I

(Actes dont la publication est une condition de leur applicabilité)

RÈGLEMENT (CEE) N° 924/74 DE LA COMMISSION

du 10 avril 1974

modifiant le règlement (CEE) n° 1061/69, du 6 juin 1969, définissant les méthodes d'analyse pour l'application du règlement (CEE) n° 1059/69

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement (CEE) n° 97/69 du Conseil, du 16 janvier 1969, relatif aux mesures à prendre pour l'application uniforme de la nomenclature du tarif douanier commun [1], modifié en dernier lieu par l'acte joint au traité, relatif à l'adhésion des nouveaux États membres à la Communauté économique européenne et à la Communauté européenne de l'énergie atomique [2], signé à Bruxelles le 22 janvier 1972, et notamment son article 3,

considérant que, aux fins d'assurer un traitement uniforme à l'importation dans la Communauté des marchandises auxquelles s'applique le règlement (CEE) n° 1059/69 du Conseil, du 28 mai 1969, déterminant le régime d'échanges applicable à certaines marchandises résultant de la transformation de produits agricoles [3], modifié en dernier lieu par le règlement (CEE) n° 1491/73 du Conseil [4], le règlement (CEE) n° 1061/69 de la Commission du 6 juin 1969 [5] a défini les méthodes d'analyse et les autres dispositions de caractère technique nécessaires, soit pour l'identification, soit pour la détermination de la composition de certaines d'entre elles ;

considérant que la méthode d'analyse prévue dans ce dernier règlement pour déterminer la teneur en matières grasses provenant du lait ne s'avère pas assez précise dans le cas de marchandises contenant non seulement des matières grasses provenant du lait mais aussi certaines autres matières grasses ;

considérant qu'il y a lieu non seulement de maintenir la méthode d'analyse visée ci-dessus, mais aussi de retenir une méthode qui pourra donner satisfaction dans le cas précité ;

considérant que, conformément à l'article 4 paragraphe 2 du règlement (CEE) n° 1059/69, les méthodes d'analyse et les autres dispositions de caractère technique dont il s'agit doivent être arrêtées selon la procédure prévue à l'article 3 paragraphes 2 et 3 du règlement (CEE) n° 97/69 ;

considérant que les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du Comité de la nomenclature du tarif douanier commun,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

Article premier

Le règlement (CEE) n° 1061/69 est modifié comme suit :

a) l'article 3 est modifié comme suit :

« La teneur en poids de matières grasses provenant du lait d'une marchandise est déterminée soit d'après la méthode définie à l'annexe III chapitre 1, soit, si cela s'avère nécessaire, d'après la méthode définie à l'annexe III chapitre 2 » ;

b) à l'annexe III, il est inséré après le titre : « Chapitre 1 » ;

c) l'annexe III est complétée par le chapitre 2 figurant à l'annexe du présent règlement.

Article 2

Le présent règlement entre en vigueur le 1er mai 1974.

---

[1] JO n° L 14 du 21. 1. 1969, p. 1.
[2] JO n° L 73 du 27. 3. 1972, p. 14.
[3] JO n° L 141 du 12. 6. 1969, p. 1.
[4] JO n° L 151 du 7. 6. 1973, p. 1.
[5] JO n° L 141 du 12. 6. 1969, p. 24.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 10 avril 1974.

Par la Commission

Le président

François-Xavier ORTOLI

ANNEXE

CHAPITRE 2

DÉTERMINATION DES INDICES SEMI-MICRO

Méthode analytique: feuille 8 i/1960 de l'Office international du cacao et du chocolat

I. Indice butyrique semi-micro (IBsm) :

1. *Définition :*

L'indice butyrique indique le nombre de ml 0,1 N de lessive d'alcali nécessaires à la neutralisation des acides gras solubles et volatils isolés par saponification de 5 g de graisse, ces acides étant solubles dans une solution d'acide sulfurique saturée de sulfate de potassium et d'acide caprylique.

2. *Réactifs :*

a) Solution alcoolique d'hydrate de potassium

Mélanger 40 ml de lessive de potasse (d = 1,5 ; 49 % poids KOH) et 40 ml d'eau distillée, puis compléter à 1 litre avec de l'alcool à 95 % vol. La concentration en alcool du réactif terminé ne doit pas excéder 90 % vol. Il sera vérifié par titration en utilisant la phénolphtaléine comme indicateur : 5 ml du réactif devront nécessiter 25 à 27 ml d'acide chlorhydrique 0,1 N. Si la lessive est trop faible, ajouter la quantité adéquate de lessive de potassium (d = 1,5).

b) Glycérine $C_3H_5(OH)_3$

Pharmaceutiquement pure (d = 1,23 ; 88 % poids).

c) Acide sulfurique 25 % vol. H_2SO_4

1 vol. acide sulfurique concentré (d = 1,84) + 3 vol. eau distillée.

d) Solution de sulfate de potassium K_2SO_4

Solution aqueuse saturée de sulfate de potassium à 20 °C (d = 1,08 ; 10 % poids).

e) Solution de savon de cocose

Sur une flamme libre et dans un ballon de 1 litre, saponifier 50 g de graisse de coco pure (raffinée mais non durcie, P.F. 24-26 °C) avec 50 g de glycérine, 15 g KOH et 20 ml d'eau. Après refroidissement au-dessous de 100 °C, diluer avec prudence à 500 ml.

f) Hydroxyde de sodium NaOH 0,01 N

Le titre en sera contrôlé chaque jour (indicateur : phénolphtaléine).

g) Indicateur

Dans un ballon jaugé de 100 ml, introduire 1 g de phénolphtaléine et compléter à la marque avec de l'alcool éthylique 95 % vol.

3. *Mode opératoire :*

a) Saponification

Peser sur une balance analytique 500-520 mg de graisse dans un ballon à fond plat de 50 ml. Exécuter un essai à blanc de la même façon, mais en utilisant 500 mg de beurre de cacao. La graisse, fondue, est introduite dans le ballon au moyen d'une pipette (la quantité indiquée représente environ 20 gouttes). Ajouter ensuite quelques grains de pierre ponce calcinée ainsi que 5 ml de lessive de potasse alcoolique au moyen d'une pipette. Relier le ballon au réfrigérant à eau et saponifier sur un bain-marie en ébullition. Lorsque la solution est tout à fait limpide, maintenir la cuisson encore pendant 5 minutes au moins. Ajouter ensuite à l'aide d'une pipette à large ouverture (pointe coupée) 1 ml de glycérine et continuer à faire cuire — sans réfrigérant — jusqu'à ce que la plus grande partie de l'alcool soit évaporée. Ce point est atteint lorsque le savon commence à mousser fortement. Coucher ensuite le ballon dans une étuve à 100 °C durant une heure afin d'éliminer les dernières traces d'alcool.

b) Décomposition des savons

Aussitôt après avoir sorti le ballon de l'étuve, ajouter à l'aide d'une pipette 15,0 ml de solution saturée de sulfate de potassium, fermer avec un bouchon de liège et agiter fortement jusqu'à ce que le savon soit homogène. Certaines graisses forment des savons passablement visqueux qu'il est difficile de dissoudre dans la solution de sulfate de potassium. Dans ce cas, il est recommandé de remettre le ballon fermé quelques instants à l'étuve et d'agiter à nouveau.

Dès qu'une solution homogène s'est formée, laisser refroidir à la température du local, puis placer le ballon dans un bain-marie à exactement 20 °C pendant 10 minutes. Ajouter ensuite dans l'ordre en remuant 0,5 ml d'acide sulfurique, 1 ml de solution de savon de coco et 0,1 g de terre d'infusoires purifiée. Placer à nouveau le ballon dans le bain à 20 °C pendant 5 minutes environ. Secouer fortement et filtrer sur un filtre plissé sec de 10 cm de diamètre en recueillant le filtrat dans un tube de Beckel de 12,5 ml jusqu'à ce que la marque soit atteinte. Si cela est nécessaire, presser légèrement le contenu du filtre avec la partie arrondie d'une éprouvette afin d'obtenir la quantité de filtrat prescrite.

c) Distillation

Transvaser le filtrat dans un ballon à fond plat de 100 ml, rincer le tube de Beckel avec 5 ml d'eau distillée récemment cuite et refroidie que l'on ajoutera ensuite au filtrat. Ajouter un peu de pierre ponce en poudre dans le ballon, le relier à l'appareil à distiller (fig. 1) et distiller dans un tube de Beckel de 11,0 ml (jusqu'à la marque).

Utiliser, comme source de chaleur, un bain d'huile à 175 °C dont le niveau se trouve à peu près 1 cm plus haut que celui du contenu du ballon. Selon Grossfeld, la grandeur de l'appareil à distiller n'exerce aucune influence sur le résultat. Toutefois, on en réduira les dimensions à un minimum afin que la quantité de liquide retenue sur la paroi du tube réfrigérant soit aussi faible que possible (longeur du manchon environ 18 cm).

d) Titration

Transvaser le distillat dans un Erlenmeyer de 50 ml, ajouter 1-2 gouttes de phénolphtaléine et titrer avec la lessive de soude 0,01 N jusqu'à coloration nettement rose. Rincer trois fois le tube de Beckel avec la solution contenue dans l'Erlenmeyer. Dans la plupart des cas, cette dernière se décolorera. Continuer alors de titrer avec prudence jusqu'à l'apparition d'une teinte rose pâle qui devra cependant persister pendant 30 secondes.

e) Calculs

L'indice butyrique semi-micro se calcule d'après la formule suivante :

$$IBsm = \frac{(a - b) \cdot 1{,}4 \cdot 500}{E}$$

Commentaires :

a = ml NaOH 0,01 N employés pour la titration

b = ml NaOH 0,01 N employés pour l'essai à blanc

E = mg de graisse utilisés pour la détermination.

FIGURE 1

Appareil à distiller pour la détermination de l'indice butyrique semi-micro et de l'indice total semi-micro

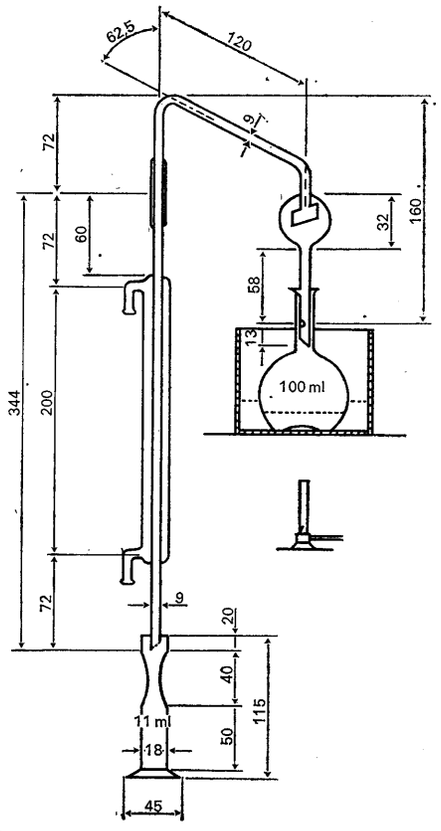
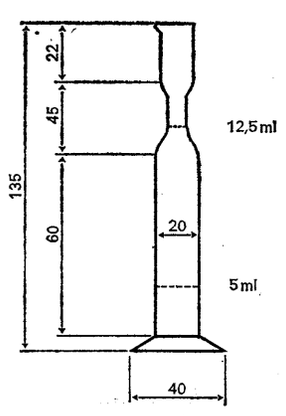


FIGURE 2

Tube de Beckel



II. **Indice total semi-micro (ITsm) :**

1. ***Définition :***

L'indice total des acides gras inférieurs indique le nombre de ml de lessive d'alcali 0,1 N nécessaires à la neutralisation de tous les acides gras à faible poids moléculaire contenus dans 5 g de graisse, cette dernière ayant été saponifiée et les acides gras inférieurs séparés des acides gras supérieurs à l'aide d'une solution de sulfate de magnésium et en présence d'un milieu très dilué.

2. ***Réactifs :***

a) Solution alcoolique d'hydrate de potassium

identique à celle utilisée pour l'indice butyrique. (Mélanger 40 ml de lessive de potasse — d = 1,5 ; 49 % poids KOH — et 40 ml d'eau distillée, puis compléter à 1 litre avec de l'alcool à 95 % vol.).

b) Glycérine $C_3H_5(OH)_3$

Pharmaceutiquement pure (d = 1,23 ; 88 % poids).

c) Solution de sulfate de magnésium

15 g $MgSO_4 + 7\ H_2O$ par litre.

d) Solution alcoolique de phénolphtaléine

Alcool 90 % vol. contenant 0,2 g de phénolphtaléine par litre.

e) Hydrate de sodium NaOH 0,01 N

f) Acide phosphorique H_3PO_4

(d = 1,146 ; 25 % poids).

3. *Mode opératoire :*

a) Saponification

Peser sur une balance analytique 500-550 mg de graisse à analyser dans un ballon à fond plat de 100 ml. Exécuter un essai à blanc de la même façon, mais en utilisant 2-3 gouttes de beurre de cacao (indroduire la graisse liquide dans le ballon au moyen d'une pipette). Ajouter 5 ml de solution alcoolique d'hydrate de potassium au moyen d'une pipette ainsi que quelques grains de pierre ponce et relier le ballon au réfrigérant à eau. Saponifier sur un bain-maire en ébullition. Lorsque la solution est tout à fait limpide, maintenir la cuisson pendant 5 minutes au moins. Ajouter à l'aide d'une pipette à large ouverture (pointe coupée) 1 ml de glycérine et laisser cuire — sans réfrigérant — jusqu'à ce que la plus grande partie de l'alcool soit évaporée. Ce point est atteint lorsque le savon commence à mousser fortement. Coucher ensuite le ballon dans une étuve à 100 °C durant 1 heure afin d'éliminer les dernières traces d'alcool.

b) Décomposition des savons

Aussitôt après avoir sorti le ballon de l'étuve, ajouter à l'aide d'une pipette 50,0 ml d'eau distillée récemment bouillie, en agitant constamment, de façon à dissoudre le savon. Ajouter finalement, toujours en agitant, 25,0 ml de solution de sulfate de magnésium, boucher le ballon et laisser reposer pendant 13 heures environ (une nuit) à la température du local. Filtrer ensuite sur un filtre plissé sec de 15 cm de diamètre en recueillant le filtrat dans un cylindre gradué de 100 ml. Si le volume du filtrat est inférieur à 50 ml, presser légèrement le contenu du filtre avec la partie arrondie d'une éprouvette afin d'obtenir la quantité de filtrat nécessaire.

c) Distillation

Pipetter exactement 50 ml de filtrat dans un nouveau ballon à fond plat de 100 ml (ou bien ballon Erlenmeyer). Ajouter une pointe de couteau (environ 0,1 g) de

pierre ponce en poudre ainsi que 1 ml d'acide phosphorique. Avec l'appareil à distiller semi-micro (fig. 1), distiller exactement 40,0 ml dans un cylindre gradué de 50 ml NP 20/4. Utiliser comme source de chaleur un bain d'huile à 175 °C dont le niveau se trouve à peu près 1 cm plus haut que celui du contenu du ballon.

d) Titration

Transvaser le distillat dans un Erlenmeyer de 100 ml. Rincer le réfrigérant à eau avec 10,0 ml de la solution alcoolique de phénolphtaléine que l'on a recueillie dans le cylindre gradué. Après avoir laissé bien égoutter le réfrigérant, verser prudemment l'alcool dans l'Erlenmeyer contenant le distillat. L'alcool ajouté forme la couche supérieure du liquide et dissout complètement les acides gras non solubles dans l'eau, qui surnagent sous forme de gouttes à la surface du liquide aqueux. Agiter prudemment et titrer avec de l'hydrate de sodium 0,01 N jusqu'à coloration nettement rose. Vers la fin de la titration, ajouter l'hydrate de sodium à raison de deux gouttes à la fois. Rincer ensuite trois fois le cylindre gradué avec la solution contenue dans l'Erlenmeyer, ce qui normalement décolorera la solution. Continuer alors de titrer avec prudence jusqu'à l'apparition d'une teinte rose pâle qui devra cependant persister pendant 30 secondes au moins.

e) Calculs

L'indice total semi-micro se calcule d'après la formule suivante :

$$ITsm = \frac{(a - b) \cdot 1{,}52 \cdot 500}{E}$$

Commentaires :

a = ml NaOH 0,01 N employés pour la titration

b = ml NaOH 0,01 N employés pour l'essai à blanc

E = mg de graisse utilisés pour la détermination.

III. **Indice restant semi-micro (IRsm) :**

1. *Définition :*

L'indice est la différence entre l'indice total des acides gras inférieurs et l'indice butyrique.

IRsm = ITsm — IBsm

De même que les indices total et butyrique, l'indice restant est proportionnel au contenu de la graisse en certains acides gras, en particulier l'acide caprylique et l'acide caprinique. De ce fait, l'indice restant, en liaison avec l'indice butyrique, se prête spécialement bien au dosage de la cocose en présence de graisse de lait.

IV. **Calculs :**

En se basant sur les indices semi-micro précédents, on peut calculer la teneur en graisse de lait et celle en graisse de coco à partir des deux formules suivantes :

% de graisse de lait dans la graisse totale = 5,09 · IBsm — 0,12 · IRsm

% de graisse de coco dans la graisse totale = 2,76 · IRsm — 2,07 · IBsm.

Remarque :

L'addition de cocose ne peut être considérée comme certaine que si le rapport IRsm / IBsm est égal ou supérieur à 1,2.