374R0924

24. 4. 74 Jornal Oficial das Comunidades Europeias Nº L 111/1

REGULAMENTO (CEE) Nº 924/74 DA COMISSÃO

de 10 de Abril de 1974

que altera o Regulamento (CEE) nº 1061/69, de 6 de Junho de 1969, que define os métodos de análise para a aplicação do Regulamento (CEE) nº 1059/69

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Económica Europeia,

Tendo em conta o Regulamento (CEE) nº 97/69 do Conselho, de 16 de Janeiro de 1969, relativo às medidas a tomar para a aplicação uniforme da nomenclatura da pauta aduaneira comum (1), com a última redacção que lhe foi dada pelo acto anexo ao Tratado relativo à Adesão dos novos Estados-membros à Comunidade Económica Europeia e à Comunidade Europeia da Energia Atómica (2), assinado em Bruxelas em 22 de Janeiro de 1972 e, nomeadamente, o seu artigo 3º,

Considerando que, com o fim de assegurar um tratamento uniforme à importação na Comunidade das mercadorias às quais se aplica o Regulamento (CEE) nº 1059/69 do Conselho, de 28 de Maio de 1969, que determina o regime comercial aplicável a certas mercadorias resultantes da transformação de produtos agrícolas (3), com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CEE) nº 1491/73 do Conselho (4), o Regulamento (CEE) nº 1061/69 da Comissão, de 6 de Junho de 1969 (5), definiu os métodos de análise e as outras disposições de carácter técnico necessários quer para a identificação, quer para a determinação da composição de algumas delas;

Considerando que o método de análise previsto neste último regulamento para determinar o teor de matérias gordas provenientes do leite não apresenta suficiente precisão no caso das mercadorias que contêm não apenas matérias gordas provenientes do leite, mas também certas outras matérias gordas;

Considerando haver motivos não só para manter o método de análise acima indicado, mas também para fixar um método que possa dar satisfação no caso atrás citado;

Considerando que, nos termos do nº 2 do artigo 4º do Regulamento (CEE) nº 1059/69, os métodos de análise e as outras disposições de carácter técnico em causa devem ser fixados de acordo com o procedimento previsto nos nºs 2 e 3 do artigo 3º do Regulamento (CEE) nº 97/69;

Considerando que as medidas previstas no presente regulamento estão conformes com o parecer do Comité da Nomenclatura da Pauta Aduaneira Comum,

ADOPTOU O PRESENTE REGULAMENTO:

Artigo 1º

O Regulamento (CEE) nº 1061/69 é alterado do seguinte modo:

a) O artigo 3º é alterado do seguinte modo:

«O teor, em peso, de matérias gordas provenientes do leite de uma mercadoria é determinado quer a partir do método definido no capítulo 1 do Anexo III, quer, se necessário, a partir do método definido no capítulo 2 do Anexo III»;

b) No Anexo III é inserido depois do título: «Capítulo 1»;

c) O Anexo III é completado pelo capítulo 2 que figura no anexo do presente regulamento.

Artigo 2º

O presente regulamento entra em vigor, em 1 de Maio de 1974.

(1) JO nº L 14 de 21. 1. 1969, p. 1.
(2) JO nº L 73 de 27. 3. 1972, p. 14.
(3) JO nº L 141 de 12. 6. 1969, p. 1.
(4) JO nº L 151 de 7. 6. 1973, p. 1.
(5) JO nº L 141 de 12. 6. 1969, p. 24.

O presente regulamento é obrigatório em todos os seus elementos e directamente aplicável em todos os Estados-membros.

Feito em Bruxelas em 10 de Abril de 1974.

Pela Comissão

O Presidente

François-Xavier ORTOLI

ANEXO

CAPÍTULO 2

DETERMINAÇÃO DOS ÍNDICES SEMI-MICRO

Método analítico: folha 8 i/1960 da Agência Internacional do Cacau e do Chocolate

I. Índice butírico semi-micro (IBsm):

1. *Definição:*

O índice butírico indica o número de ml de detergente alcalino 0,1 N necessários à neutralização dos ácidos gordos solúveis e voláteis isolados por saponificação de 5 g de gordura, sendo estes ácidos solúveis numa solução de ácido sulfúrico saturada de sulfato de potássio e de ácido caprílico.

2. *Reagentes:*

a) Solução alcoólica de hidrato de potássio

Misturar 40 ml de detergente de potassa (d = 1,5; 49 % peso KOH) e 40 ml de água destilada, completando depois um litro de álcool a 95 % vol. A concentração em álcool do reagente acabado não deve exceder 90 % vol. Verificar-se-á por titulação utilizando a fenolftaleína como indicador: 5 ml do reagente deverão requerer 25 a 27 ml de ácido clorídrico 0,1 N. Se o detergente for muito fraco, juntar a quantidade adequada de detergente de potássio (d = 1,5).

b) Glicerina $C_3H_5(OH)_3$

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

c) Ácido sulfúrico 25 % vol. H_2SO_4

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

d) Solução de sulfato de potássio K_2SO_4

Solução aquosa saturada de sulfato de potássio a 20 °C (d = 1,08; 10 % peso)

e) Solução de sabão de côco

Sobre uma chama livre e num balão de 1 litro, saponificar 50 g de gordura de côco pura (refinada mas não endurecida, P.F. 24-26 °C) com 50 g de glicerina, 15 g de KOH e 20 ml de água. Depois de arrefecer abaixo de 100 °C, diluir cuidadosamente a 500 ml.

f) Hidróxido de sódio NaOH 0,01 N

O seu título deverá ser controlado todos os dias (indicador: fenolftaleína).

g) Indicador

Num balão graduado de 100 ml introduzir 1 g de fenolftaleína e completar até à marca com álcool etílico a 95 % vol.

3. *Modo operatório:*

a) Saponificação

Pesar numa balança analítica 500-520 mg de gordura num balão de fundo chato de 50 ml. Efectuar um ensaio de controlo da mesma maneira, mas utilizando 500 mg de manteiga de cacau. A gordura, fundida, é introduzida num balão com uma pipeta (a quantidade indicada representa cerca de 20 gotas). Juntar em seguida alguns grãos de pedra pomes calcinada e 5 ml de detergente de potassa alcoólico, com uma pipeta. Ligar o balão ao refrigerador a água e saponificar em banho-maria em ebulição. Quando a solução estiver completamente límpida, manter a cozedura ainda durante pelo menos 15 minutos. Juntar em seguida uma pipeta de abertura larga (ponta cortada) 1 ml de glicerina e continuar a cozer — sem refrigerador — até que a maior parte do álcool se tenha evaporado. Este ponto é atingido quando o sabão começa a fazer muita espuma. Pôr em seguida o balão deitado numa estufa a 100 °C durante 1 hora a fim de eliminar os últimos vestígios de álcool.

b) Decomposição dos sabões

Imediatamente após ter retirado o balão da estufa, juntar com uma pipeta de 15,0 ml de solução saturada de sulfato de potássio, tapar com uma rolha de cortiça e agitar fortemente até que o sabão fique homogéneo. Algumas gorduras formam sabões sofrivelmente viscosos que são difíceis de dissolver na solução de sulfato de potássio. Nesse caso, recomenda-se que o balão tapado seja posto de novo por alguns instantes na estufa e que depois se agite novamente.

Assim que se formar uma solução homogénea, deixar arrefecer à temperatura ambiente, depois colocar o balão num banho-maria à temperatura exacta de 20 °C durante 10 minutos. Juntar em seguida, por ordem e mexendo, 0,5 ml de ácido sulfúrico, 1 ml de solução de sabão de côco e 0,1 g de terra de infusórios purificada. Colocar de novo o balão no banho a 20 °C durante cerca de 5 minutos. Agitar fortemente e filtrar sobre um filtro plissado seco, de 10 cm de diâmetro, recolhendo o filtrado num tubo de Beckel de 12,5 ml até que a marca seja atingida. Se necessário, pressionar ligeiramente o conteúdo do filtro com a parte arredondada de uma proveta a fim de obter a quantidade prescrita.

c) Destilação

Transvasar o filtrado para um balão de fundo chato de 100 ml, enxaguar o tubo de Beckel com 5 ml de água destilada, recentemente fervida e arrefecida, que se juntará em seguida ao filtrado. Adicionar um pouco de pedra pomes em pó ao balão, voltar a ligá-lo ao aparelho de destilação (fig. 1) e destilar para um tubo de Beckel de 11,0 ml (até à marca).

Utilizar como fonte de calor um banho de óleo a 175 °C, cujo nível se encontre aproximadamente 1 cm acima do conteúdo do balão. Segundo Grossfeld, o tamanho do aparelho de destilação não exerce qualquer influência sobre o resultado. No entanto, as dimensões deverão ser reduzidas ao mínimo, a fim de que a quantidade de líquido retido sobre a parede do tubo refrigerador seja a menor possível (comprimento do tubo: cerca de 18 cm).

d) Titulação

Transvasar o destilado para um Erlenmeyer de 50 ml, adicionar 1-2 gotas de fenolftaleína e titular com detergente de soda 0,01 N até obter uma coloração nitidamente rosada. Enxaguar três vezes o tubo de Beckel com a solução contida no Erlenmeyer. Na maioria dos casos, esta última descolora. Continuar então a titular com prudência até à aparição de uma côr rosa pálido que deverá, no entanto, persistir durante 30 segundos.

e) Cálculos

O índice butínico semi-micro calcula-se a partir da seguinte fórmula:

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

Comentários:

a = ml NaOH 0,01 N utilizados na titulação

b = ml NaOH 0,01 N utilizados no ensaio de controlo

E = mg de gordura utilizados na determinação.

FIGURA 1

Aparelho de destilação para a determinação do índice butírico semi-micro e do índice total semi-micro

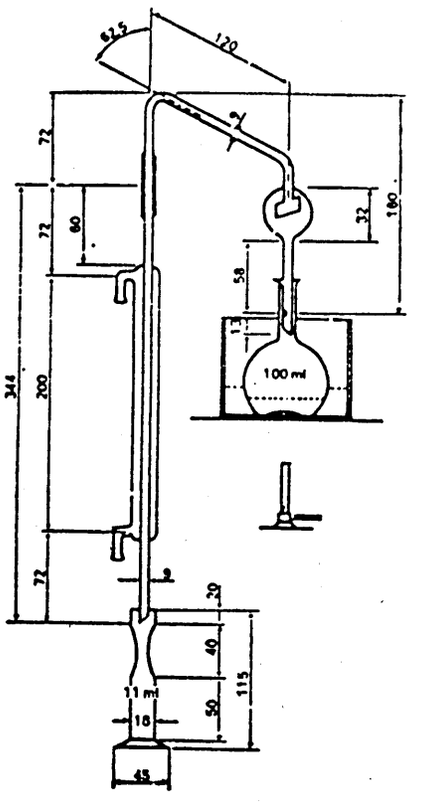
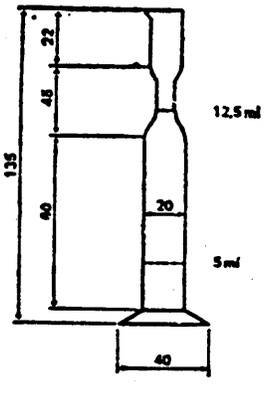


FIGURA 2

Tubo de Beckel



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

1. *Definição:*

O índice total dos ácidos gordos inferiores indica o número de ml de detergente alcalino 0,1 N necessários à neutralização de todos os ácidos gordos de baixo peso molecular contidos nos 5 g de gordura, tendo esta última sido saponificada e os ácidos gordos inferiores separados dos ácidos gordos superiores por uma solução de sulfato de magnésio e em presença de um meio muito diluído.

2. *Reagentes:*

a) Solução alcoólica de hidrato de potássio

idêntica à utilizada para o índice butírico. (Misturar 40 ml de detergente de potassa — d = 1,5; 49 % peso KOH — e 40 ml de água destilada, completando depois 1 litro com álcool a 95 % vol.).

b) Glicerina $C_3H_5(OH)_3$

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

c) Solução de sulfato de magnésio

15 g $MgSO_4 + 7H_2O$ por litro.

d) Solução alcoólica de fenolftaleína

Álcool 90 % vol. contendo 0,2 g de fenolftaleína por litro.

e) Hidrato de sódio NaOH 0,01 N

f) Ácido fosfórico H_3PO_4
(d = 1,146; 25 % peso).

3. *Modo operatório:*

a) Saponificação

Pesar numa balança analítica 500-550 mg da gordura a analisar num balão de fundo chato de 100 ml.

Efectuar um ensaio de controlo da mesma forma, mas utilizando 2-3 gotas de manteiga de cacau (introduzir a gordura líquida no balão com uma pipeta). Adicionar 5 ml de solução alcoólica de hidrato de potássio, por meio de uma pipeta, assim como alguns grãos de pedra pomes e ligar o balão ao refrigerador. Saponificar em banho maria em ebulição. Assim que a situação estiver completamente límpida, manter a fervura durante pelo menos cinco minutos. Adicionar com uma pipeta de abertura larga (ponta cortada) 1 ml de glicerina e deixar ferver (sem refrigerador) até que a maior parte do álcool se tenha evaporado. Este ponto é atingido quando o sabão começa a fazer muita espuma. Pôr em seguida o balão numa estufa a 100 °C durante 1 hora, a fim de eliminar os últimos vestígios de álcool.

b) Decomposição dos sabões

Logo após ter retirado o balão da estufa, adicionar com uma pipeta de 50,0 ml de água destilada recentemente fervida, agitando constantemente, de forma a dissolver todo o sabão. Juntar, finalmente, agitando sempre, 25,0 ml de solução de sulfato de magnésio, rolhar o balão e deixar repousar durante cerca de 13 horas (uma noite) à temperatura ambiente. Filtrar em seguida num filtro plissado seco, de 15 cm de diâmetro, recolhendo o filtrado numa proveta de 100 ml. Se o volume do filtrado for inferior a 50 ml, pressionar ligeiramente o conteúdo do filtrado com a parte arredondada de uma proveta, a fim de obter a quantidade de filtrado necessária.

c) Destilação

Deitar com uma pipeta exactamente 50 ml de filtrado num novo balão de fundo chato de 100 ml (ou então num balão Erlenmeyer). Juntar uma ponta de faca (cerca de 0,1 g) de pedra pomes em

pó, assim como 1 ml de ácido fosfórico. Com o aparelho de destilação semi-micro (fig. 1), destilar exactamente 40,0 ml numa proveta de 50 ml NP 20/4. Utilizar como fonte de calor um banho de óleo a 175 °C cujo nível se encontre mais ou menos 1 cm acima do conteúdo do balão.

d) Titulação

Transvasar o destilado para um Erlenmeyer de 100 ml. Enxaguar o refrigerante com 10,0 ml da solução alcoólica de fenolftaleína que se recolheu na proveta. Depois de ter deixado escorrer bem o refrigerador, deitar cuidadosamente o álcool no Erlenmeyer que contém o destilado. O álcool acrescentado forma a camada superior do líquido e dissolve completamente os ácidos gordos não solúveis na água que sobrenadam sob a forma de gotas à superfície do líquido aquoso. Agitar cuidadosamente e titular com hidrato de sódio 0,01 N até uma coloração nitidamente rosada. Perto do fim da titulação, juntar o hidrato de sódio, à razão de 2 gotas de cada vez. Enxaguar em seguida três vezes o cilindro graduado com a solução contida no Erlenmeyer, o que normalmente descolorará a solução. Continuar, então, a titular com prudência, até à aparição duma cor rosa pálido que deverá, no entanto, persistir durante pelo menos 30 segundos.

e) Cálculos

O índice total semi-micro calcula-se através da seguinte fórmula:

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

Comentários:

a = ml NaOH 0,01 utilizados na titulação

b = ml NaOH 0,01 utilizados no ensaio de controlo

E = mg de gordura utilizados na determinação.

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

1. *Definição:*

O índice é a diferença entre o índice total dos ácidos gordos inferiores e o índice butírico.

$$IRsm = ITsm - IBsm$$

Da mesma maneira que os índices total e butírico, o índice restante é proporcional ao conteúdo da gordura em certos ácidos gordos, em particular o ácido caprílico e o ácido caprínico. Assim, o índice restante, ligado ao índice butírico, presta-se especialmente bem à dosagem da gordura de côco em presença da gordura do leite.

IV. **Cálculos**

Com base nos índices semi-micro precendentes, pode-se calcular o teor de gordura de leite e o de gordura de côco a partir das duas fórmulas seguintes:

% de gordura de leite na gordura total = $5{,}09.IBsm - 0{,}12 \cdot IRsm$

% de gordura de côco na gordura total = $2{,}76.IRsm - 2{,}07 \cdot IBsm$.

Nota:

A adição de gordura de côco só pode ser considerada como certa caso a relação IRsm/IBsm seja igual ou superior a 1,2.