369R1061

Nº L 141/24 Jornal Oficial das Comunidades Europeias 12. 6. 69

REGULAMENTO (CEE) Nº 1061/69 DA COMISSÃO

de 6 de Junho de 1969

que define os métodos de análise para a aplicação do Regulamento (CEE) nº 1059/69 relativo ao regime comercial aplicável a certas mercadorias resultantes da transformação de produtos agrícolas

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Económica Europeia,

Tendo em conta o Regulamento (CEE) nº 97/69 do Conselho, de 16 de Janeiro de 1969, relativo às medidas a tomar para a aplicação uniforme da nomenclatura da pauta aduaneira comum (1) e, nomeadamente, o seu artigo 3º,

Considerando que, com o fim de assegurar um tratamento uniforme à importação para a Comunidade das mercadorias a que se aplica o Regulamento (CEE) nº 1059/69 do Conselho, de 28 de Maio de 1969, que determina o regime de trocas comerciais aplicável a certas mercadorias resultantes da transformação de produtos agrícolas (2), importa definir os métodos de análise e as outras disposições de carácter técnico necessários quer para a identificação, quer para a determinação da composição de algumas delas; que, nos termos do nº 2 do artigo 4º deste regulamento, os métodos de análise e as outras disposições de carácter técnico em questão devem ser adoptados de acordo com o procedimento previsto nos nºs 2 e 3 do artigo 3º do Regulamento (CEE) nº 97/69;

Considerando que o Regulamento (CEE) nº 1059/69 substitui o Regulamento nº 160/66/CEE do Conselho, de 27 de Outubro de 1966, que estabelece a instauração de um regime de trocas comerciais para certas mercadorias resultantes da transformação de produtos agrícolas (3); que, para fins da aplicação deste último regulamento, foram fixados métodos de análise pelo Regulamento nº 83/67/CEE do Conselho, de 18 de Abril de 1967, que estabelece especificações pautais relativas às mercadorias a que se aplica o Regulamento 160/66/CEE do Conselho e que determina os elementos fixos que lhes são aplicáveis, assim como as quantidades de produtos de base consideradas como tendo entrado no seu fabrico (4), com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CEE) nº 2121/68 (5); que, sob reserva de determinadas adaptações que com a experiência se verificou serem necessárias, é necessário manter a aplicação desses métodos de análise; que, no que respeita à pesquisa da presença de farinha ou de sêmola de trigo mole nas massas alimentícias, está todavia indicado fixar um novo método que permita obter resultados mais precisos;

Considerando que as disposições do presente regulamento estão conformes com o parecer do comité da Nomenclatura da Pauta Aduaneira Comum,

ADOPTOU O PRESENTE REGULAMENTO:

Artigo 1º

1. Quando a classificação de uma mercadoria referida no artigo 1º do Regulamento (CE) nº 1059/69 numa das subposições da pauta aduaneira comum depende do seu teor em peso de amido ou de fécula, esse teor é determinado em função da quantidade de amido ou de fécula no estado anidro contida na referida mercadoria.

2. O teor, em peso, de amido ou de fécula de uma mercadoria é determinado segundo o método polarimétrico de Ewers modificado de forma definida no anexo do Regulamento nº 228/67/CEE da Comissão, de 28 de Junho de 1967, relativo ao teor de amido e de cinzas das sêmeas e à desnaturação das farinhas de mandioca e de outras raízes (6).

Todavia, quando a mercadoria em causa contém outros amidos ou féculas não nativos, sem conter ao mesmo tempo sacarose ou açúar invertido, o teor, em peso, de amido ou de fécula dessa mercadoria é determinado segundo o método da sacarificação definido no Anexo I.

Para a aplicação das disposições do presente número, as dextrinas são consideradas como amidos ou féculas não nativos.

(1) JO nº L 14 de 21. 1. 1969, p. 1.
(2) JO nº L 141 de 12. 6. 1969, p. 1.
(3) JO nº 195 de 28. 10. 1966, p. 3361/66.
(4) JO nº 81 de 26. 4. 1967, p. 1597/67.
(5) JO nº L 311 de 28. 12. 1968, p. 1.
(6) JO nº 136 de 30. 6. 1967, p. 2925/67.

Artigo 2º

A presença de farinha ou de sêmola de trigo mole nas massas alimentícias da posição 19.03 da pauta aduaneira comum é pesquisada segundo o método definido no Anexo II.

Artigo 3º

O teor, em peso, de substâncias gordas provenientes do leite de uma mercadoria determina-se segundo o método definido no Anexo III.

Artigo 4º

A proporção de manitol contido nas mercadorias inscritas na subposição 29.04 III da pauta aduaneira comum, calculada sobre o seu teor de sorbitol, determina-se segundo o método definido no Anexo IV.

Artigo 5º

O presente regulamento entra em vigor, em 1 de Julho de 1969.

O presente regulamento é obrigatório em todos os seus elementos e directamente aplicável em todos os Estados-membros.

Feito em Bruxelas em 6 de Junho de 1969.

Pela Comissão

O Presidente

Jean REY

ANEXO I

DETERMINAÇÃO DO TEOR DE AMIDO, SEGUNDO O MÉTODO DA SACARIFICAÇÃO

I. **Princípio**

Por hidrólise ácida, o amido é transformado em açúcares redutores que são doseados volumétricamente por meio do licor de Fehling.

II. **Instrumentos e reagentes**

1. Balão de cerca de 250 ml
2. Frasco graduado de 200 ml
3. Bureta graduada de 25 ml
4. Ácido clorídrico de densidade 1,19
5. Solução de potassa cáustica
6. Carvão descorante
7. Licor de Fehling
8. Solução de azul de metileno a 1 %

III. **Modo operatório**

Num balão de cerca de 250 ml, introduzir uma amostra correspondente a uma quantidade de amido de cerca de 1 grama. Juntar 100 ml de água destilada e 2 ml de ácido clorídrico.

Levar à ebulição com refluxo durante 3 horas.

Transvasar o conteúdo do balão assim como o produto da sua enxaguadura para um frasco graduado de 200 ml e juntar a isto a solução de potassa cáustica, até obter uma reacção ligeiramente ácida. Completar o volume de 200 ml com água destilada e filtrar tudo num pouco de carvão descorante.

Deitar em seguida a solução numa bureta graduada e reduzir 10 ml de licor de Fehling, segundo o método a seguir indicado:

Num balão de fundo chato de cerca de 250 ml, deitar 10 ml de licor de Fehling (5 ml de solução A e 5 ml de solução B). Agitar até obter uma solução clara, depois de juntar 40 ml de água destilada, assim como uma pequena quantidade de quartzo ou de pedra pomes.

Colocar o balão sobre a placa de amianto quadrada com uma abertura circular de cerca de 6 cm de diâmetro ao meio, assentando sobre uma rede metálica. Aquecer o balão de maneira a que o líquido comece a ferver ao fim de cerca de 2 minutos.

Juntar ao líquido em ebulição, com a ajuda de uma bureta, quantidades sucessivas da solução de açúcar, até que a cor azul de licor de Fehling mal seja perceptível; juntar então, a título de indicador, 2 ou 3 gotas de solução de azul de metileno e depois, completar a titulação juntando gota-a-gota uma nova quantidade de solução de açúar até ao desaparecimento da cor azul do indicador.

Para maior precisão, repetir a titulação nas mesmas condições, juntando no entanto de uma só vez a quase totalidade da solução de açúcar necessária à redução do licor de Fehling. Nesta segunda titulação, a redução do licor de Fehling deve operar-se no espaço de tempo de 3 minutos.

A percentagem, em peso, de amido da amostra é determinada por meio da seguinte fórmula:

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

sendo:

T. A quantidade em gramas de dextrose anidra correspondente a 10 ml de licor Fehling (5 ml de solução A + 5 ml de solução B). Este título é de 0,04945 g de dextrose anidra, contendo a solução A 17,636 g de cobre por litro.

n: O número de ml da solução de açúcar utilizada para a titulação.

p: O peso da amostra.

0,90: A taxa de conservão da dextrose anidra em amido.

Se necessário, o teor de amido assim obtido é corrigido por dedução dos açúcares pré-existentes na mercadoria, calculados em amido.

IV. **Preparação do licor de Fehling**

Solução A: Dissolver, num frasco de vidro graduado, em água destilada, 69,278 g de sulfato do cobre cristalizado puro para análises ($CuSO_4.5H_2O$) isento de ferro e ajustar a solução para o volume de um litro com água destilada. O título exacto desta solução deverá ser verificado por meio de uma determinação quantitativa do cobre.

Solução B: Dissolver, num frasco de vidro graduado, por meio de água destilada, 100 g de hidróxido de sódio e 346 g de tartarato duplo de sódio e potássio (sal de Seignette) e ajustar a solução para o volume de um litro com água destilada.

As duas soluções A e B devem ser misturadas, em volumes iguais, imediatamente antes da sua utilização. 10 ml de licor de Fehling (5 ml de solução A + 5 ml de solução B) são completamente reduzidos, se se operar nas condições indicadas em III, por 0,04945 g de dextrose anidra.

ANEXO II

PESQUISA DA PRESENÇA DE FARINHA OU DE SÊMOLA DE TRIGO MOLE NAS MASSAS ALIMENTÍCIAS

(segundo o método de Young e Gilles, modificado por Bernaerts e Gruner)

I. Princípio

Prepara-se um extracto de amostra das massas alimentícias a analisar utilizando-se um solvente não polar.

Este extracto é cromatografado em camada fina de silicagel, de modo a separar os esteróides presentes em diferentes fracções sob a forma de bandas.

Segundo o número de bandas intensas reveladas, é possível determinar se o produto examinado é fabricado quer a partir exclusivamente de trigo duro ou de trigo mole, quer a partir de uma mistura destes dois produtos. É igualmente possível determinar se se juntaram ovos a estas matérias-primas.

II. Aparalhagem e reagentes

1. Homogeneizador ou triturador que permita obter uma moedura que passe através de um peneiro normalizado com uma abertura de malhas de 0,200 mm.
2. Peneiro normalizado com uma abertura de malhas de 0,200 mm.
3. Evaporador sob pressão reduzida com banho-maria.
4. Placa de vidro, folha de alumínio ou outro suporte apropriado, de 20 cm × 20 cm, coberto com uma camada fina de silicagel. Se for o próprio a preparar a camada fina, deverá utilizar silicagel misturada com cerca de 13 % de gesso que aplicará sobre a placa de vidro em camada de 0,25 mm com instrumentos adequados e seguindo as instruções dos fabricantes.
5. Micropipeta que permita medir 20 microlitros.
6. Cuba com tampa adequada para a revelação dos cromatogramas.
7. Vaporizador.
8. Éter de petróleo com o ponto de ebulição então 40 e 60 °C redestilado antes de usar.
9. Éter etícilo anidro para análises.
10. Tetraclreto de carbono para cromatografia redestilado antes de usar.
11. Ácido fosfomolíbdico para análises.
12. Álcool etílico a 94°.

III. Modo Operatório

Moer 20 g da amostra a analisar, de forma a que passem na sua totalidade através do peneiro. Introduzir a amostra moída num balão Erlenmeyer e cobrir com 150 ml de éter de petróleo. Deixar à temperatura ambiente até ao dia seguinte. Agitar de vez em quando.

Filtrar em seguida sobre um funil Büchner munido de uma camada de adjuvante de filtração ou sobre um filtro plissado. Transvasar pouco a pouco a solução límpida assim obtida para um balão tarado de 100 ml. Evaporar o solvente sob pressão reduzida, aquecendo o balão em banho-maria de 40-50 °C. Depois da evaporação do solvente, continuar a aquecer sob pressão reduzida durante 10 minutos.

Depois do arrefecimento do balão, determinar o peso do extracto. Diluir o extracto em éter etílico à razão de 1 ml de éter etílico para 60 ml de extracto.

Activar as camadas finas levando-as à temperatura de 130 °C durante 3 horas. Deixar arrefecer num exsicador contendo silicagel as placas que não são utilizadas imediatamente.

Aplicar sobre uma camada fina, de preferência acabada de activar, 20 microlitros da solução límpida sob a forma de uma banda de largura constante de 3 cm constituída por gotículas justapostas. Deixa evaporar o solvente.

Revelar o cromatograma à temperatura ambiente com o tetracloreto de carbono utilizando uma câmara cromatográfica interiormente revestida com tiras de papel de filtro embebido em solvente. Cerca de 1 hora depois, o solvente terá atingido uma altura de 18 cm. Tirar a placa a deixar evaporar o solvente ao ar. Revelar de novo o cromatograma de maneira a melhor separar as zonas. Deixar evaporar de novo o solvente ao ar.

Vaporizar a camada fina de silicagel com uma solução de 20 % de ácido fosfomolíbdico no álcool etílico. A cor da camada deve ser uniformemente amarela. Revelar as zonas colocando a placa vaporizada durante 5 minutos a 110 °C.

IV. **Interpretação do cromatograma**

Se o cromatograma apresentar uma só banda principal intensa possuindo um Rf de cerca de 04,-05, o trigo utilizado para o fabrico da massa alimentícia foi trigo duro. Se, pelo contrário, aparecerem 2 bandas principais de igual intensidade, a matéria prima utilizada foi trigo mole. As misturas de trigo duro e trigo mole podem ser verificadas calculando a intensidade relativa das duas bandas.

Se se constata a presença de 3 bandas (2 bandas à altura das bandas principais do trigo mole, mais uma banda intermediária), houve adição de ovos à massa. Neste caso, a matéria prima utilizada foi trigo duro se a banda superior for menos intensa que a banda intermédia. Pelo contrário, se a banda superior for mais intensa que a banda intermédia, a matéria prima utilizada foi trigo mole.

ANEXO III

DETERMINAÇÃO DO TEOR DE MATÉRIAS GORDAS PROVENIENTES DO LEITE

I. **Princípio**

Depois de se ter determinado a percentagem, em peso, da matéria gorda total contida na amostra, determina-se o índice butírico dessa matéria gorda total, depois calcula-se o teor de matérias gordas provenientes do leite tomando paa estas últimas um índice butírico médio de 20.

II. **Aparelhagem e reagentes**

1. Aparelho de destilação com refrigeração de refluxo.
2. Tubos de Beckel.
3. Solução alcoólica de hidrato de potássio preparado misturando 40 ml de detergente de potassa (d = 1,5) com 40 ml de água destilada e completando um litro com álcool a 95/96°.
4. Glicerina pura [d = 1,23].
5. Solução saturada de sulfato de potássio.
6. Ácido sulfúrico diluído (1 volume de ácido sulfúrico concentrado [d = 1,84] + 3 volumes de água destilada).
7. Solução de sabão de coco, obtida como a seguir se indica:

   Num balão de 1 litro, saponificar 50 g de óleo de coco puro, refinado mas não endurecido (P.F. 24-26 °C_x),), com 50 g de glicerina, 15 g de KOH e 20 ml de água. Depois de arrefecer abaixo de 100 °C, diluir a 500 ml.
8. Solução de fenolftaleína a 1 %.
9. Solução aquosa de hidróxido de sódio 0,01 N.

III. **Modo operatório**

Determinar primeiro a percentagem, em peso, da matéria gorda total contida na amostra a analisar. Determinar seguidamente, o índice butírico dessa matéria gorda total segundo o método de Grossfeld nas condições a seguir indicadas:

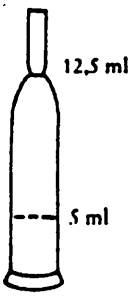

Fig. 1

Pesar exactamente 500 a 550 mg de matéria gorda e deitá-los num balão de fundo chato de 50 ml com 5 ml de solução alcoólica de hidrato de potássio. Manter em ebulição moderada com refluxo. Depois da completa saponificação da matéria gorda, retirar o refrigerador de refluxo, juntar com uma pipeta graduada 1 ml de glicerina e continuar a aquecer até que a maior parte do álcool se evapore (apercebemo-nos disso pela aparição de uma espuma espessa). Para eliminar o restante álcool, colocar o balão numa estufa e deixá-lo durante 1 hora à temperatura de 100 °C.

Ao retirar o balão da estufa, deitar-lhe, agitando bem, 15 ml de solução saturada de sulfato de potássio. Deixa arrefecer até atingir a temperatura de 20 °C, depois juntar sucessivamente (agitando de cada vez) 0,5 ml de SO_4H_2 diluído, 1 ml de solução de sabão de coco e cerca de 0,1 g de terra de infusórios purificada.

Filtrar então por um filtro plissado de 9 cm de diâmetro para o tubo de Beckel (fig. 1) até que o filtrado atinja a marca de 12,5 ml. Pode ser útil comprimir o resíduo de filtração sobre filtro com uma vareta a fim de obter quantidade suficiente de filtrado. Deitar o filtrado num frasco de 100 ml e enxaguar o tubo de Beckel com 5 ml de água. Deitar também esta água no frasco.

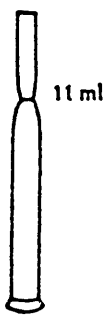

Fig. 2

Depois da adição de pedra pomes fina, destilar 11 ml no recipiente indicado (fig. 2). Depois de transvasar para um copo e juntar 1 a 2 gotas duma solução de fenolftaleína, titular com a solução aquosa de hixróxido de sódio até alcançar uma coloração vermelha persistente, enxaguar o tubo com esta solução neutralizada e titular de novo até à coloração vermelha.

O índice butírico da substância gorda total é calculado através da fórmula seguinte:

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

sendo:

n: O número de ml de solução aquosa de hidróxido de sódio utilizados na titulação

E: O número de mg de matéria gorda total utilizados na determinação

A percentagem da amostra, em peso, de matérias gordas provenientes do leite é calculada através da fórmula seguinte:

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

sendo:

P: A percentagem, em peso, de matérias gordas provenientes do leite e contidas na amostra

a: A percentagem em peso da matéria gorda total contida na amostra

b: O índice butírico da substância gorda total determinado conforme atrás se indicou.

ANEXO IV

DETERMINAÇÃO DA PROPORÇÃO DE MANITOL CONTIDO NAS MERCADORIAS INSCRITAS NA SUBPOSIÇÃO 29.04 C III DA PAUTA ADUANEIRA COMUM, CALCULADA SOBRE O SEU TEOR DE SORBITOL

I. **Princípio**

Para determinar a proporção de manitol contido nas mercadorias inscritas na subposição 29.04 C III da pauta aduaneira comum, calculada sobre o seu teor de sorbitol, utiliza-se a cromatografia em fase gasosa. Para esse fim, é necessário transformar previamente os produtos não voláteis ou os seus derivados acetilados.

II. **Instrumentos e reagentes**

1. Cromatógrafo com detector de ionização de chama de hidrogénio.
2. Coluna cheia de «5 % de XE 60 sobre Aéropak 30» (granulação 80-100 mesh).
3. Piridina anidra para análises.
4. Acetona para análises.
5. Anidrido acético para análises.
6. Balões graduados com capacidade de 25 ml.

III. **Modo operatório**

a) *Preparação dos derivados acetilados.*

1. Produtos no estado sólido.

   Pesar cerca de 200 mg de produto. Levar à ebulição com refluxo durante 1 hora, com 3 ml de piridina e 3 ml de anidrido acético. Deixar arrefecer e ajustar a 25 ml com acetona. Injectar esta solução no cromatógrafo.

2. Produtos em solução aquosa

   Pesar cerca de 3 g de produto. Juntar 60 ml de piridina. Destilar até que a temperatura do vapor atinja 115 °C. Juntar 30 ml de anidrido acético e levar à ebulição com refluxo durante 2 horas. Deixar arrefecer e ajustar a 250 ml com acetona. Injectar esta solução no cromatógrafo.

b) *Condições operatórias da cromatografia*

Temperatura de injecção: 300 °C

Temperatura da coluna: 210 °C

Débito do gás vector (por exemplo, azoto): 25 ml/minuto

Quantidade injectada: 1 microlitro.

O pico do manitol aparece antes do sorbitol.

Para determinar a proporção de manitol contido nas mercadorias analisadas calculada sobre o seu teor de sorbitol, basta fazer a relação das áreas dos dois picos correspondentes.