I

(Retsakter hvis offentliggørelse er obligatorisk)

KOMMISSIONENS FORORDNING (EØF) Nr. 924/74

af 10. april 1974

om ændring af forordning (EØF) nr. 1061/69 af 6. juni 1969 om fastsættelse af analysemetoder ved anvendelse af forordning (EØF) nr. 1059/69

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det europæiske økonomiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets forordning (EØF) nr. 97/69 af 16. januar 1969 om de nødvendige foranstaltninger for ensartet anvendelse af den fælles toldtarifs nomenklatur [1] ændret ved akten, som er knyttet til traktaten om nye medlemsstaters tiltrædelse af Det europæiske økonomiske Fællesskab og af Det europæiske Atomenergifællesskab [2], underskrevet i Bruxelles den 22. januar 1972, særlig artikel 3, og

ud fra følgende betragtninger:

For at sikre ensartet behandling ved indførsel til Fællesskabet af varer, for hvilke Rådets forordning (EØF) nr. 1059/69 af 28. maj 1969 om fastsættelse af en handelsordning for visse af landbrugsprodukter fremstillede varer [3], senest ændret ved Rådets forordning (EØF) nr. 1491/73 [4], finder anvendelse, har Kommissionens forordning (EØF) nr. 1061/69 af 6. juni 1969 [5] fastsat analysemetoder og andre tekniske forskrifter, der skal anvendes til deres identifikation eller til bestemmelse af deres sammensætning;

analysemetoden, som er fastlagt i ovennævnte forordning for bestemmelsen af indholdet af mælkefedt, har vist sig at være utilstrækkelig nøjagtig for varer, som indeholder ikke blot mælkefedt, men også visse andre fedtstoffer;

af praktiske grunde er det nødvendigt at bibeholde ovennævnte analysemetode, og samtidig at indføre en metode, som er tilfredsstillende i de nævnte tilfælde;

analysemetoder og andre tekniske forskrifter skal i henhold til artikel 4, stk. 2 i forordning (EØF) nr. 1059/69 udstedes i overensstemmelse med proceduren, som er fastlagt i artikel 3, stk. 2 og 3, i forordning (EØF) nr. 97/69;

de i denne forordning fastsatte forholdsregler er i overensstemmelse med udtalelse fra Nomenklaturudvalget for den fælles toldtarif —

UDSTEDT FØLGENDE FORORDNING:

Artikel 1

Forordning (EØF) nr. 1061/69 ændres som følger:

a) Artikel 3 ændres som følger:

»Indholdet af mælkefedt i vægtprocent i en vare skal bestemmes enten efter den i bilag III, kapitel 1 beskrevne metode, eller hvis det skønnes nødvendigt, efter den i bilag III, kapitel 2 beskrevne metode«.

b) I bilag III indsættes før titlen: »kapitel 1«.

c) Bilag III suppleres med kapitel 2 bilagt denne forordning.

Artikel 2

Denne forordning træder i kraft den 1. maj 1974.

---

(1) EFT nr. L 14 af 21. 1. 1969, s. 1.
(2) EFT nr. L 73 af 27. 3. 1970, s. 14.
(3) EFT nr. 141 af 12. 6. 1969, s. 1.
(4) EFT nr. 151 af 7. 6. 1973, s. 1.
(5) EFT nr. L 141 af 12. 6. 1969, s. 24.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i Bruxelles, den 10. april 1974.

På Kommissionens vegne

François-Xavier ORTOLI

Formand

BILAG

KAPITEL 2

BESTEMMELSE AF SEMI-MIKRO TAL

Analysemetode blad 8 i — 1960 des Office International du Cacao et du Chocolat

I. Semi-mikro smørsyretal (smS)

1. *Definition:*

Smørsyretallet angiver det antal ml 0,1 n kalilud, som er nødvendigt for at neutralisere de flygtige fedtsyrer, der findes i 5 g fedt. Disse fedtsyrer isoleres ved forsæbning af fedtet og er opløselige i en svovlsyreopløsning, mættet med kaliumsulfat og caprylsyre.

2. *Reagenser:*

a) Kaliumhydroxidopløsning i alkohol

40 ml kalilud (mf. = 1,5; 49 vægtprocent KOH) blandes med 40 ml destilleret vand og der fyldes op til 1 liter med 95 % alkohol (efter rumfang). Alkoholprocenten i den færdige opløsning bør ikke overstige 90 % (efter rumfang). Normaliteten kontrolleres ved titrering med fenolfthalein som indikator: 5 ml af opløsningen skal forbruge 25-27 ml 0,1 n saltsyre. Hvis luden er for svag, tilsættes en passende mængde kalilud (mf. = 1,5).

b) Glycerin $C_3H_5(OH)_3$

Farmaceutisk ren (mf. = 1,23; 88 % efter vægt).

c) Svovlsyre, 25 rumfangsprocent H_2SO_4

1 rumfang koncentreret svovlsyre (mf. = 1,84) til 3 rumfang destilleret vand.

d) Kaliumsulfatopløsning, K_2SO_4

Vandig opløsning, mættet med kaliumsulfat ved 20 °C (mf. = 1,08; 10 % efter vægt).

e) Kokossæbeopløsning

50 g rent kokosfedt (raffineret, men ikke hærdet, smp. 24-26 °C) forsæbes med 50 g glycerin, 15 g KOH og 20 ml vand i en 1 liter kolbe over en frit brændende flamme. Efter afkøling til under 100 °C fortyndes forsigtigt til 500 ml.

f) Natriumhydroxid, 0,1 n NaOH

Styrken kontrolleres dagligt (indikator: fenolfthalein).

g) Indikator

1 g fenolfthalein hældes i en 100 ml målekolbe, og der fyldes op til mærke med æthylalkohol (95 % efter rumfang).

3. *Fremgangsmåde:*

a) Forsæbning

På en analysevægt afvejes 500-520 mg fedt i en fladbundet kolbe på 50 ml. En tilsvarende blindprøve udføres med 500 mg kakaosmør. Det smeltede fedt hældes i kolben ved hjælp af en pipette (den angivne mængde svarer til ca. 20 dråber). Derpå tilsættes nogle udglødede pimpstenskorn og med en pipette 5 ml kaliludopløsning i alkohol. Kolben forbindes med en svaler, og forsæbningen gennemføres over et kogende vandbad. Når opløsningen er fuldstændig klar, holdes den kogende i endnu 3-5 minutter. Derpå tilsættes ved hjælp af en pipette med stor åbning (afskåret spids) 1 ml glycerin, og kogningen fortsættes uden svaler, indtil størsteparten af alkoholen er fordampet. Dette punkt er nået, når sæben begynder at skumme kraftigt. Til slut anbringes kolben i liggende stilling i et varmeskab ved 100 °C i en time for at fjerne de sidste alkoholrester.

b) Nedbrydning af sæben

Såsnart kolben er taget ud af varmeskabet, tilsættes med en pipette 15,0 ml mættet kaliumsulfat-opløsning, hvorefter kolben lukkes med en korkprop og rystes kraftigt, indtil sæben er homogeniseret. Visse fedtstoffer danner temmeligt sejtflydende sæber, som vanskeligt lader sig opløse i kaliumsulfatopløsningen. I sådanne tilfælde anbefales det at sætte den tilproppede kolbe tilbage i varmeskabet en kort tid og derpå omryste pâny.

Så snart, der er dannet en homogen opløsning, afkøles til stuetemperatur, hvorefter kolben anbringes i 10 minutter i et vandbad på nøjagtigt 20 °C. Derpå tilsættes i rækkefølge og under fortsat omrystning 0,5 ml svovlsyre, 1 ml kokossæbeopløsning og 0,1 g rent kieselgur, hvorefter kolben pâny anbringes i vandbad på 20 °C i ca. 5 minutter. Til slut rystes kolben kraftigt, og indholdet filtreres på et tørt, foldet filter på 10 cm diameter med opsamling af filtratet i et 12,5 ml Beckel-rør, indtil mærket er nået. Om nødvendigt trykkes indholdet af filteret let sammen med den runde ende af et reagensglas for at opnå den foreskrevne filtratmængde.

c) Destillation

Filtratet overføres til en fladbundet kolbe på 100 ml, og Beckel-røret skylles med 5 ml friskkogt og afkølet destilleret vand, som derpå hældes sammen med filtratet. Der tilsættes en smule pimpstenspulver til kolben, som tilsluttes destillationsapparatet (fig. 1), hvorefter der destilleres 11,0 ml over i et Beckel-rør (til mærke). Som varmekilde benyttes et oliebad på 175 °C, hvis overflade befinder sig lidt over 1 cm højere end kolbens indhold. I følge Grossfeld har destillationsapparatets størrelse ingen indflydelse på resultatet. Dog bør man anvende de mindst mulige dimensioner for at sikre, at mindst muligt væske bliver tilbage i kølerøret (kølekappens længde ca. 18 cm).

d) Titrering

Destillatet overføres til en 50 ml konisk kolbe, og der tilsættes 1-2 dråber fenolfthalein og titreres med 0,01 n natronlud indtil tydelig rødfarvning. Beckel-røret skylles tre gange med kolbens indhold, hvilket i de fleste tilfælde resulterer i en affarvning af opløsningen. Derpå fortsættes titreringen forsigtigt, indtil der fremkommer en blegrød farvning, som skal holde sig i 30 sekunder.

e) Beregninger

Semi-mikro smørsyretallet (smS) beregnes efter følgende formel:

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

hvor

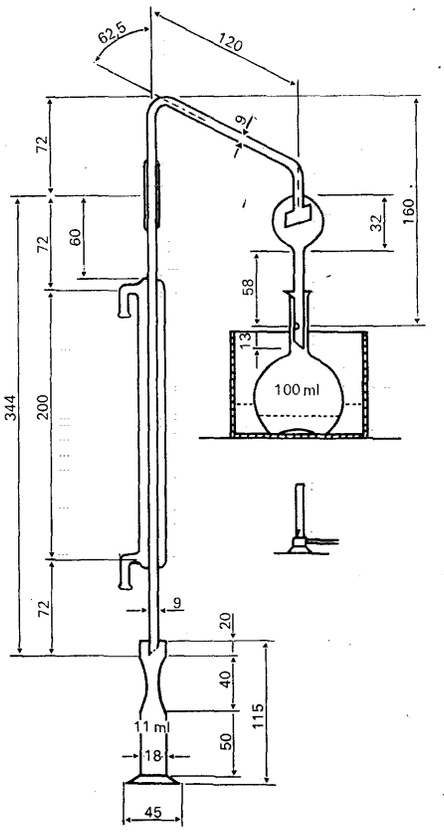
a = antal ml 0,01 n NaOH medgået til titrering,

b = antal ml 0,01 n NaOH medgået til blindprøve,

E = antal mg fedt anvendt ved bestemmelsen.

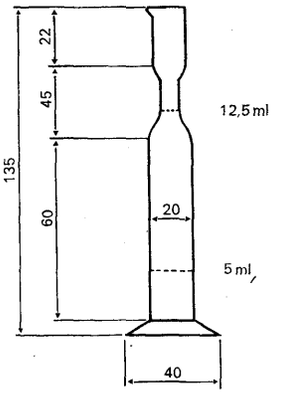
FIGUR 1

Destillationsapparat til bestemmelse af semi-mikro smørsyretal og semi-mikro totaltal



FIGUR 2

Beckel-rør



II. **Semi-mikro-totaltal (smT):**

1. *Definition:*

Totaltallet for de lavere fedtsyrer angiver det antal ml 0,1 n kalilud, der er nødvendigt for at neutralisere alle de lavmolekylære fedtsyrer, der findes i 5 g fedt. Fedtet forsæbes, og de lavere fedtsyrer adskilles fra de højere ved hjælp af en opløsning af magniumsulfat, som tilsættes den stærkt fortyndede fedtsyreopløsning.

2. *Reagenser:*

a) Kaliumhydroxidopløsning i alkohol, identisk med den, som benyttes til bestemmelse af smørsyretallet. (40 ml kalilud — mf. = 1,5; 49 vægtprocent KOH — blandes med 40 ml destilleret vand, og der fyldes op til 1 liter med 95 % volumenprocent alkohol).

b) Glycerin

Farmaceutisk ren (mf. = 1,23; 88 % efter vægt).

c) Magnesiumsulfatopløsning

15 g $MgSO_4$ + 7 H_2O pr. liter.

d) Fenolfthaleinopløsning i alkohol

Alkohol 90 % (efter rumfang), som indeholder 0,2 g fenolfthalein pr. liter.

e) Natriumhydroxid, 0,01 n NaOH.

f) Fosforsyre, H_3PO_4

(mf. = 1,146; 25 % efter vægt).

3. *Fremgangsmåde:*

a) Forsæbning

På en analysevægt afvejes 500-550 mg fedt i en fladbundet kolbe på 100 ml. En tilsvarende blindprøve udføres med 2-3 dråber kakaosmør. (Det flydende fedt tilsættes til kolben ved hjælp af en pipette). Der tilføres 5 ml kaliumhydroxidopløsning i alkohol ved hjælp af en pipette og ligeledes nogle pimpstenskorn, hvorefter kolben forbindes med en svaler, og forsæbningen finder sted over et kogende vandbad. Når opløsningen er helt klar, fortsættes kogningen i mindst 5 minutter, hvorefter der ved hjælp af en pipette med stor åbning (afskåret spids) tilsættes 1 ml glycerin, og kogningen fortsættes uden svaler, indtil størsteparten af alkoholen er fordampet. Dette punkt er nået, når sæben begynder at skumme kraftigt. Til slut anbringes kolben i liggende stilling i et varmeskab ved 100 °C i 1 time for at fjerne de sidste alkoholrester.

b) Nedbrydning af sæben

Så snart kolben er taget ud af varmeskabet, tilsættes med en pipette 50,0 ml friskkogt, destilleret vand under konstant omrystning for at opløse sæben. Til slut tilsættes under fortsat omrystning 25,0 ml magnesiumsulfatopløsning, hvorefter kolben tilproppes og henstår i ca. 13 timer (en nat) ved stuetemperatur. Derefter filtreres på et tørt foldet filter med 15 cm diameter, og filtratet opsamles i et 100 ml måleglas. Hvis filtratmængden er på under 50 ml, trykkes filterets indhold let sammen med den runde ende af et reagensglas for at opnå den nødvendige filtratmængde.

c) Destillation

Med pipette overføres nøjagtigt 50 ml filtrat til en ny fladbundet 100 ml kolbe (eller konisk kolbe). Der tilsættes en knivspids (ca. 0,1 g) pulveriseret pimpsten og 1 ml

fosforsyre. Med semi-mikro-destillationsapparater (fig. 1) destilleres nøjagtigt 40,0 ml over i en 50 ml NP 20/4 målecylinder. Som varmekilde benyttes et oliebad på 175 °C, hvis overflade befinder sig lidt over 1 cm højere end kolbens indhold.

d) Titrering

Destillatet overføres til en 100 ml konisk kolbe. Svaleren skylles med 10,0 ml fenolfthaleinopløsning i alkohol, som derefter hældes i målecylinderen. Efter at svaleren er dryppet godt af, hældes alkoholen forsigtigt over i den koniske kolbe med destillatet. Den tilsatte alkohol danner væskens øverste lag og opløser fuldstændigt de ikke-vandopløselige fedtsyrer, der som små dråber flyder på overfladen af den vandige opløsning. Der omrystes forsigtigt og titreres med 0,01 n natriumhydroxid til tydelig rødfarvning. Mod slutningen af titreringen tilsættes to dråber natriumhydroxid ad gangen. Derefter skylles målecylinderen tre gange med kolbens indhold, hvilket normalt vil affarve opløsningen. Titreringen fortsættes derpå forsigtigt, indtil der fremkommer en blegrød farvning, som dog skal holde sig i mindst 30 sekunder.

e) Beregninger

Semi-mikro-totaltallet (smT) beregnes efter følgende formel:

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

hvor

a = antal ml 0,01 n NaOH medgået til titrering,

b = antal ml 0,01 n NaOH medgået til blindprøve,

E = antal mg fedt anvendt ved bestemmelsen.

III. **Semi-mikro-resttal smR:**

1. *Definition:*

Resttallet er forskellen i mellem totaltallet for de lavere fedtsyrer og smørsyretallet.

smR = smT — smS

Ligesom totaltallet og smørsyretallet er resttallet proportionalt med fedtindholdet i visse fedtsyrer, især capryl- og caprinsyre. Derfor er resttallet i forbindelse med smørsyretallet specielt velegnet til bestemmelse af kokosfedt ved samtidig tilstedeværelse af smørfedt.

IV. **Beregninger:**

På grundlag af ovenstående semi-mikro-tal er det muligt at beregne indholdet af smørfedt og kokosfedt ud fra følgende to formler:

% smørfedt i den samlede fedtmængde = 5,09 smS — 0,12 smR,

% kokosfedt i den samlede fedtmængde = 2,76 smR — 2,07 smS.

Bemærkning:

Tilsætning af kokosfedt er først konstateret med sikkerhed, når forholdet smR/smS er lig med eller større end 1,2.