza la cromatografía en fase gaseosa. Para ello, es necesario transformar previamente los productos no volátiles en sus derivados acetilados.

II. **Material y reactivos.**

1. Cromatógrafo con detector de ionización de llama de hidrógeno.
2. Columna rellena de «5 % de XE 60 sobre Aeropak 30» (granulometría 80–100 mallas).
3. Piridina anhidra para análisis.
4. Acetona para análisis.
5. Anhídrido acético para análisis.
6. Matraces aforados de 25 ml.

III. **Método operativo**

a) *Preparación de los derivados acetilados.*

1. Productos sólidos.

   Se pesan aproximadamente 200 mg del producto. Se calientan hasta la ebullición a reflujo durante una hora con 3 ml de piridina y 3 ml de anhídrido acético. Se deja enfriar y se completa con acetona hasta 25 ml. Se inyecta esta solución en el cromatógrafo.

2. Productos en disolución acuosa.

   Se pesa aproximadamente 3 g del producto. Se añaden 60 ml de piridina. Se destila hasta que la temperatura del vapor alcance 115. Se añaden entonces 30 ml de anhídrido acético y se calienta hasta la ebullición a reflujo durante 2 horas. Se deja enfriar y se completa con acetona hasta 250 ml. Se inyecta esta solución en el cromatógrafo.

b) *Condiciones operativas de la cromotografía*

Temperatura de inyección: 300 °C.

Temperatura de la columna: 210 °C.

Flujo del gas portador (por ejemplo, nitrógeno): 25 ml/minuto.

Flujo del hidrógeno: 25 ml/minuto.

Cantidad inyectada: 1 microlitro.

El pico del manitol aparecerá antes que el del sorbitol.

Para determinar la proporción de manitol contenida en las mercancías analizadas, calculada sobre el contenido de sorbitol, basta hacer la relación de las áreas de los dos picos correspondientes.