I

(Veröffentlichungsbedürftige Rechtsakte)

VERORDNUNG (EWG) Nr. 924/74 DER KOMMISSION

vom 10. April 1974

zur Änderung der Verordnung (EWG) Nr. 1061/69 vom 6. Juni 1969 zur Festlegung der Analysemethoden für die Anwendung der Verordnung (EWG) Nr. 1059/69

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft,

gestützt auf die Verordnung (EWG) Nr. 97/69 des Rates vom 16. Januar 1969 über die zur einheitlichen Anwendung des Schemas des Gemeinsamen Zolltarifs erforderlichen Maßnahmen (1), zuletzt geändert durch die dem Vertrag über den Beitritt neuer Mitgliedstaaten zur Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft und zur Europäischen Atomgemeinschaft, der am 22. Januar 1972 in Brüssel unterzeichnet worden ist, beigefügte Akte (2), insbesondere auf Artikel 3,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Um eine gleichförmige Behandlung bei der Einfuhr in die Gemeinschaft von Waren, auf welche die Verordnung (EWG) Nr. 1059/69 des Rates vom 28. Mai 1969 zur Festlegung der Handelsregelung für bestimmte, aus landwirtschaftlichen Erzeugnissen hergestellte Waren (3), zuletzt geändert durch die Verordnung (EWG) Nr. 1491/73 des Rates (4), anwendbar ist, sicherzustellen, hat die Verordnung (EWG) Nr. 1061/69 der Kommission (5) die Analysemethoden und die anderen notwendigen technischen Bestimmungen bezüglich der Erkennungsmerkmale oder Zusammensetzung bestimmter Waren festgelegt.

Die in der letzten Verordnung festgelegte Analysemethode zur Bestimmung des Gehalts an Milchfett ist bei den Waren ungenau, die außer Milchfett bestimmte andere Fette enthalten.

Um diesen Fällen gerecht zu werden, ist es erforderlich, obige Analysemethode durch eine weitere zu ergänzen.

Gemäß Artikel 4 Absatz 2 der Verordnung (EWG) Nr. 1059/69 müssen die Analysemethoden und die anderen diesbezüglichen technischen Bestimmungen nach dem in Artikel 3 Absätze 2 und 3 der Verordnung (EWG) Nr. 97/69 vorgesehenen Verfahren festgelegt werden.

Die Vorschriften dieser Verordnung entsprechen der Stellungnahme des Ausschusses für das Schema des Gemeinsamen Zolltarifs —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

Artikel 1

Die Verordnung (EWG) Nr. 1061/69 wird wie folgt geändert:

a) Artikel 3 wird wie folgt geändert:

Der Gehalt an Milchfett einer Ware wird nach der in Anhang III, Kapitel 1 beschriebenen Methode oder, falls erforderlich, nach der in Anhang III, Kapitel 2 beschriebenen Methode bestimmt.

b) In Anhang III wird nach dem Titel hinzugefügt: „Kapitel 1".

c) Anhang III wird durch das im Anhang zu dieser Verordnung enthaltene Kapitel 2 ergänzt.

Artikel 2

Diese Verordnung tritt am 1. Mai 1974 in Kraft.

(1) ABl. Nr. L 14 vom 21. 1. 1969, S. 1.
(2) ABl. Nr. L 73 vom 27. 3. 1972, S. 14.
(3) ABl. Nr. L 141 vom 12. 6. 1969, S. 1.
(4) ABl. Nr. L 151 vom 7. 6. 1973, S. 1.
(5) ABl. Nr. L 141 vom 12. 6. 1969, S. 24.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 10. April 1974

Für die Kommission

Der Präsident

François-Xavier ORTOLI

ANHANG

KAPITEL 2

BESTIMMUNG DER HALBMIKRO-KENNZAHLEN

Analysenmethode Blatt 8 i — 1960 des Office International du Cacao et du Chocolat

I. Halbmikro-Buttersäurezahl (HBZ):

1. *Definition:*

Die Buttersäurezahl gibt die Anzahl ml 0,1 n-Alkalilauge an, die notwendig ist, um diejenigen aus 5 g Fett erhaltenen flüchtigen Fettsäuren zu neutralisieren, welche in einer mit Kaliumsulfat und Caprylsäure gesättigten, schwefelsauren Lösung löslich sind.

2. *Reagenzien:*

a) Alkoholische Kalilauge

40 ml Kalilauge (D = 1,5; 49 Gew.-% KOH) werden mit 40 ml dest. Wasser vermischt und mit 95 Vol.-%igem Alkohol auf 1 Liter aufgefüllt. Die Alkoholkonzentration der fertigen Lauge soll nicht mehr als 90 Vol.-% betragen. Bei der Titration gegen Phenolphthalein sollen 5 ml dieser Lauge 25—27 ml 0,1 n-Salzsäure verbrauchen. Ist die Lauge zu schwach, wird eine entsprechende Menge Kalilauge der Dichte 1,5 zugegeben.

b) Glycerin $C_3H_5(OH)_3$

Pharmazeutisch rein (D = 1,23; 88 Gew.-%).

c) Schwefelsäure 25 Vol.-% H_2SO_4

Zu 3 Volumenteilen destilliertem Wasser 1 Volumenteil konzentrierte Schwefelsäure (D = 1,84) geben.

d) Kaliumsulfatlösung K_2SO_4

Bei 20 °C gesättigte wäßrige Kaliumsulfatlösung (D = 1,08; 10 Gew.-%)

e) Kokos-Seifenlösung

50 g reines, raffiniertes, jedoch nicht gehärtetes Kokosnußfett (Smp. 24—26 °C) werden mit 50 g Glycerin, 15 g KOH und 20 ml Wasser in einem 1-Liter-Kolben über freier Flamme verseift. Nach dem Abkühlen unter 100 °C wird vorsichtig auf 500 ml verdünnt.

f) Natronlauge 0,01 n-NaOH

Der Titer ist täglich neu zu bestimmen (Indikator : Phenolphthalein).

g) Indikator-Lösung

In einen Meßkolben von 100 ml Inhalt 1 g Phenolphthalein einwägen und mit 95 % Vol.-%igem Äthylalkohol zur Marke auffüllen.

3. **Ausführung der Bestimmung:**

a) Verseifung

In ein Stehkölbchen von 50 ml Inhalt auf der Analysewaage 500—520 mg Fett einwägen. In gleicher Weise wird ein Blindversuch mit 500 mg Kakaobutter angesetzt. Am zweckmäßigsten wird die Fettprobe zuvor geschmolzen und die erforderliche Menge mittels einer kleinen ungeeichten Pipette in das Kölbchen getropft (etwa 20 Tropfen). Des weiteren einige Siedesteinchen ins Kölbchen geben und aus einer Meßpipette 5 ml alkoholische Kalilauge zusetzen. Das Kölbchen an einen Rückflußkühler anschließen und den Inhalt auf einem siedenden Wasserbad verseifen. Die klargewordene Lösung ist mindestens noch 3 bis 5 Minuten weiter sieden zu lassen. Dann läßt man aus einer Pipette mit weiter Auslauföffnung (abgebrochener Spitze) 1 ml Glycerin zufließen und setzt den Kochprozeß auf dem Wasserbad mit offenem Kölbchen so lange fort, bis der Alkohol größtenteils verdampft ist, was sich an dem stärkeren Schäumen der Lösung zu erkennen gibt. Zur Entfernung der letzten Alkoholreste verbringt man das Kölbchen in liegender Stellung während 1 Stunde in einen Trockenschrank von 100 °C.

b) Zersetzung der Seifen

Sofort nach dem Herausnehmen aus dem Schrank fügt man aus einer Pipette 15,0 ml gesättigte Kaliumsulfatlösung hinzu, verschließt das Kölbchen mit einem Korkstopfen und schüttelt kräftig, bis sich die Seife gleichmäßig verteilt hat. Gewisse Fette bilden ziemlich zähe Seifen, die sich nur schwierig in der Kaliumsulfatlösung auflösen. In diesen Fällen empfiehlt es sich, das verschlossene Kölbchen nochmals kurze Zeit im Trockenschrank zu erwärmen.

Sobald sich eine homogene Lösung gebildet hat, läßt man auf Zimmertemperatur abkühlen und stellt anschließend das Kölbchen während 10 Minuten in ein Wasserbad von genau 20 °C. Dann gibt man der Reihe nach unter jeweiligem Umschütteln 0,5 ml Schwefelsäure, 1 ml Kokosseifenlösung und 0,1 g gereinigte Kieselgur hinzu und stellt das Kölbchen erneut während etwa 5 Minuten in das Wasserbad von 20 °C. Anschließend den Kölbcheninhalt nochmals kräftig schütteln, hierauf durch ein trockenes Faltenfilter von 10 cm Durchmesser in ein Röhrchen von Beckel filtrieren, bis das Filtrat die Marke 12,5 ml erreicht hat. Gelegentlich ist es erforderlich, den Rückstand auf dem Filter mit einem Reagenzglas etwas zusammenzudrücken, um genügend Filtrat zu erhalten.

c) Destillation

Das Filtrat in ein Stehkölbchen von 100 ml Inhalt gießen und das Beckelröhrchen mit 5 ml destilliertem, unmittelbar zuvor frisch ausgekochtem Wasser nachspülen, das man ebenfalls in das Stehkölbchen gibt. Danach etwas Bimssteingrieß zugeben, das Kölbchen an die Halbmikro-Destillationsapparatur (Abb. 1) anschließen und dann 11,0 ml (bis zur Marke) in ein Meßröhrchen nach Beckel überdestillieren. Als Heizquelle ist ein Ölbad mit einer Temperatur von 175 °C zu verwenden, wobei die Heizflüssigkeit den Kolbeninhalt um ungefähr 1 cm überragen muß. Nach Grossfeld ist die Form der Destillationsapparatur ohne Einfluß auf das Resultat. Damit indessen nicht zu viel Flüssigkeit im Kühlrohr verbleibt, sollten die Abmessungen möglichst klein gehalten werden (Länge des Kühlmantels ca. 18 cm).

d) Titration

Das Destillat in ein Enghals-Erlenmeyerkölbchen von 50 ml Inhalt überführen, 1—2 Tropfen Phenolphthaleinlösung zugeben und mit 0,01 n-Natronlauge auf deutliche Rotfärbung titrieren. Die Vorlage mit dem etwas übertitrierten Destillat dreimal nachspülen, wobei dieses normalerweise wieder entfärbt wird. Anschließend vorsichtig auf ganz schwache Rosafärbung titrieren, die während 30 Sekunden bestehen bleiben soll.

e) Berechnung

Die Halbmikro-Buttersäurezahl berechnet sich nach folgender Formel:

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

Erläuterungen:

a = zur Titration verbrauchte ml 0,01 n-NaOH;

b = für den Blindwert verbrauchte ml 0,01 n-NaOH;

E = Fetteinwaage in Milligramm (mg).

ABBILDUNG 1

Destillationsapparatur zur Bestimmung der Halbmikro-Buttersäure- und Halbmikro-Gesamtzahl

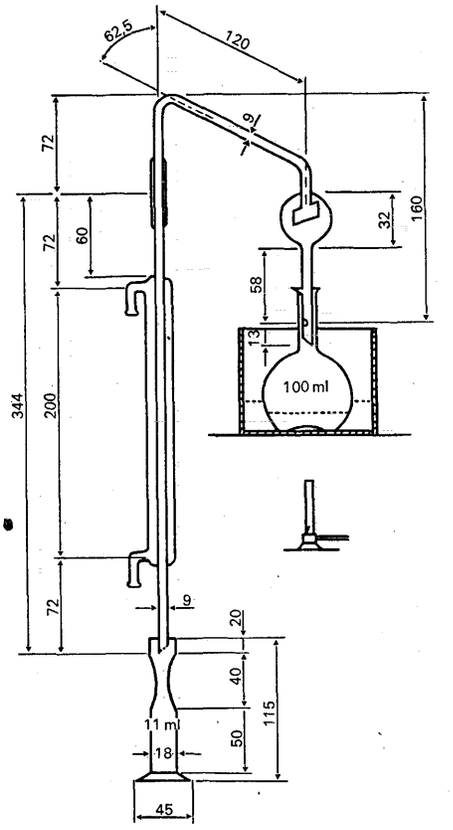
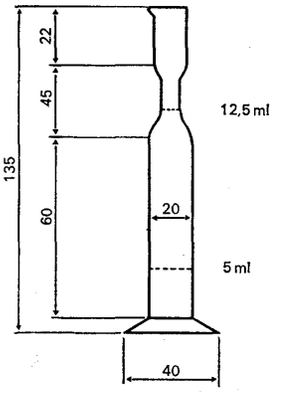


ABBILDUNG 2

Röhrchen nach Beckel



II. Halbmikro-Gesamtzahl (HGZ):

1. *Definition:*

Die Gesamtzahl der niederen Fettsäuren gibt die Anzahl ml 0,1 n-Alkalilauge an, die zur Neutralisation der aus 5 g Fett nach dessen Verseifung und Abscheidung der höheren Fettsäuren durch Magnesiumsulfat aus stark verdünnter Lösung abgetrennten gesamten niederen Fettsäuren erforderlich sind.

2. *Reagenzien:*

a) Alkoholische Kalilauge, wie sie zur Bestimmung der Halbmikro-Buttersäurezahl verwendet wird. (40 ml Kalilauge — Dichte 1,5 entspr. 49 Gew.-% KOH — werden mit 40 ml dest. Wasser vermischt und mit 95 Vol.-%igem Alkohol auf 1 Liter aufgefüllt).

b) Glycerin $C_3H_5(OH)_3$

Pharmazeutisch rein (D = 1,23; 88 Gew.-%)

c) Magnesiumsulfat-Lösung

15 g $MgSO_4 + 7H_2O$ im Liter

d) Alkoholische Phenolphthaleinlösung

90 Vol.-%iger Alkohol enthaltend 0,2 g Phenolphthalein per Liter

e) Natronlauge 0,01 n-NaOH

Der Titer ist täglich neu zu bestimmen (Indikator : Phenolphthalein)

f) Phosphorsäure H_3PO_4

(D = 1,146; 25 Gew.-%)

3. *Ausführung der Bestimmung:*

a) Verseifung

Von dem zu analysierenden Fett auf der Analysewaage 500—550 mg in ein Stehkölbchen von 100 ml Inhalt einwägen. In gleicher Weise wird ein Blindversuch mit zwei bis drei Tropfen Kakaobutter angesetzt. Die Einwaage wird am zweckmäßigsten so vorgenommen, daß man das flüssige Fett mittels einer Pipette in das Kölbchen tropft. Dann fügt man einige Körnchen Bimsstein sowie 5 ml alkoholische Kalilauge aus einer Meßpipette zu und verbindet das Kölbchen mit einem Rückflußkühler. Der Inhalt wird auf dem siedenden Wasserbad verseift und die Lösung nach Klarwerden noch mindestens während 5 Minuten weiter sieden gelassen. Hierauf gibt man aus einer Pipette mit weiter Auslauföffnung (abgebrochener Spitze) 1 ml Glycerin zu und kocht nun ohne Kühler auf dem siedenden Wasserbad so lange fort, bis der Alkohol größtenteils verdampft ist, was man an dem stärkeren Schäumen der Lösung erkennt. Zur Austreibung der letzten Alkoholreste verbringt man das Kölbchen in liegender Stellung während 1 Stunde in einen Wärmeschrank von 100 °C.

b) Zersetzung der Seifen

Unmittelbar nach der Entnahme des Kölbchens aus dem Wärmeschrank fügt man dem noch warmen Seifenrückstand mit einer Pipette unter stetem Umschütteln 50 ml frisch ausgekochtes destilliertes Wasser zu und löst die Seife darin vollständig auf. Anschließend gibt man unter stetem Umschwenken 25,0 ml Magnesiumsulfatlösung zu und läßt das Kölbchen mit Stopfen während ca. 13 Stunden (über Nacht) bei Zimmertemperatur stehen. Dann wird durch ein trockenes Faltenfilter von 15 cm Durchmesser in einen 100-ml-Meßzylinder abfiltriert. Werden weniger als 50 ml Filtrat erhalten, so ist der Magnesiumniederschlag im Filter mit Hilfe des runden Bodens eines großen Reagenzglases etwas anzupressen, wobei weitere Filtratmengen erhalten werden.

c) Destillation

Vom Filtrat pipettiert man genau 50 ml in ein weiteres Stehkölbchen (oder Erlenmeyerkolben) von 100 ml Inhalt und fügt eine Messerspitze (etwa 0,1 g) Bimsstein-

pulver sowie 1 ml Phosphorsäure zu. Anschließend destilliert man auf der Halbmikro-Destillations-Apparatur (Abbildung 1) genau 40,0 ml in einen 50 ml NP 20/4 Meßzylinder ab. Als Heizquelle ist ein Ölbad mit einer Temperatur von 175 °C zu verwenden, wobei die Heizflüssigkeit den Kolbeninhalt um ungefähr 1 cm überragen muß.

d) Titration

Das Destillat in ein 100-ml-Erlenmeyerkölbchen gießen. Den Kühler mit 10,0 ml der alkoholischen Phenolphthaleinlösung nachspülen, die Spülflüssigkeit in den Meßzylinder geben und den Kühler gründlich abtropfen lassen. Danach das Destillat im Erlenmeyerkölbchen mit der alkoholischen Phenolphthaleinlösung aus dem Meßzylinder vorsichtig überschichten, um die wasserunlöslichen Fettsäuren, welche sich in Form kleiner Öltröpfchen an der Oberfläche angesammelt haben, in Lösung zu bringen. Den Inhalt durch vorsichtiges Umschwenken des Erlenmeyerkölbchens mischen und anschließend mit einer 0,01 n-Natronlauge bis zur deutlichen Rotfärbung titrieren. Gegen das Ende der Titration sind jeweils zwei Tropfen zuzugeben, um einen markanten Umschlag zu erhalten. Dann den Meßzylinder mit dem leicht übertitrierten Destillat dreimal nachspülen, wobei sich letzteres normalerweise wieder entfärbt. Es ist erneut vorsichtig auf eine ganz schwache Rosafärbung zu titrieren, die mindestens während 30 Sekunden bestehen bleiben muß.

e) Berechnung

Die Halbmikro-Gesamtzahl berechnet sich nach folgender Formel:

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

Erläuterungen:

a = zur Titration verbrauchte ml 0,01 n-NaOH

b = für den Blindwert verbrauchte ml 0,01 n-NaOH

E = Fetteinwaage in Milligramm (mg).

III. **Halbmikro-Restzahl (HRZ):**

1. *Definition:*

Die Restzahl ist die Differenz aus der Gesamtzahl der niederen Fettsäuren und der Buttersäurezahl.

HRZ = HGZ — HBZ

Die Restzahl geht, ebenso wie Gesamtzahl und Buttersäurezahl dem Gehalt des Fettes an den sie bedingenden Fettsäuren, besonders an Capryl- und Caprinsäure, proportional und eignet sich demzufolge in Verbindung mit der Buttersäurezahl speziell zur Prüfung auf die Anwesenheit von Kokosfett neben Butterfett.

IV. **Berechnungsbeispiel:**

Aus den vorstehenden Halbmikrozahlen lassen sich die Milch- und Kokosfettgehalte mit Hilfe der nachstehenden zwei Formeln berechnen:

% Butterfett im Gesamtfett = 5,09 · HBZ — 0,12 · HRZ

% Kokosfett im Gesamtfett = 2,76 · HRZ — 2,07 · HBZ

Anmerkung:

Auf die Beimischung von Kokosfett darf erst dann mit Sicherheit geschlossen werden, wenn der Quotient aus HRZ/HBZ gleich oder größer als 1,2 ist.