374R0924

24. 4. 74 Diario Oficial de las Comunidades Europeas N° L 111/1

REGLAMENTO (CEE) N° 924/74 DE LA COMISIÓN

de 10 de abril de 1974

por el que se modifica el Reglamento (CEE) n° 1061/69, de 6 de junio de 1969, por el que se definen los métodos de análisis para la aplicación del Reglamento (CEE) n° 1059/69

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento (CEE) n° 97/69 del Consejo, de 16 de enero de 1969, relativo a las medidas que se deben adoptar para la aplicación uniforme de la nomenclatura del arancel aduanero común (1), cuya última modificatión la constituye el Acta adjunta al Tratado de adhesión de los nuevos Estados miembros a la Comunidad Económica Europea y a la Comunidad Europea de la Energía Atómica (2), firmado en Bruselas el 22 de enero de 1972 y, en particular, su artículo 3,

Considerando, que para garantizar un tratamiento uniforme a la importación en la Comunidad de las mercancías a las que se aplica el Reglamento (CEE) n° 1059/69 del Consejo, de 28 de mayo de 1969, por el que determina el régimen de intercambios aplicable a ciertas mercancías resultantes de la transformación de productos agrícolas (3), cuya modificación la constituye el Reglamento (CEE) n° 1491/73 del Consejo (4), el Reglamento (CEE) n° 1061/69 de la Comisión, de 6 de junio de 1969 (5), ha definido los métodos de análisis más disposiciones de carácter técnico necesarias para la identificación o para la determinación de la composición de algunas de ellas;

Considerando que el método de análisis previsto en este último Reglamento para determinar el contenido de materias grasas procedentes de la leche no ha resultado suficientemente preciso en el caso de mercancías que contienen no sólo materias grasas procedentes de la leche sino tambien de otras materias grasas;

Considerando que procede mantener el método de análisis antedicho completándolo con un método que resulte satisfactorio en el caso antes mencionado;

Considerando que, de acuerdo con el apartado 2 del artículo 4 del Reglamento (CEE) n° 1059/69, los métodos de análisis y demás disposiciones de carácter técnico de que se trata deberán adoptarse según el procedimiento previsto en los apartados 2 y 3 del artículo 3 del Reglamento (CEE) n° 97/69;

Considerando que las disposiciones del presente Reglamento concuerdan con el dictamen del Comité de la nomenclatura del arancel aduanero común,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

El Reglamento (CEE) n° 1061/69 quedará modificado como sigue:

a) el artículo 3 se modificará como sigue:

«El contenido en peso de materias grasas procedentes de la leche de una mercancía se determinará por el método definido en el Capítulo 1 del Anexo III, o bien, si se estima necesario, por el método definido en el Capítulo 2 del Anexo III»;

b) en el Anexo III, se intercalará después del título: «Capítulo 1»;

c) el Anexo III se completará con el Capítulo 2 que figura como Anexo del presente Reglamento.

Artículo 2

El presente Reglamento entratá en vigor el 1 de mayo de 1974.

(1) DO n° L 14 de 21. 1. 1969, p. 1.
(2) DO n° L 73 de 27. 3. 1972, p. 14.
(3) DO n° L 141 de 12. 6. 1969, p. 1.
(4) DO n° L 151 de 7. 6. 1973, p. 1.
(5) DO n° L 141 de 12. 6. 1969, p. 24.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 10 de abril de 1974.

Por la Comisión
El Presidente
François-Xavier ORTOLI

ANEXO

CAPÍTULO 2

DETERMINACIÓN DE LOS ÍNDICES SEMI-MICRO

(método de análisis: hoja 8 i/1960 de la Oficina internacional del cacao y del chocolate)

I. Índice butírico semi-micro (IBsm):

1. *Definición:*

El ándice butírico indicael número de ml de lejí a alcalina 0,1 N necesario para la neutralización de los ácidos grasos solubles y volátiles aislados por saponificación de 5 g de grasa; Ya que estos ácidos son solubles en una disolución de ácido aulfúrico saturada con sulfato de potasio y ácido caprílico.

2. *Reactivos:*

a) Disolución alcohólica de hidróxido de potasio

Se mezclan 40 ml de lejía de potasa (d 1,5; 49 % en peso KOH) y 40 ml de agua destilada, y se completa hasta un litro con alcohol de 95 % vol. La concentración de alcohol del reactivo terminado no debe exceder del 90 % vol. Se comprobará por valoración utilizando la fenolftaleína como indicador:5 ml de reactivo necesitará de 25 a 27 ml de ácido clorhídrico 0,1 N. Si la lejía está muy diluida, se añade la cantidad adecuada de lejía de potasa (d = 1,5).

b) Glicerina $C_3H_5(OH)_3$

Farmacéuticamente pura (d = 1,23, 88 % en peso).

c) Acido sulfúrico 25 % vol. H_2SO_4

1 vol. de ácido sulfúrico concentrado(d = 1,84) + 3 vol. de agua destilada.

d) Disolución de sulfatode potasio K_2SO_4

Disolución acuosa saturada de sulfato de potasio a 20 °C (d = 1,08; 10 % en peso).

e) Disolución de jabón de coco.

Con llama abierta y en un matraz de un litro se saponifican 50 g de grasa de coco pura (refinada pero no endureicido, P. F. 24-26 °C) con 50 g de glicerina, 15 g KOH y 20 ml de agua. Después de enfriar por debajo de 100 °C se diluye con cuidado hasta 500 ml.

f) Hidróxido de sodio NaOH 0,01 N.

La concentración se comprobará diariamente (indicador: fenolftaleína).

g) Indicador

En un metraz aforado de 100 ml se vierte 1 g de fenolftaleína y se completa hasta la señal con alcohol de 95 % vol.

3. *Método operativo*

a) Saponificación

En una balanza analítica, se pesan de 500 a 520 mg de grasa en un matraz de fondo plano de 50 ml. Se realiza un ensayo en blanco de la misma, pero utilizando 500 mg de manteca de cacao. La grasa, fundida, se introduce en el matraz por medio de una pipeta (la cantidad indicada representa aproximadamente 20 gotas). Se añaden después algunos granos de piedra pómez calcinada y, con una pipeta, 5 ml de lejía de potasa alcohólica. Se acopla el matraz al refrigerante de agua y se saponifica en un baño María hirviendo. Cuando la disolución esté límpida, se mantiene la cocción todavía durante 5 minutos. Se añade a continuación con una pipeta de amplia abertura (punta cortada) 1 ml de glicerina y se sigue hirviendo –sin refrigerante– hasta que se haya evaporado la mayor parte del alcohol. Este punto se alcanza cuando el jabón empieza a formar espuma abundante. Se recuesta a continuación el matraz en una estufa a 100 °C durante una hora para eliminar las últimas trazas de alcohol.

b) Descomposición de los jabones

Tan pronto como se haya sacado el matraz de la estufa, se añaden con una pipeta 15 ml de disolución saturada de sulfato de potasio, se cierra con un tapón de corcho y se agita fuertemente hasta que el jabón sea homogéneo. Ciertas grasas forman jabones algo viscosos difícilmente solubles en la disolución de sulfato de potasio. Es estos casos, se recomienda volver a colocar el matraz cerrado algunos instantes en la estufa y agitar de nuevo.

En cuanto se forme una disolución homogénea, se deja enfriar a la temperatura ambiente y después se coloca el matraz en un baño María durante 10 minutos a 20 °C exactamente. Se añade después por orden, removiendo, 0,05 ml de ácido sulfúrico, 1 ml de disolución de jabón de coco y 0,1 g de tierra de infusorios purificada. Se coloca de nuevo el matraz en el baño a 20 °C durante 5 minutos aproximadamente. Se agita fuertemente y se filtra con un filtro plegado seco de 10 cm de diámetro y se recoge el filtrado en un tubo de Beckel de 12,5 ml hasta alcanzar la señal. Si fuera necesario, se presiona ligeramente el contenido del filtro con la parte redondeada de una probeta, para obtener la cantidad de filtrado prescrita.

c) Destilación

Se trasvasa el filtrado a un matraz de fondo plano de 100 ml, se enjuaga el tubo de Beckel con 5 ml de agua destilada recién hervida y enfriada que se añadirá a continuación al filtrado. Se añade al matraz un poco de piedra pómez en polvo, se acopla al aparato de destilación (fig. 1) y se destila en un tubo de Beckel de 11 ml (hasta la señal).

Utilícese, como fuente de calor, un baño de aceite a 175 °C cuyo nivel se encuentre aproximadamente 1 cm mas alto que el del contenido del matraz. Según Grossfeld, el tamaño del aparato de destilación no ejerce ninguna influencia sobre el resultado. Sin embargo, se reducirán las dimensiones al mínimo con el fin de que la cantidad de líquido retenida en la pared del tubo refrigerante sea la menor posible (alto del cilindro aproximadamente 18 cm).

d) Valoración

Se transvasa el destilado a un Erlenmeyer de 50 ml, se añaden 1-2 gotas de fenolftaleína y se valora con la disolución de sosa 0,01 N hasta conseguir una coloración netamente rosa. Se enjuaga tres veces el tubo de Beckel con la disolución contenida en el Erlenmeyer. En la mayoría de los casos, se decolorará. Se continúa entonces valorando con cuidado hasta que aparezca un tinte rosa pálido que deberá persistir, sin embargo, durante 30 segundos.

e) Cálculos

El índice butírico semi-micro se calcula según la fórmula siguiente:

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

Notas:

a = ml NaOH 0,01 N empleados para la valoración;

b = ml NaOH 0,01 N empleados para el ensayo en blanco;

E = mg de grasa utilizada para la determinación.

FIGURA 1

Aparato de destilación para la determinación del índice butírico semi-micro y del índice total semi-micro.

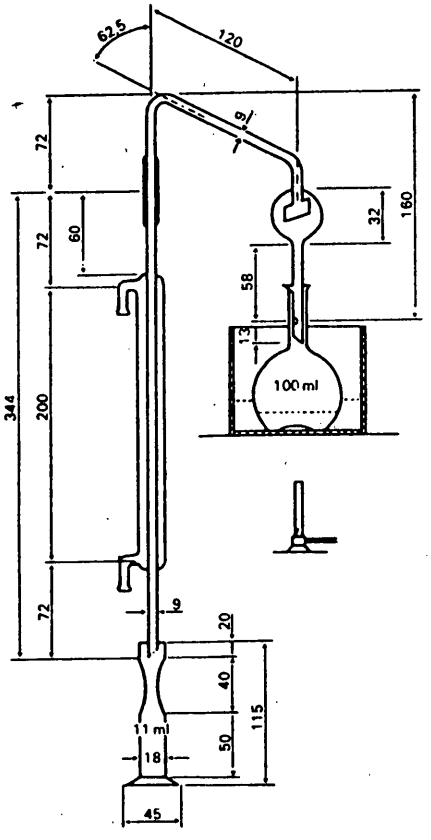
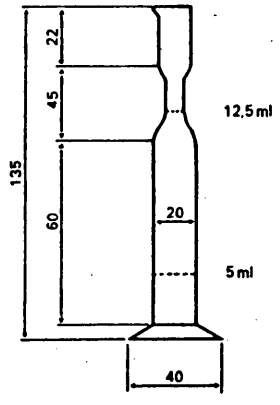


FIGURA 2

Tubo de Beckel



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

1. *Definición*

El índice total de ácidos grasos inferiores indica el número de ml de lejía de alcali 0,1 N necesarios para la neutralización de todos los ácidos grasos de bajo peso molecular contenidos en 5 g de grasa ya saponificada y con los ácidos grasos inferiores separados de los superiores con una disolución de sulfato de magnesio, en un medio muy diluido.

2. *Reactivos:*

a) Disolución alcohólica de hidróxido de potasio

Idéntica a la utilizada para el índice butírico. (Se mezclan 40 ml de lejía de potasa d = 1,5; 49 % en peso KOH- y 40 ml de agua destilada y se completa hasta un litro con alcohol de 95 % vol.).

b) Glicerina $C_3H_5(OH)_3$

Farmacéuticamentepura (d = 1,23; 88 % en peso)

c) Disolución de sulfato de magnesio

15 g $MgSO_4 + 7H_2O$ por litro.

d) Disolución alcohólica de fenolftaleína

Alcohol de 90 % vol. con 0,2 g de fenolftaleína por litro.

e) Hidróxido de sodio NaOH 0,01 N

f) Ácido fosfórico H_3PO_4

(d = 1,146; 25 % en peso)

3. *Método operativo*

a) Saponificación

Con una balanza analítica se pesan, en un matraz de fondo plano de 100 ml, de 500 a 550 mg de grasa se efectúa un ensayo en blanco de la misma forma, pero utilizando de 2 a 3 gotas de manteca de cacao (se introduce la grasa líquida en el matraz por medio de una pipeta). Se añaden 5 ml de disolución alcohólica de hidróxido de potasio con una pipeta, así como algunos granos de piedra pómez y acopla el matraz al refrigerante de agua. Se saponifica en un baño María hirviendo. Cuando la disolución esté totalmente límpida, se sigue hirviendo durante 5 minutos por lo menos. Se añade con una pipeta de amplia abertura (punta cortada) 1 ml de glicerina y se deja hervir –sin refrigerante– hasta que la mayor parte del alcohol se haya evaporado. Este punto se alcanzará cuando el jabón empiece a formar espuma abundante. Se recuesta a continuatión el matraz en una estufa a 100 °C durante una hora para eliminar las últimas trazas de alcohol.

b) Descomposición de los jabones.

Después de sacar el matraz de la estufa, se añaden 50 ml de agua destilada recién hervida, con una pipeta, agitando constantemente para que se disuelva el jabón. Se añaden finalmente, siempre agitando, 25 ml de disolución de sulfato de magnesio, se tapa el matraz y se deja reposar durante 13 horas aproximadamente (una noche) a la temperatura ambiente. se filtra sobre un filtro plegado seco de 15 cm de diámetro y se recoge el filtrado en una probeta graduada de 100 ml. Si el volumen del filtrado es inferior a 50 ml, se presiona ligeramente el contenido del filtro con la parte redondeada de una probeta para obtener la cantidad de filtrado necesario.

c) Destilación

Con una pipeta se introducen exactamente 50 ml de filtrado en un nuevo matraz de fondo plano de 100 ml (o bien en un matraz Erlenmeyer). Se añade una punta de espátula (apro-

ximadamente 0,1 g) de piedra pómez en polvo y 1 ml de ácido fosfórico. Con el aparato de destilar semi-micro (fig. 1), se destilan exactamente 40 ml en una probeta graduata de 50 ml NP 20/4. Utilícese como fuente de calor un baño de aceite a 175 °C cuyo nivel se encuentre aproximadamente 1 cm mas alto que el del contenido del matraz.

d) Valoración

Se trasvasa el destilado a un Erlenmeyer de 100 ml. Se enjuaga el refrigerante de agua con 10 ml de la disolución alcohólica de fenolftaleína que se ha recogido en la probeta graduada. Después de dejar escurrir el refrigerante, se vierte cuidadosamente alcohol en el Erlenmeyer que contiene el destilado. El alcohol añadido forma la capa superior del líquido y disuelve completamente los ácidos grasos no solubles en agua, que en forma de gotas en la superficie del líquido acuoso. Se agita suavemente y se valora con hidróxido de sodio 0,01 N hasta obtener un color rosa marcado. Al final de la valoración se añade hidróxido de sodio de dos en dos gotas. Seguidamente, se enjuaga por tres veces la probeta graduada con la disolución contenida en el Erlenmeyer, lo que normalmente decolorará la disolución. Se continúa después valorando con cuidado hasta que aparezca un tinte rosa pálido que deberá persistir, sin embargo, durante 30 segundos al menos.

e) Cálculos.

El índice total semi-micro se calcula con la siguiente fórmula:

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

Notas:

a = ml NaOH 0,01 N utilizados para la valoración

b = ml NaOH 0,01 N utilizados para el ensayo en blanco.

E = mg de grasa utilizados para la determinación.

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

1. *Definición:*

El índice es la diferencia entre el índice total de ácidos grasos inferiores y el índice butírico:

IRsm = ITsm − IBsm

Lo mismo que los índices total y butírico,el índice restante es proporcional al contenido de grasa en algunos ácidos grasos, especialmente el ácido aprílico el ácido caprínico. Por este motivo, el índice restante, en relación con el índice butírico, se presta muy bien para la dosificación del jabón de coco en presencia de la grasa de la leche.

IV. **Cálculos:**

Basándose en los índices semi-micro precedentes, se puede calcular el contenido de grasa de leche y de grasa de coco a partir de las siguientes fórmulas:

% de grasa de leche en la grasa total = 5,09 · IBsm − 0,12 · IRsm

% de grasa de coco en la grasa total = 2,76 · IRsm − 2,07 · IBsm

Advertencia:

La adación de jabón de coco solo puede considerarse segura si la relación IRsm/IBsm es igual o superior a 1,2.