I

(Atti per i quali la pubblicazione è una condizione di applicabilità)

REGOLAMENTO (CEE) N. 924/74 DELLA COMMISSIONE

del 10 aprile 1974

che modifica il regolamento (CEE) n. 1061/69, del 6 giugno 1969, che definisce i metodi di analisi per l'applicazione del regolamento (CEE) n. 1059/69

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea,

visto il regolamento (CEE) n. 97/69 del Consiglio, del 16 gennaio 1969, relativo alle misure che occorre prendere per l'applicazione uniforme della nomenclatura della tariffa doganale comune [1], modificato per ultimo dall'atto allegato al trattato relativo all'adesione dei nuovi Stati membri alla Comunità economica europea e alla Comunità europea dell' energia atomica [2], firmato a Bruxelles il 22 gennaio 1972, in particolare l'articolo 3,

considerando che, allo scopo di assicurare un trattamento uniforme all'importazione nella Comunità delle merci alle quali si applica il regolamento (CEE) n. 1059/69 del Consiglio, del 28 maggio 1969, che determina il regime di scambi applicabile a talune merci risultanti dalla trasformazione di prodotti agricoli [3], modificato per ultimo dal regolamento (CEE) n. 1491/73 del Consiglio [4], il regolamento (CEE) n. 1061/69 della Commissione, del 6 giugno 1969 [5], ha definito i metodi di analisi e le altre disposizioni di carattere tecnico necessari, sia per l'identificazione, sia per la determinazione dei componenti di alcune di esse;

considerando che il metodo di analisi previsto nell' ultimo regolamento per determinare la quantità di grassi provenienti dal latte non sembra abbastanza preciso nel caso di merci che contengono certi altri grassi oltre a quelli provenienti dal latte;

considerando che è d'uopo non solo conservare il metodo di analisi di cui sopra, ma adottare pure un metodo soddisfacente nei casi già citati;

considerando che, conformemente all'articolo 4, paragrafo 2, del regolamento (CEE) n. 1059/69, i metodi di analisi e le altre disposizioni di carattere tecnico, di cui si tratta, devono essere adottati secondo la procedura prevista all'articolo 3, paragrafi 2 e 3, del regolamento (CEE) n. 97/69;

considerando che le misure previste dal presente regolamento sono conformi al parere del comitato della nomenclatura della tariffa doganale comune,

HA ADOTTATO IL PRESENTE REGOLAMENTO:

Articolo 1

Il regolamento (CEE) n. 1061/69 viene modificato come segue:

a) l'articolo 3 è modificato nel seguente modo:

«Per una merce il tenore in peso di sostanze grasse provenienti dal latte è determinato secondo il metodo definito all'allegato III, capitolo 1 ovvero se necessario, secondo il metodo definito all'allegato III, capitolo 2.

b) all'allegato III, è inserito dopo il titolo: «Capitolo 1».

c) l'allegato III viene completato dal capitolo 2 che figura nell'allegato al presente regolamento.

Articolo 2

Il presente regolamento entra in vigore il 1° maggio 1974.

(1) GU n. L 14 del 21. 1. 1969, pag. 1.
(2) GU n. L 73 del 27. 3. 1972, pag. 14.
(3) GU n. L 141 del 12. 6. 1969, pag. 1.
(4) GU n. L 151 del 7. 6. 1973, pag. 1.
(5) GU n. L 141 del 12. 6. 1969, pag. 24.

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

Fatto a Bruxelles, il 10 aprile 1974.

Per la Commissione

Il Presidente

François-Xavier ORTOLI

ALLEGATO

CAPITOLO 2

DETERMINAZIONE DEGLI INDICI SEMI-MICRO

(Metodo analitico: Foglio 8 i/1960 dell'Ufficio internazionale del cacao e del cioccolato)

I. Indice butirrico semi-micro (IBsm):

1. *Definizione*

L'indice butirrico indica il numero di ml 0,1 N di liscivia di alcali necessari alla neutralizzazione degli acidi grassi solubili e volatili isolati mediante saponificazione di 5 g di grasso; tali acidi sono infatti solubili in una soluzione di acido solforico saturo di solfato di potassio e di acido saprilico.

2. *Reattivi*

a) Soluzione alcoolica di idrato di potassio

Mescolare 40 ml di liscivia di potassio (d = 1,5; 49 % in peso KOH) e 40 ml di acqua distillata; portare quindi a 1 litro con alcool al 95 % in volume. La concentrazione di alcool del reattivo preparato non deve essere superiore al 90 % in volume. Si convaliderà mediante titolazione usando come indicatore la fenolftaleina. Per 5 ml di reattivo saranno necessari da 25 a 27 ml di acido cloridrico 0,1 N. Se la liscivia è troppo debole, aggiungere l'idonea quantità di liscivia di potassio (d = 1,5).

b) Glicerina $C_3H_5(OH)_3$

Farmaceuticamente pura (d = 1,23; 88 % in peso)

c) Acido solforico 25 % in volume H_2SO_4

1 volume di acido solforico concentrato (d = 1,84) più 3 volumi di acqua distillata.

d) Soluzione di solfato di potassio K_2SO_4

Soluzione acquosa satura di solfato di potassio a 20 °C (d = 1,08; 10 % in peso).

e) Soluzione di sapone di cocose

Su di una fiamma libera, saponificare in un pallone da 1 litro, 50 g di grasso di cocco puro (raffinato, ma non indurito, P.F. 24-26 °C) con 50 g di glicerina, 15 g KOH e 20 ml d'acqua. Dopo raffreddamento a una temperatura inferiore a 100 °C, diluire con prudenza a 500 ml.

f) Idrossido di sodio NaOH 0,01 N

Il titolo sarà controllato ogni giorno (indicatore: fenolftaleina).

g) Indicatore

In un pallone graduato di 100 ml versare 1 g di fenolftaleina e portare alla tacca con alcool etilico al 95 % in volume.

3. *Esecuzione*

a) Saponificazione

Pesare su di una bilancia analitica 500-520 mg di grasso in un pallone a fondo piano di 50 ml. Eseguire nello stesso modo una prova in bianco usando però 500 mg di burro di cacao. Indrodurre il grasso fuso nel pallone servendosi di una pipetta (la quantità indicata corrisponde a circa 20 gocce). Aggiungere quindi qualche grano di pietra pomice calcinata e, servendosi di una pipetta, 5 ml di liscivia alcoolica di potassio. Collegare il pallone al refrigerante ad acqua e saponificare su un bagnomaria in ebollizione. Quando la soluzione è completamente limpida, continuare ancora a cuocere almeno per 5 minuti. Aggiungere quindi con una pipetta a bocca larga (punta tagliata) 1 ml di glicerina e continuare a far cuocere, senza refrigerante, sino a quando la maggior parte dell'alcole non sarà evaporata. Questo punto è raggiunto quando il sapone incomincia a fare molta schiuma. Mettere quindi il pallone coricato per 1 ora in una stufa a 100 °C per eliminare le ultime tracce di alcole.

b) Decomposizione dei saponi

Immediatamente dopo aver estratto il pallone dalla stufa, aggiungere, con una pipetta, 15,0 ml di soluzione satura di solfato di potassio, chiudere con un turacciolo di sughero e agitare vigorosamente sino a quando il sapone sarà diventato omogeneo. Alcuni grassi formano saponi piuttosto vischiosi, difficili da sciogliere nella soluzione di solfato di potassio. In questo caso, si raccomanda di mettere il pallone chiuso nella stufa per qualche istante e di agitare nuovamente.

Non appena si è formata una soluzione omogenea lasciar raffreddare alla temperatura del locale; collocare quindi il pallone per 10 minuti in un bagnomaria a 20 °C esatti. Aggiungere quindi nell'ordine, mescolando, 0,5 ml di acido solforico, 1 ml di soluzione di sapone di cocco e 0,1 g di terra di infusori purificata. Collocare nuovamente il pallone per circa 5 minuti nel bagnomaria a 20 °C. Agitare vigorosamente e filtrare su di un filtro di carta secco, pieghettato, di 10 cm di diametro, raccogliendo il filtrato in un tubo di Beckel di 12,5 ml sino a raggiungere la tacca. Se necessario, premere leggermente sul contenuto del filtro con la parte arrotondata di una provetta per ottenere la quantità di filtrato prescritta.

c) Distillazione

Travasare il filtrato in un pallone a fondo piano di 100 ml, sciacquare il tubo di Beckel con 5 ml di acqua distillata riscaldata da poco e raffreddata che si aggiungerà quindi al filtrato. Aggiungere nel pallone un poco di pietra pomice in polvere, collegare il pallone nell'apparecchio per distillazione (figura 1) e distillare in un tubo di Beckel di 11,0 ml (sino alla tacca).

Usare, come fonte di calore, un bagno d'olio a 175 °C il cui livello è circa 1 cm più alto di quello del contenuto del pallone. Secondo Grossfeld, la grandezza del tubo per distillazione non influisce sul risultato. Tuttavia, se ne ridurranno le dimensioni al minimo indispensabile in modo che la parete del tubo refrigerante trattenga la minore quantità possibile di liquido (lunghezza del manicotto: circa 18 cm).

d) Titolazione

Travasare il distillato in un matraccio Erlenmeyer di 50 ml, aggiungere 1 o 2 gocce di fenolftaleina e titolare con la liscivia di soda 0,01 N sino a quando il distillato non ha assunto una colorazione decisamente rosa. Sciacquare tre volte il tubo di Beckel con la soluzione contenuta nell'Erlenmeyer. Nella maggior parte dei casi la soluzione si decolora. Continuare a titolare sino all'apparizione di una colorazione rosa pallido che dovrà tuttavia persistere per 30 secondi.

e) Calcoli

L'indice butirrico semi-micro si calcola secondo la seguente formula:

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

Nota:

a = ml NaOH 0,01 N usati per la titolazione;

b = ml NaOH 0,01 N usati per la prova in bianco;

E = mg di grasso usato per la determinazione.

FIGURA 1

Apparecchio per distillazione usato per la determinazione dell'indice butirrico semi-micro e dell'indice totale semi-micro

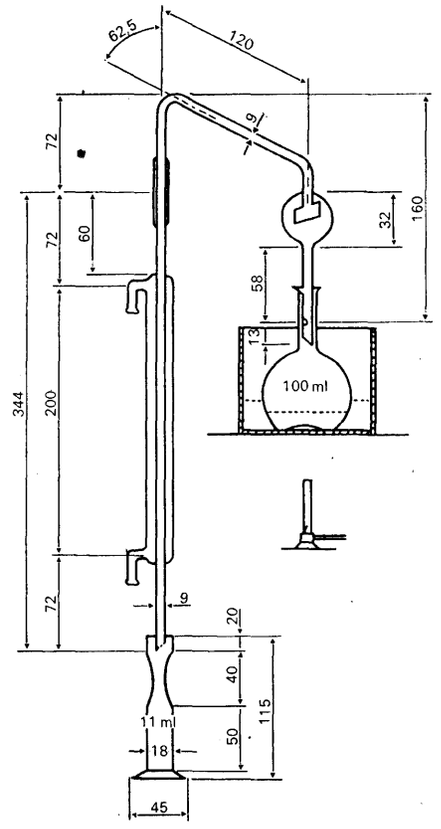
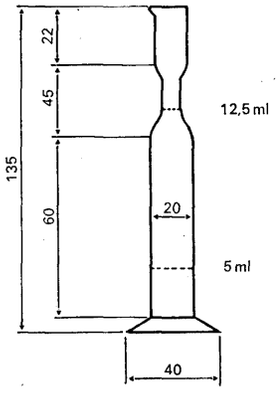


FIGURA 2

Tubo di Beckel



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

1. *Definizione*

L'indice totale degli acidi grassi inferiori indica il numero di ml di liscivia di alcali 0,1 N necessari alla neutralizzazione di tutti gli acidi grassi a scarso peso molecolare contenuti in 5 g di grasso; il grasso è stato saponificato e gli acidi grassi inferiori sono stati separati dagli acidi grassi superiori mediante una soluzione di solfato di magnesio e in presenza di un mezzo molto diluito.

2. *Reattivi*

a) Soluzione alcoolica di idrato di potassio

Identica a quella usata per l'indice butirrico (mescolare 40 ml di liscivia di potassio — d = 1,5; 49 % in peso KOH — e 40 ml di acqua distillata; portare quindi a 1 litro con alcool al 95 % in volume).

b) Glicerina $C_3H_5(OH)_3$

Farmaceuticamente pura (d = 1,23; 88 % in peso).

c) Soluzione di solfato di magnesio

15 g $MgSO_4$ + 7 H_2O per ogni litro.

d) Soluzione alcoolica di fenolftaleina

Alcool al 90 % in volume contenente 0,2 g di fenolftaleina per ogni litro.

e) Idrato di sodio NaOH 0,01 N

f) Acido fosforico H_3PO_4

(d = 1,146; 25 % in peso).

3. *Esecuzione*

a) Saponificazione

Pesare su di una bilancia analitica 500-550 mg di grasso da analizzare in un pallone a fondo piano di 100 ml. Eseguire nello stesso modo una prova in bianco, usando però 2 o 3 gocce di burro di cacao. (Introdurre il grasso liquido nel pallone mediante una pipetta). Aggiungere, con una pipetta, 5 ml di una soluzione alcoolica di idrato di potassio e alcuni grani di pietra pomice; collegare il pallone al refrigerante ad acqua. Saponificare su bagnomaria in ebollizione. Quando la soluzione è completamente limpida, continuare a cuocere almeno per 5 minuti. Aggiungere mediante una pipetta a bocca larga (punta tagliata) 1 ml di glicerina e lasciar cuocere, senza refrigerante, sino a quando la maggior parte dell'alcool non si sarà evaporata. Questo punto è raggiunto quando il sapone incomincia a fare molta schiuma. Mettere il pallone coricato per 1 ora in una stufa a 100 °C per eliminare le ultime tracce di alcool.

b) Decomposizione dei saponi

Immediatamente dopo aver estratto il pallone dalla stufa, aggiungere, con una pipetta, 50,0 ml di acqua distillata, bollita da poco, agitando senza interruzione in modo da sciogliere il sapone. Aggiungere infine, sempre agitando, 25,0 ml di soluzione di solfato di magnesio, tappare il pallone e lasciar riposare per circa 13 ore (una notte) alla temperatura del locale. Filtrare quindi su un filtro di carta secco, pieghettato, di 15 cm di diametro raccogliendo il filtrato in un cilindro graduato di 100 ml. Se il volume del filtrato è inferiore a 50 ml, premere leggermente sul contenuto del filtro con la parte arrotondata di una provetta per ottenere la quantità del filtrato necessaria.

c) Distillazione

Servendosi di una pipetta travasare in un altro pallone a fondo piano di 100 ml (oppure in un matraccio di Erlenmeyer) 50 ml esatti di filtrato. Aggiungere una

punta di coltello (circa 0,1 g) di pietra pomice in polvere e 1 ml di acido fosforico. Con l'apparecchio per distillazione semi-micro (figura 1) distillare 40,0 ml esatti in un cilindro graduato di 50 ml NP 20/4. Usare come fonte di calore un bagno d'olio a 175 °C il cui livello è circa 1 cm più alto di quello del contenuto del pallone.

d) Titolazione

Travasare il distillato in un matraccio Erlenmeyer di 100 ml. Sciacquare il tubo del refrigerante ad acqua con 10,0 ml della soluzione alcoolica di fenolftaleina che è stata raccolta in un cilindro graduato. Dopo aver lasciato ben scolare il tubo del refrigerante versare con prudenza l'alcool nell'Erlenmeyer contenente il distillato. L'alcool aggiunto forma lo strato superiore del liquido e scioglie completamente gli acidi grassi non solubili nell'acqua, che galleggiano in forma di gocce alla superficie del liquido acquoso. Agitare con prudenza e titolare con l'idrato di sodio 0,01 N sino a quando il liquido non ha assunto una colorazione decisamente rosa. Verso la fine della titolazione, aggiungere due gocce per volta di idrato di sodio. Sciacquare quindi tre volte il cilindro graduato con la soluzione contenuta nell'Erlenmeyer, operazione che normalmente dovrebbe decolorare la soluzione. Continuare quindi a titolare con prudenza sino all'apparizione di una colorazione rosa pallido che dovrà comunque persistere per almeno 30 secondi.

e) Calcoli

L'indice totale semi-micro si calcola secondo la seguente formula:

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

Nota:

a = ml NaOH 0,01 N usati per la titolazione;

b = ml NaOH 0,01 N usati per la prova in bianco;

E = mg di grasso usato per la determinazione.

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

1. *Definizione*

L'indice restante è la differenza tra l'indice totale degli acidi grassi inferiori e l'indice butirrico.

IRsm = ITsm — IBsm

Come gli indici totale e butirrico, l'indice restante è proporzionale al contenuto del grasso in determinati acidi grassi, in particolare nell'acido caprilico e nell'acido caprinico. L'indice restante, insieme con l'indice butirrico, è pertanto particolarmente adatto alla determinazione della cocose in presenza di grasso di latte.

IV. **Calcoli**

Basandosi sui precedenti indici semi-micro, si può calcolare il contenuto di grasso di latte e il contenuto di grasso di cocco a partire dalle seguenti due formule:

% di grasso di latte nel grasso totale = 5,09 · IBsm — 0,12 · IRsm

% del grasso di cocco nel grasso totale = 2,76 · IRsm — 2,07 · IBsm

Osservazione:

L'aggiunta della noce di cocco può essere considerata certa soltanto se il rapporto IRsm / IBsm è uguale o superiore a 1,2.