I

(Besluiten waarvan de publikatie voorwaarde is voor de toepassing)

VERORDENING (EEG) Nr. 924/74 VAN DE COMMISSIE

van 10 april 1974

tot wijziging van Verordening (EEG) nr. 1061/69 van 6 juni 1969 houdende vaststelling van de methodes inzake analyse ter uitvoering van Verordening (EEG) nr. 1059/69

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op Verordening (EEG) nr. 97/69 van de Raad van 16 januari 1969 betreffende de maatregelen die moeten worden getroffen voor de uniforme toepassing van de nomenclatuur van het gemeenschappelijk douanetarief (1), laatstelijk gewijzigd bij de Akte (2) die is toegevoegd aan het Verdrag betreffende de toetreding van nieuwe Lid-Staten tot de Europese Economische Gemeenschap en de Europese Gemeenschap voor Atoomenergie, ondertekend te Brussel op 22 januari 1972, en met name op artikel 3,

Overwegende dat voor een gelijke behandeling bij invoer in de Gemeenschap van goederen, vallende onder Verordening (EEG) nr. 1059/69 van de Raad van 28 mei 1969 tot vaststelling van de handelsregeling die van toepassing is op bepaalde goederen, verkregen door verwerking van landbouwprodukten (3), laatstelijk gewijzigd door Verordening (EEG) nr. 1491/73 (4), Verordening (EEG) nr. 1061/69 van de Commissie van 6 juni 1969 (5) de analysemethoden en andere technische bepalingen heeft vastgesteld welke noodzakelijk zijn voor de identificatie of voor de bepaling van de samenstelling van sommige daarvan;

Overwegende dat de bij laatstgenoemde verordening voorgeschreven analysemethode voor de bepaling van het melkvetgehalte niet precies genoeg is gebleken voor goederen welke niet alleen melkvet maar ook bepaalde andere vetstoffen bevatten;

Overwegende dat er praktische redenen zijn om bovenbedoelde analyse te handhaven, maar dat er ook een methode moet worden gekozen die in bovengenoemd geval bevredigende resultaten geeft;

Overwegende dat volgens artikel 4, lid 2 van Verordening (EEG) nr. 1059/69 de analysemethoden en de andere technische bepalingen waarover het hier gaat, moeten worden vastgesteld volgens de procedure van artikel 3, leden 2 en 3 van Verordening (EEG) nr. 97/69;

Overwegende dat de in deze verordening vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Comité Nomenclatuur van het gemeenschappelijk douanetarief,

HEEFT DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD:

Artikel 1

Verordening (EEG) nr. 1061/69 wordt als volgt gewijzigd:

a) Artikel 3 wordt als volgt gewijzigd:

„Het gehalte aan van melk afkomstige vetstoffen in een produkt wordt bepaald hetzij volgens de in bijlage III, hoofdstuk 1 omschreven methode, hetzij, indien zulks nodig blijkt, volgens de in hoofdstuk 2 van bijlage III omschreven methode."

b) in bijlage III wordt na de titel tussengevoegd: „Hoofdstuk 1".

c) bijlage III wordt aangevuld met een hoofdstuk 2, als vermeld in de bijlage bij deze verordening.

Artikel 2

Deze verordening treedt in werking op 1 mei 1974.

(1) PB nr. L 14 van 21. 1. 1969, blz. 1.
(2) PB nr. L 73 van 27. 3. 1972, blz. 14.
(3) PB nr. L 141 van 12. 6. 1969, blz. 1.
(4) PB nr. L 151 van 7. 6. 1973, blz. 9.
(5) PB nr. L 141 van 12. 6. 1969, blz. 24.

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en rechtstreeks toepasselijk in elke Lid-Staat.

Gedaan te Brussel, 10 april 1974.

Voor de Commissie

De Voorzitter

François-Xavier ORTOLI

BIJLAGE

HOOFDSTUK 2

BEPALING VAN SEMI-MICRO GETALLEN

Analytische methode blz. 8 i — 1960 van het Bureau International du Cacao et du Chocolat

I. **Semi-micro boterzuurgetal (SMB):**

1. *Definitie:*

Het boterzuurgetal duidt het aantal ml alkaliloog 0,1 N aan die nodig zijn voor neutralisatie van de door verzeping van 5 g vet afgezonderde oplosbare en vluchtige vetzuren, waarbij die zuren oplosbaar zijn in een zwavelzuur-oplossing, een verzadigde kaliumsulfaatoplossing en een caprylzuuroplossing.

2. *Reagentia:*

a) Alcoholische kaliumhydroxyde-oplossing

40 ml kaliloog (dichtheid = 1,5; 49 gewichtsprocenten KOH) mengen met 40 ml gedestilleerd water en met alcohol van 95 volumeprocenten verdunnen tot 1 liter. Het alcoholgehalte van het uiteindelijk verkregen reagens mag de 90 volumeprocenten niet te boven gaan. Dit zal worden gecontroleerd door titratie waarbij gebruik wordt gemaakt van fenolftaleïne als indicator: voor 5 ml reagens moeten 25 tot 27 ml chloorwaterstof 0,1 N nodig zijn. Indien de loog te zwak is, moet de nodige hoeveelheid kaliloog (dichtheid = 1,5) worden toegevoegd.

b) Glycerol $C_3H_5(OH)_3$

Farmaceutisch zuiver (dichtheid = 1,23; 88 gewichtsprocenten).

c) Zwavelzuur 25 volumeprocenten H_2SO_4

1 volumedeel geconcentreerd zwavelzuur (dichtheid = 1,84) + 3 volumedelen gedestilleerd water.

d) Kaliumsulfaat-oplossing K_2SO_4

Verzadigde waterige kaliumsulfaat-oplossing bij 20 °C (dichtheid = 1,08; 10 gewichtsprocenten).

e) Kokoszeep-oplossing

Op een vrije vlam in een kolf van 1 liter 50 g zuiver (geraffineerd maar niet gehard, smeltpunt 24-26 °C) kokosvet verzepen met 50 g glycerol, 15 g KOH en 20 ml water. Na afkoeling tot beneden de 100 °C voorzichtig verdunnen tot 500 ml.

f) Natriumhydroxyde NaOH 0,01 N

De liter ervan moet idere dag worden gecontroleerd (indicator: fenolftaleïne).

g) Indicator

In een maatkolf van 100 ml 1 g fenolftaleïne brengen en tot de merkstreep aanvullen met ethylalcohol van 95 volumeprocenten.

3. *Uitvoering:*

a) Verzeping

Op een laboratoriumbalans 500-520 mg vet afwegen in een kolf met vlakke bodem van 50 ml. Op dezelfde wijze maar met 500 mg cacaoboter een blancoproef verrichten. Het — gesmolten — vet wordt in de kolf gepipetteerd (de aangeduide hoeveelheid vertegenwoordigt ongeveer 20 druppels). Vervolgens enkele gecalcineerde puimsteenkorrels toevoegen en 5 ml alkolisch kaliloog in de kolf pipetteren. De kolf verbinden met de waterkoeler en op een kokend waterbad verzepen. Wanneer de oplossing volledig helder is, nog gedurende ten minste 5 minuten aan de kook laten. Daarna met behulp van een pipet met grote uitstroomopening (afgesneden punt) 1 ml glycerol toevoegen en aan de kook laten — zonder koeler — totdat het grootste deel van de alcohol verdamt is: Dit is het geval wanneer de zeep sterk begint te schuimen. De kolf vervolgens een uur in een droogstoof laten liggen bij 100 °C, ten einde de laatste alcoholresten te verwijderen.

b) Ontleding van de zepen

Zodra de kolf uit de droogstoof is genomen er 15,0 ml verzadigde kaliumsulfaat-oplossing in pipetteren, de kolf met een kurken stop afsluiten en krachtig schudden tot de zeep homogeen is. Sommige vetten vormen zepen, die tamelijk viskeus en moeilijk oplosbaar in de kaliumsulfaat-oplossing zijn. In dergelijk geval verdient het aanbeveling de gesloten kolf enkele ogenblikken weer in de droogstoof te plaatsen en opnieuw te schudden.

Zodra zich een homogene oplossing heeft gevormd, moet men deze bij kamertemperatuur laten afkoelen en de kolf vervolgens op een waterbad met een temperatuur van precies 20 °C plaatsen gedurende 10 minuten. Vervolgens onder roeren achtereenvolgens 0,5 ml zwavelzuur, 1 ml kokoszeep-oplossing en 0,1 g gezuiverd kiezelgoer toevoegen. De kolf weer op het waterbad met een temperatuur van 20 °C plaatsen en er ongeveer 5 minuten op laten. Krachtig schudden en filtreren door een droog vouwfilter met een diameter van 10 cm, waarbij het filtraat wordt opgevangen in een buis van Beckel van 12,5 ml totdat de merkstreep is bereikt. Zo nodig de inhoud van het filter enigzins samendrukken met het afgeronde deel van een reageerbuisje, ten einde de voorgeschreven hoeveelheid filtraat te verkrijgen.

c) Destillatie

Het filtraat overbrengen in een kolf met vlakke bodem van 100 ml, de buis van Beckel uitspoelen met 5 ml kort tevoren gekookt en afgekoeld gedestilleerd water dat daarna aan het filtraat wordt toegevoegd. Een weinig puimsteenpoeder aan de inhoud van de kolf toevoegen, deze verbinden met het destilleerapparaat (fig. 1) en destilleren in een buis van Beckel van 11,0 ml (tot aan de merkstreep).

Als warmtebron een oliebad met een temperatuur van 175 °C nemen, waarvan het peil ongeveer 1 cm hoger ligt dan dat van de inhoud van de kolf. Volgens Grossfeld oefent de grootte van het destilleerapparaat niet de minste invloed uit op het resultaat. Men moet de afmetingen ervan evenwel tot een minimum beperken zodat de hoeveelheid vloeistof die op de wanden van de koelerbuis achterblijft zo klein mogelijk is (lengte van de mof ongeveer 18 cm).

d) Titratie

Het destillaat overbrengen in een erlenmeyer van 50 ml, er 1-2 druppels fenolftaleïne aan toevoegen en met natronloog 0,01 N titreren tot een duidelijk roze kleur. De buis van Beckel driemaal met de oplossing die zich in de erlenmeyer bevindt uitspoelen. In de meeste gevallen zal deze oplossing een blekere kleur aannemen. Dan verder voorzichtig titreren tot een zwak roze kleur die evenwel 30 seconden moet blijven bestaan.

e) Berekening

Het semi-micro boterzuurgetal wordt berekend aan de hand van de volgende formule

$$\text{Semi-micro boterzuurgetal} = \frac{(a - b) \cdot 1{,}4 \cdot 500}{E}$$

Hierin is

a = het aantal ml NaOH 0,01 N dat bij de titratie werd verbruikt

b = het aantal ml NaOH 0,01 N dat bij de blancoproef werd verbruikt

E = het aantal mg vet dat bij de bepaling werd verbruikt.

FIG. 1

Destilleerapparaat voor de bepaling van het semi-micro boterzuurgetal en het semi-micro totaal getal

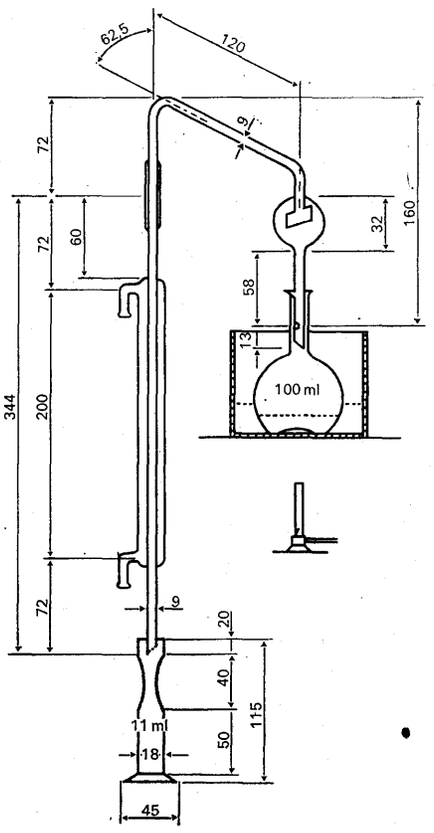
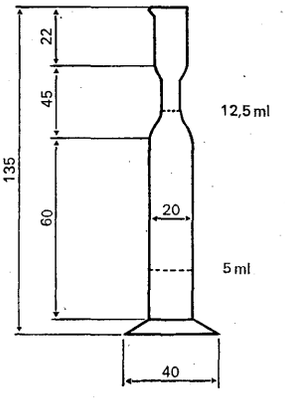


FIG. 2

Buis van Beckel



II. **Semi-micro totaal getal:**

1. *Definitie:*

Het totaal getal van de lagere vetzuren duidt het aantal ml alkaliloog 0,1 N aan die nodig zijn voor neutralisatie van alle vetzuren met een laag molecuulgewicht die aanwezig zijn in 5 g vet, waarbij dit laatste werd verzeept en de lagere vetzuren van de hogere werden gescheiden door middel van een magnesiumsulfaat-oplossing in aanwezigheid van een zeer verdund milieu.

2. *Reagentia:*

a) Alcoholische kaliumhydroxyde-oplossing, identiek met die waarvan gebruik werd gemaakt voor de bepaling van het boterzuurgetal (40 ml kaliloog — dichtheid = 1,5; 49 gewichtsprocenten KOH — mengen met 40 ml gedestilleerd water en met alcohol van 95 volumeprocenten verdunnen tot 1 liter).

b) Glycerol $C_3H_5(OH)_3$

Farmaceutisch zuiver (dichtheid = 1,23; 88 gewichtsprocenten)

c) Magnesiumsulfaatoplossing

15 g $MgSO_4$ + 7 H_2O per liter

d) Alcoholische fenolftaleïne-oplossing

Alcohol van 90 volumeprocenten die 0,2 g fenolftaleïne per liter bevat.

e) Natriumhydroxyde NaOH 0,01 N

f) Fosforzuur H_3PO_4

(dichtheid = 1,146; 25 gewichtsprocenten)

3. *Uitvoering:*

a) Verzeping

Op een laboratoriumbalans 500-550 mg te analyseren vet afwegen in een kolf met vlakke bodem van 100 ml. Op dezelfde wijze maar met 2-3 druppels cacaoboter een blancoproef verrichten. (Het vloeibare vet in de kolf pipetteren). Daarna 5 ml alcoholische kalium-hydroxyde-oplossing in de kolf pipetteren en enkele puimsteenkorrels toevoegen en de kolf met de waterkoeler verbinden. Verzepen op een kokend waterbad. Wanneer de oplossing volledig helder is, nog ten minste 5 minuten aan de kook laten. Met behulp van een pipet met grote uitstroomopening (afgesneden punt) 1 ml glycerol toevoegen en aan de kook laten — zonder koeler — totdat het grootste deel van de alcohol verdamt is. Dit is het geval wanneer de zeep sterk begint te schuimen. De kolf vervolgens een uur in een droogstoof laten liggen bij 100 °C, ten einde de laatste alcoholresten te verwijderen.

b) Ontleding van de zepen

Zodra de kolf uit de droogstoof is genomen er 50,0 ml kort tevoren gekookt gedestilleerd water in pipetteren onder voortdurend roeren ten einde de zeep op te lossen. Ten slotte, steeds onder roeren, 25,0 ml magnesiumsulfaat-oplossing toevoegen, de kolf afsluiten en ongeveer 13 uren (een nacht) bij kamertemperatuur laten staan. Vervolgens filtreren door een droog vouwfilter met een diameter van 15 cm, waarbij het filtraat wordt opgevangen in een maatcilinder van 100 ml. Indien het volume van het filtraat minder dan 50 ml bedraagt, de inhoud van het filter enigszins samendrukken met het afgeronde deel van een reageerbuisje, ten einde de voorgeschreven hoeveelheid filtraat te verkrijgen.

c) Destillatie

Precies 50 ml filtraat overbrengen in een nieuwe kolf met vlakke bodem van 100 ml (of erlenmeyer). Een mespunt (ongeveer 0,1 g) puimsteenpoeder, alsmede 1 ml fosfor-

zuur toevoegen. Met behulp van het semi-micro destilleerapparaat (fig. 1) precies 40,0 ml destilleren in een maatcilinder van 50 ml NP 20/4. Als warmtebron een oliebad met een temperatuur van 175 °C nemen, waarvan het peil ongeveer 1 cm hoger ligt dan dat van de inhoud van de kolf.

d) Titratie

Het destillaat overbrengen in een erlenmeyer van 100 ml. De waterkoeler uitspoelen met 10,0 ml van de alcoholische fenolftaleïne-oplossing, die in de maatcilinder wordt opgevangen. De koeler goed laten uitdruipen en daarna de alcohol voorzichtig brengen in de erlenmeyer die het destillaat bevat. De alcohol die werd toegevoegd vormt de bovenlaag van de vloeistof en lost de in water niet-oplosbare vetzuren die bovendrijven als druppels aan de oppervlakte van de waterige vloeistof volledig op. Voorzichtig roeren en met natriumhydroxyde 0,01 N titreren een duidelijk roze kleur. Naar het eind van de titratie toe natriumhydroxyde toevoegen met twee druppels tegelijk. Vervolgens de maatcilinder driemaal uitspoelen met de oplossing die zich in de erlenmeyer bevindt; normaal zal de oplossing hierdoor een blekere kleur aannemen. Dan verder voorzichtig titreren tot een zwak roze kleur, die evenwel 30 seconden moet blijven bestaan.

e) Berekening

Het semi-micro totaal getal wordt berekend aan de hand van de volgende formule:

$$\text{Semi-micro totaal getal} = \frac{(a - b) \cdot 1{,}52 \cdot 500}{E}$$

Hierin is

a = het aantal ml NaOH 0,01 N dat bij de titratie werd verbruikt

b = het aantal ml NaOH 0,01 N dat bij de blancoproef werd verbruikt

E = het aantal mg vet dat bij de bepaling werd verbruikt.

III. Semi-micro resterend getal

1. *Definitie:*

Het resterend geval is het verschil tussen het totaal getal der lagere vetzuren en het boterzuurgetal.

Semi-micro resterend getal = semi-micro totaal getal — semi-micro boterzuurgetal.

Zoals het totaal getal en het boterzuurgetal is het resterend getal evenredig aan het gehalte van het vet aan bepaalde vetzuren, inzonderheid caprylzuur en caprinezuur. Hierdoor leent het resterend getal zich in verbinding met het boterzuurgetal bijzonder goed voor de bepaling van kokos in aanwezigheid van melkvet.

IV. Berekening

Uitgaande van de voorafgaande semi-micro getallen kan het gehalte aan melkvet en het gehalte aan kokosvet worden berekend aan de hand van de volgende twee formules:

% melkvet in het totaal vet

= 5,09 · semi-micro boterzuurgetal — 0,12 · semi-micro resterendgetal

% kokosvet in het totaal vet

= 2,76 · semi-micro resterend getal — 2,07 · semi-micro boterzuurgetal.

Opmerking

Toevoeging van kokos mag slechts als zeker worden beschouwd als de verhouding semi-micro resterend getal/semi-micro boterzuurgetal gelijk is aan of meer bedraagt dan 1,2.