VERORDNUNG (EWG) Nr. 1216/68 DER KOMMISSION

vom 9. August 1968

über die Methode zur Bestimmung des Gehalts an Laktose in den aus dritten Ländern eingeführten Mischfuttermitteln

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft,

gestützt auf die Verordnung (EWG) Nr. 804/68 des Rates vom 27. Juni 1968 über die gemeinsame Marktorganisation für Milch und Milcherzeugnisse (1), insbesondere auf Artikel 14 Absatz 7, und

in Erwägung nachstehender Gründe :

Nach Artikel 11 Absatz 1 der Verordnung (EWG) Nr. 823/68 des Rates vom 28. Juni 1968 zur Festlegung der Erzeugnisgruppen und der besonderen Vorschriften für die Berechnung der Abschöpfungen für Milch und Milcherzeugnisse (2) ist der Gehalt der unter die Tarifstelle ex 23.07 B des Anhangs II der gleichen Verordnung fallenden Mischfuttermittel an Milcherzeugnissen in der Weise zu bestimmen, daß der Gehalt an Laktose je 100 Kilogramm des betreffenden Erzeugnisses mit dem Koeffizienten 2 multipliziert wird.

Um eine einheitliche Anwendung der erwähnten Bestimmungen zu gewährleisten, ist eine für alle Mitgliedstaaten verbindliche Methode zur Bestimmung des Gehalts an Laktose festzulegen. Es empfiehlt sich, hierfür eine allgemein anerkannte Methode zu wählen.

Die in dieser Verordnung vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Verwaltungsausschusses für Milch und Milcherzeugnisse —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN :

Artikel 1

Die Methode zur Bestimmung des Gehalts der unter die Tarifnummer ex 23.07 B des Anhangs II der Verordnung (EWG) Nr. 823/68 fallenden Erzeugnisse an Laktose wird im Anhang bestimmt.

Artikel 2

Diese Verordnung tritt am 29. Juli 1968 in Kraft.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 9. August 1968

Für die Kommission

V. BODSON

Mitglied der Kommission

(1) ABl. Nr. L 148 vom 28. 6. 1968, S. 13.
(2) ABl. Nr. L 151 vom 30. 6. 1968, S. 3.

ANHANG

Analysemethode zur Bestimmung des Gehalts an Laktose in den Erzeugnissen der Tarifstelle 23.07 B

I. Teil

1. *Anwendungsbereich*

Die Methode ist für einen Laktosegehalt von mehr als 0,5 v. H. anwendbar.

2. *Prinzip*

Die enthaltenen Zucker werden in Wasser aufgelöst ; der vergärbare Zucker wird mit Hefe *(Saccharomyces cerevisiae)* vergoren, wobei die Laktose nicht angegriffen wird ; nach Klärung und Filtration wird in der erhaltenen Lösung der Gehalt an Laktose nach *Luff-Schoorl* bestimmt.

3. *Reagenzien*

0,1 n Natriumthiosulfat.

Indikator : Stärkelösung. Eine Mischung von 5 g löslicher Stärke (gegebenenfalls mit 10 mg Quecksilberjodid als Konservierungsmittel) und 30 ml Wasser wird zu 1 Liter kochendem Wasser hinzugefügt und zusammen 3 Minuten lang gekocht, dann wird abgekühlt.

Kaliumjodidlösung p.a. 30 v.H. (gr/vol).

6 n Schwefelsäure.

Reagenz nach Luff-Schoorl :

a) 25 g eisenfreies Kupfersulfat p.a. ($CuSO_4.5H_2O$) in 100 ml Wasser auflösen ;

b) 50 g Zitronensäure p.a. ($C_6H_8O_7.H_2O$) in 50 ml Wasser auflösen ;

c) 143,8 g wasserfreies Natriumkarbonat p.a. (Na_2CO_3) in ungefähr 300 ml warmem Wasser auflösen.

Unter vorsichtigem Umschwenken wird b) zu c) gegossen (abgekühlt) und dann a) hinzugefügt, zu 1 Liter aufgefüllt, während einer Nacht stehengelassen und dann filtriert. Die Normalitäten des so erhaltenen Reagenzes müssen nachgeprüft werden (0,1 n Cu, 2 n Na_2CO_3). Der pH-Wert beträgt etwa 9,4.

Carrez-Lösung I : 23,8 g Zn $(C_2H_3O_2)_2.2H_2O$ und 3 g Eisessig werden in Wasser zu 100 ml aufgelöst.

Carrez-Lösung II : 10,6 g $K_4Fe(CN)_6.3H_2O$ werden in Wasser zu 100 ml aufgelöst.

Bimssteinkörnchen, mit Salzsäure ausgekocht, mit Wasser gewaschen und getrocknet.

Saccharomyces-cerevisiae-Suspension : Suspension von 25 g frischer Hefe, in 100 ml Wasser (nicht länger als eine Woche im Kühlschrank aufbewahren !).

4. *Ausführung*

Etwa 1 g der Analysenprobe wird auf 1 mg genau gewogen und in einen Meßkolben von 100 ml eingegeben. Man fügt 25 bis 30 ml Wasser hinzu und taucht 30 Minuten lang in ein kochendes Wasserbad ein. Danach wird auf ca. 35° C abgekühlt. Man fügt 5 ml Hefesuspension (1) bei und schwenkt um.

Der Kolben mit Inhalt wird zwei Stunden lang in einem Wasserbad stehengelassen, das auf einer Temperatur von 38 bis 40° C gehalten wird.

(1) Wenn mehr als 40 v. H. vergärbaren Zuckers vorhanden sind, wird die Menge Hefesuspension erhöht.

Nach Ablauf der Vergärung wird auf eine Temperatur von ungefähr 20° C abgekühlt. Zunächst werden 2,5 ml Carrez-Lösung I hinzugefügt und eine halbe Minute lang geschüttelt, dann 2,5 ml Carrez-Lösung II hinzugegeben und abermals eine halbe Minute lang geschüttelt. Dann wird mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt, gemischt und filtriert. Von dem erhaltenen Filtrat wird eine Menge von höchstens 25 ml, welche möglichst 40 bis 80 mg Laktose enthält, abpipettiert, wenn nötig mit Wasser bis zu einem Volumen von 25 ml aufgefüllt und der Gehalt an wasserfreier Laktose nach Luff-Schoorl bestimmt. Es wird ein vollständiger Blindversuch mit der Hefe durchgeführt.

II. Teil

1. *Bestimmung des Laktosegehalts nach der Methode Luff-Schoorl*

25 ml des Reagenzes nach Luff-Schoorl werden entnommen und in einen Erlenmeyer-Kolben von 300 ml gebracht; anschließend werden genau 25 ml geklärte Lösung hinzugefügt.

Nach Zugabe von zwei Körnchen Bimsstein wird durch Schütteln mit der Hand über einer freien Flamme von mittlerer Höhe erhitzt und die Flüssigkeit in etwa 2 Minuten zum Kochen gebracht. Anschließend wird der Erlenmeyer-Kolben auf ein Drahtnetz mit einer Asbestscheibe gestellt, unter der vorher eine Flamme entzündet und so eingestellt wurde, daß der Erlenmeyer-Kolben nur unten geheizt wird; dann wird mit einem Rückflußkühler verbunden. Von diesem Augenblick an läßt man genau 10 Minuten kochen. Dann wird sofort in kaltem Wasser abgekühlt und nach etwa 5 Minuten wie folgt titriert: Zu der Flüssigkeit werden 10 ml Kaliumjodid-Lösung hinzugefügt und anschließend sofort, aber vorsichtig (wegen der Gefahr übermäßigen Schäumens), 25 ml 6 n Schwefelsäure hinzugegeben.

Dann wird mit Natriumthiosulfat titriert, bis eine mattgelbe Farbe erzielt ist, und gegen Ende der Titration der Stärke-Indikator hinzugefügt. Die gleiche Titration wird in einer Mischung aus genau 25 ml des Reagenzes nach Luff-Schoorl und 25 ml Wasser durchgeführt, nachdem 10 ml Kaliumjodid-Lösung und 25 ml 6 n Schwefelsäure zugefügt wurden; dieses Mal jedoch nicht zum Sieden bringen.

Aus der Tabelle wird diejenige Laktosemenge (in mg) ermittelt, welche der Differenz der Ergebnisse beider Titrationen entspricht (ausgedrückt in ml 0,1 n Natriumthiosulfat).

TABELLE

Tabelle für 25 ml Reagenz nach Luff-Schoorl

(vgl. Beschreibung im Text)

1. 0,1 n Natriumthiosulfat

2. Laktose $C_{12}H_{22}O_{11}$

1	2		1	2	
ml	mg	Differenz	ml	mg	Differenz
1	3,6		13	48,4	
		3,7			3,8
2	7,3		14	52,2	
		3,7			3,8
3	11,0		15	56,0	
		3,7			3,9
4	14,7		16	59,9	
		3,7			3,9
5	18,4		17	63,8	
		3,7			3,9
6	22,1		18	67,7	
		3,7			4,0
7	25,8		19	71,7	
		3,7			4,0
8	29,5		20	75,7	
		3,7			4,1
9	33,2		21	79,8	
		3,8			4,1
10	37,0		22	83,9	
		3,8			4,1
11	40,8		23	88,0	
		3,8			
12	44,6				
		3,8			