

▼B**REGOLAMENTO (CEE) N. 1265/69 DELLA COMMISSIONE****del 1° luglio 1969****relativo ai metodi di determinazione di qualità applicabili allo zucchero acquistato dagli organismi d'intervento**

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea,

visto il regolamento n. 1009/67/CEE del Consiglio, del 18 dicembre 1967, relativo all'organizzazione comune dei mercati nel settore dello zucchero⁽¹⁾, modificato dal regolamento (CEE) n. 2100/68⁽²⁾, in particolare l'articolo 9, paragrafo 8,considerando che il regolamento (CEE) n. 782/68 della Commissione, del 26 giugno 1968, che stabilisce le modalità di applicazione inerenti all'acquisto di zucchero da parte degli organismi d'intervento⁽³⁾, ha fissato differenti caratteristiche di qualità per lo zucchero bianco e per lo zucchero greggio; che è necessario prevedere una regolamentazione uniforme su scala comunitaria, al fine di evitare l'applicazione, da parte degli Stati membri, di metodi differenti per la determinazione di tali caratteristiche di qualità;

considerando che per questa regolamentazione è opportuno adottare metodi di analisi generalmente riconosciuti;

considerando che necessita rendere applicabili i metodi in causa agli acquisti effettuati dagli organismi d'intervento a decorrere dall'entrata in applicazione del regolamento n. 1009/67/CEE, dato che in assenza di tali metodi i contratti sono stati conclusi con riserva;

considerando che le misure previste dal presente regolamento sono conformi al parere del Comitato di gestione per lo zucchero,

HA ADOTTATO IL PRESENTE REGOLAMENTO:

*Articolo 1*I metodi di determinazione delle caratteristiche di qualità dello zucchero di cui al ►**M2** regolamento (CEE) n. 2103/77 ◀ sono fissati come indicato nell'allegato.*Articolo 2*Il presente regolamento entra in vigore il terzo giorno successivo a quello della sua pubblicazione nella *Gazzetta ufficiale delle Comunità europee*. Per gli acquisti effettuati dall'organismo d'intervento esso ha effetto a decorrere dal 1° luglio 1968.

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

⁽¹⁾ GU n. 308 del 18. 12. 1967, pag. 1.⁽²⁾ GU n. L 309 del 24. 12. 1968, pag. 4.⁽³⁾ GU n. L 145 del 27. 6. 1968, pag. 6.

▼B

ALLEGATO

**PROCEDIMENTI PER I METODI DI DETERMINAZIONE DELLA
QUALITÀ DELLO ZUCCHERO BIANCO NELLA COMUNITÀ ECONO-
MICA EUROPEA ►C1 ◀**

A. METODI PER L'ATTRIBUZIONE DEL PUNTEGGIO

1. Tenore in ceneri

Metodo Icumsa; ceneri conduttometriche (*Fonte*: Proc. 14 Sess. Icumsa 1966, pag. 88).

Apparecchiatura

Uno strumento per la misura della conduttività che permetta la misura fino a $0,5 \mu\text{S cm}^{-1}$ ⁽¹⁾, con una precisione di misura di $\pm 2 \%$.

Si consiglia di utilizzare delle celle di misura la cui temperatura possa essere mantenuta a $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$ per mezzo di un termostato.

Palloni tarati da $100 \pm 0,05 \text{ cm}^3$, $500 \pm 0,25 \text{ cm}^3$ e $1000 \pm 0,40 \text{ cm}^3$; pipette a svuotamento totale da $10 \pm 0,02 \text{ cm}^3$ ⁽²⁾.

Per la preparazione di tutte le soluzioni (soluzioni di zucchero e soluzioni di cloruro di potassio) si deve impiegare dell'acqua bidistillata o deionizzata di conduttività specifica inferiore a $2 \mu\text{S cm}^{-1}$.

Tutti i recipienti e tutte le pipette devono essere accuratamente sciacquati prima dell'uso per mezzo di acqua di questa qualità.

La taratura degli strumenti per la misura della conduttività viene fatta per mezzo di una soluzione di cloruro di potassio N/5000.

Per preparare questa soluzione, 745,5 mg di cloruro di potassio (pro analisi), scaldati in precedenza a circa $500 \text{ }^\circ\text{C}$, cioè al colore rosso scuro, allo scopo di disidratarli, vengono disciolti in acqua in un pallone tarato da 1 litro e si porta a segno con acqua. 10 cm^3 di questa soluzione (N/100) vengono trasferiti per mezzo di una pipetta in un pallone tarato da 500 cm^3 e si porta a segno con acqua. Esattamente a $20 \text{ }^\circ\text{C}$ questa soluzione N/5000 di cloruro di potassio avrà una conduttività specifica di $26,6 \pm 0,3 \mu\text{S cm}^{-1}$ e questo dopo avere dedotto la conduttività specifica dell'acqua impiegata.

A seconda delle caratteristiche di funzionamento dello strumento di misura della conduttività impiegato, lo strumento deve essere regolato in modo tale che esso indichi il valore sopra indicato maggiorato della conduttività specifica dell'acqua utilizzata; o anche, il valore sopra indicato, aumentato della conduttività specifica dell'acqua utilizzata, sarà impiegato per il calcolo della costante di cella.

Le soluzioni di cloruro di potassio dovranno essere preparate di fresco prima di ogni taratura.

Procedimento

Si prepara una soluzione di zucchero a $28 \text{ g } \% \text{ g}$ sia sciogliendo, a $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$, $31,3 \pm 0,1 \text{ g}$ di zucchero in un pallone controllato di 100 cm^3 , sia sciogliendo 28 g di zucchero in acqua e portando a 100 g .

Dopo conveniente agitazione la soluzione viene introdotta nella cella di misura. Si effettua la lettura quando la temperatura della soluzione è esattamente di $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$. Si deve detrarre dal valore letto il 50% del valore letto per l'acqua impiegata. Si ottiene dunque come risultato:

$$\text{►C1 } C_{28} = C_{\text{letto}} - 0,5 C_{\text{acqua}} \text{ ◀}$$

in cui C = conduttività specifica in $\mu\text{S cm}^{-1}$.

L'indice 28 indica che si è operato su di una soluzione zuccherina al 28% .

$$\text{Numero di punti} = 0,320 C_{28}$$

cioè: $3,13 \mu\text{S cm}^{-1}$ valgono 1 punto ovvero: 1 punto = $0,0018 \%$ ceneri.

$$\text{Ceneri } \% = 0,320 \cdot 18 \cdot 10^{-4} \cdot C_{28} = 5,76 \cdot 10^{-4} \cdot C_{28}$$

⁽¹⁾ ►C1 $1 \mu\text{S cm}^{-1} = 10^{-6} \cdot \Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ◀.

⁽²⁾ Le tolleranze date corrispondono alle decisioni ISO.

▼B

Per la determinazione della conduttività specifica dell'acqua utilizzata si opera come segue:

la stessa quantità di acqua uguale a quella utilizzata per portare in soluzione lo zucchero viene agitata in un pallone tarato di 100 cm³ nello stesso modo che per portare in soluzione lo zucchero, si porta a 100 cm³ e si misura a circa 20° C. Nel corso di questa misura non è necessario termostatare con precisione dato che le eventuali correzioni della temperatura sono nettamente inferiori ai limiti di errore.

2. Tipo di colore

Metodo dell'Istituto du Braunschweig

Fonte: F. Schneider, A. Emmerich e J. Dubourg, Zucker, 18,571 (1965) e Sucrierie Française, 106, 219 (1965).

Apparechiatura

Una scala dei tipi di colore di Braunschweig 0 — 6.

Una lampada TL fluorescente a luce diurna viene montata in una cassa, aperta sul davanti, profonda 20 cm, larga 120 cm, alta 50 cm, in modo tale che la distanza perpendicolare fra la lampada ed i campioni di zucchero sia di circa 35 cm.

Gli occhi dell'operatore devono essere protetti dalla luce diretta della lampada per mezzo di un riparo di circa 15 cm di altezza. Come lampade adatte si possono citare la Osram tipo HNT 120 e la Philips tipo TL 25 W/55. Altre lampade non possono essere senz'altro impiegate data l'importanza della ripartizione spettrale dell'intensità luminosa.

Affinché siano convenientemente evidenti i toni da giallastro a marrone dei campioni di zucchero, le pareti laterali e la parete frontale della cassa vengono dipinti all'interno in maderoncino (per esempio in scuro noce). Sul fondo si pone della carta da filtro bianca sulla quale la colorazione dello zucchero spicca nettamente.

La cassa è disposta in modo tale che la lampada si trovi circa all'altezza degli occhi. Al momento del confronto i campioni non devono ricevere luce del giorno diretta né essere illuminati dalle lampade dell'ambiente dato che questo rende più difficile la misura.

Procedimento

Lo zucchero viene introdotto nelle piccole scatole quadrate, tinte all'interno di blu chiaro o bianco (lunghezza del lato 60 mm, altezza 28 mm) e livellate per mezzo del coperchio. Bisogna fare attenzione che le scatole contenenti il campione ed i campioni tipo siano riempite fino al bordo. Il tono di colore della tinta di tutte le scatole deve essere assolutamente lo stesso, dato che altrimenti si ottengono dei risultati nettamente errati. Le scatole devono essere messe le une vicine alle altre senza spazio intermedio e per conseguenza le scatole rotonde non sono idonee.

All'inizio il campione viene paragonato in via approssimativa intercalando fra i diversi standards della scala di tipi, poi lo si confronta esattamente con i tipi contigui. A questo scopo lo si pone alternativamente a sinistra ed a destra del tipo di confronto. Si fa la media dei risultati di tre osservatori indipendenti. Questo valore medio sarà espresso in decimi di tipo di colore.

Per gli zuccheri per i quali la dimensione dei cristalli è diversa da quella dei campioni tipo, si dovrà osservare la colorazione e non i riflessi dei cristalli.

Numero di punti = tipo di colore \times 2, cioè 0,5 tipo di colore = 1 punto.

3. Colorazione in soluzione

Metodo Icumsa n. 4, dopo filtrazione su di un filtro a membrana di porosità 0,45 μ (secondo il procedimento di intrusione di mercurio) o 0,6 μ (secondo il procedimento di Hagen-Poiseuille).

Fonte: De Whalley, metodi Icumsa di analisi degli zuccheri [1964] (pag. 57), Proc. 12 Sess. Icumsa 1958, pag. 55).

Apparechiatura

Per la preparazione della soluzione sono necessari dei palloni di Erlenmeyer (200 cm³), dei dispositivi di filtrazione sotto vuoto per membrane filtranti, delle bevute da vuoto (contenuto 500 o 250 cm³), pompa da vuoto e membrane filtranti con un diametro medio dei pori di 0,45 μ (metodo di intrusione di mercurio) o di 0,6 μ (secondo Hagen-Poiseuille). La concentrazione della soluzione viene determinata per mezzo di un refrattometro. Per la misura della estinzione si può utilizzare un qualsiasi fotometro che permetta di effettuare le

▼B

misure a 420 ± 10 nm con una sufficiente precisione. Le celle devono essere scelte in modo tale che due celle riempite con acqua distillata, confrontate fra loro, diano estinzione zero. Lo spessore dello strato sarà di almeno 3 cm.

Procedimento

50 g + 0,1 g di zucchero sono pesati in un pallone di Erlenmeyer a collo largo; si aggiungono 50 g di acqua distillata per pesata o si aggiungono 50 cm³ di acqua distillata (cilindro graduato) poi si porta in soluzione agitando a mano o con agitatore meccanico. È inutile cercare una più grande precisione di concentrazione dato che questa può cambiare nel corso della filtrazione.

Nel frattempo si lascia una membrana filtrante nell'acqua distillata per almeno 10 minuti e la si sistema nel dispositivo di filtrazione. Durante la filtrazione la soluzione viene simultaneamente disareata.

Si determina la concentrazione per via refrattometrica (° Brix) e si riempie la cella preventivamente sciacquata con un pò di soluzione. La cella deve essere chiusa subito per evitare la formazione di striature liquide. Si riempie la cella di confronto con l'acqua distillata e si misura subito a 420 nm. L'acqua utilizzata nella cella di confronto deve essere filtrata su membrana filtrante.

$$\text{Unità Icumsa} = 1000 \quad ; \quad \epsilon_{420} = 1000 \frac{100 \cdot E_{420}}{1 \cdot \text{°Bx} \cdot d}$$

in cui: ϵ = coefficiente di estinzione
 E_{420} = estinzione (letta)
 l = spessore dello strato (in cm)
 d = densità

$$\text{numero di punti} = \frac{\text{Unità Icumsa}}{7,5}, \text{ cioè}$$

7,5 unità Icumsa valgono 1 punto

B. CRITERI SUPPLEMENTARI**1. Polarizzazione**

Metodo Icumsa n. 1 per lo zucchero greggio. (Fonte: Proc. 12 Sess. Icumsa 1958, pag. 84 e seguenti; Proc. 13 Sess. Icumsa 1962, pag. 83 e seguenti; Proc. 14, Sess. Icumsa 1966).

Materiale

Polarimetro con scala internazionale zucchero (° S) che segua le definizioni dell'Icumsa.

Bilancia analitica con una precisione di $\pm 0,001$ g.

Palloni tarati da 100 cm³. Questi palloni dovranno essere tarati esattamente. Il loro volume deve essere $100,00 \pm 0,02$ cm³ o corretto con questa precisione.

I tubi polarimetrici da 200 mm non possono presentare un errore che superi $\pm 0,03$ mm. Se si utilizzano dei tubi più corti, questi devono avere la stessa precisione relativa, per esempio 100 mm $\pm 0,015$ mm. Il parallelismo fra le superfici terminali deve essere migliore di 10 minuti di angolo. In seguito ad una rotazione del tubo montato attorno al suo asse ottico non si deve notare una modificazione del valore della misura.

Il vetro dei vetrini non deve presentare delle tensioni interne, cioè non dovrà presentare un'attività ottica. Le loro superfici devono essere parallele a meno di 5 minuti di angolo.

La carta da filtro impiegata dovrà avere un tenore in acqua compreso fra il 6 ed l'8 %.

Procedimento

Si pesano 26 g $\pm 0,002$ g di zucchero e si introducono in un pallone tarato (vedi sopra) per mezzo di circa 60 cm³ di acqua distillata o demineralizzata. Si scioglie lo zucchero senza scaldare.

Quando occorra una defecazione, si aggiungono 0,5 cm³ di una soluzione di acetato basico di piombo. Questo reattivo dovrà soddisfare alle esigenze

▼ **B**

dell'Icumsa (*Fonte: De Whalley, metodi Icumsa di analisi degli zuccheri, 1964, p. 122).*

Dopo avere mescolato a fondo si aggiunge dell'acqua quasi al segno. La schiuma eventuale si elimina con l'aiuto di una goccia di alcool o di etere. Si lascia poi in riposo il pallone per 15 minuti a bagno maria in acqua termostata (per la temperatura vedi sotto). La parete interna del collo del pallone viene asciugata con carta da filtro.

Si porta esattamente a segno servendosi di una pipetta a punta fine. Si mescola il contenuto del pallone capovolgendolo almeno cinque volte tenendolo chiuso con la mano. Se si è dovuto defecare si passa ora alla filtrazione.

Il volume del filtro sarà calcolato in modo che 100 cm³ possano esservi versati in una sola volta. L'imbuto deve avere un gambo molto corto di modo che lo si possa appoggiare sul bicchiere onde evitare che la soluzione evapori. Per la stessa ragione si deve coprire l'imbuto con un vetro da orologio.

Il tubo polarimetrico, che sarà stato precedentemente pulito e seccato, viene riempito per due volte a due terzi circa con la soluzione ed ogni volta sciacquato.

Al momento del riempimento si farà attenzione che non vi siano bolle di aria dentro il tubo. Il tubo viene quindi introdotto nel polarimetro e si effettuano 5 misure con una precisione di 0,05 °S.

- a) Allorquando si impiega un saccarimetro munito di cuneo di quarzo, la rotazione ottica dell'insieme è funzione della temperatura. In questo caso si porta la soluzione precedentemente alla messa a segno di 100 cm³, alla temperatura alla quale si trova il saccarimetro. La differenza fra le due temperature non dovrà essere superiore a 0,5 °C. Per gli strumenti a lettura visuale si faranno cinque letture allo 0,05 °S. Il valore medio viene espresso al centesimo di °S.

Il saccarimetro deve essere verificato per mezzo di una lamina di quarzo il cui valore sia vicino a 100 °S.

Correzione della temperatura per il saccarimetro a cuneo di quarzo: aggiungere 0,03 °S per °C al disopra di 20 °C o sottrarre 0,03 °S per °C al di sotto di 20 °C.

- b) Quando la misura viene fatta con un polarimetro a scala circolare, viene raccomandato l'impiego di tubi con manicotto termostatico. Essi saranno connessi con un termostato regolato a 20 °C ± 0,2 °C.

La messa a segno deve essere egualmente effettuata a 20 °C ± 0,2 °C. Si deve altresì portare a 20 °C ± 0,2 °C la lamina di quarzo di controllo.

Se questo non si può fare, si stabilirà il suo valore come segue:

$$Z_t = Z_{20} [1 + 0,00014 (t - 20)]$$

Esempio: $Z_{20} = 98,45 \text{ °S}; t = 23,8 \text{ °C}$

$$\begin{aligned} Z_t &= 98,45 (1 + 0,00014 \cdot 3,8) \\ &= 98,45 \cdot 1,00053 = 98,50 \text{ °S.} \end{aligned}$$

2. Sostanze riducenti (*zucchero invertito*)

Metodo Icumsa — Metodo dell'Istituto di Berlino [*Fonte: De Whalley, Metodi Icumsa di analisi degli zuccheri (1964) pag. 25; Schneider F. e A. Emmerich, Zucker Beihefte 1, 17, (1951).*]

Materiale

Bagno maria, palloni di erlenmeyer da 300 cm³, pipette, burette da 50 cm³.

Reattivi

Soluzione di Müller: si disciolgono 35 g di solfato di rame cristallizzato (CuSO₄ · 5H₂O), puro per analisi, in 400 cm³ di acqua distillata calda. A parte si sciolgono 173 g di sale di Seignette (K-Na tartrato) e 68 g di carbonato di sodio anidro in 500 cm³ di acqua calda.

Dopo raffreddamento si mescolano le due soluzioni in un pallone tarato da 1 litro e si porta a segno con acqua. La soluzione viene agitata a fondo con 2 g di carbone attivo e, dopo riposo per parecchie ore, viene filtrata su carta da filtro indurita o su una membrana filtrante. Se dopo riposo si osserva la separazione di piccole quantità di ossido rameoso, si deve rifiltrare la soluzione.

Acido acetico 5 N

Soluzione di iodio 0,0333 N

▼B

Soluzione di tiosolfato sodico 0,0333 N

Soluzione di amido: soluzione di amido solubile all'1 % in una soluzione satura di Na Cl.

Il titolo esatto della situazione di iodio e di quella di tiosolfato viene determinato secondo il metodo abituale (per esempio con iodato di potassio).

Procedimento

10 g di zucchero sono introdotti in un pallone di Erlenmeyer da 300 cm³ e sciolti in acqua distillata o demineralizzata. La soluzione viene portata a 100 cm³ aggiungendo acqua. Si aggiungono 10 cm³ della soluzione di Müller (utilizzando una pipetta), si mescola a fondo e si porta in bagno maria bollente per 10 minuti ± 5 secondi. L'ebollizione non si deve interrompere introducendo il pallone nel bagno maria.

I palloni saranno immersi in modo tale che il livello della soluzione sia di 2 cm al di sotto del livello dell'acqua. Allo scadere del tempo di riscaldamento si raffredda rapidamente sotto un getto di acqua corrente. Durante questa operazione non si deve agitare la soluzione poiché altrimenti l'ossigeno dell'aria può riportare in soluzione una parte del precipitato di ossido rameoso.

Alla soluzione raffreddata si aggiungono 5 cm³ di acido acetico 5 N e si aggiunge, subito dopo e senza mescolare, un eccesso noto di soluzione di iodio 0,0333 N (fra 20 e 40 cm³).

È solo a partire da questo momento che si può disciogliere il precipitato agitando la soluzione. L'eccesso di iodio è titolato per ritorno con una soluzione di tiosolfato 0,0333 N.

Si deducono le correzioni appresso elencate dal valore ottenuto per il consumo di iodio (cm³) e che noi chiamiamo «valore a caldo»:

- il «valore del bianco» che è costituito dal consumo di iodio relativo ad un saggio nel quale s'introduce dell'acqua invece della soluzione di zucchero e che viene fatto in modo identico a quello descritto per il «valore a caldo». Questa correzione viene fatta una sola volta per ciascuna preparazione di soluzione di Müller. Quando si adoperano dei reattivi puri non si oltrepassa 0,1 cm³.
- il «valore a freddo» che è costituito dal consumo di iodio relativo ad un saggio in cui la miscela della soluzione zuccherina e della soluzione di Müller non viene riscaldata, ma che viene lasciata riposare a temperatura ambiente per 10 minuti prima di aggiungere l'acido acetico.
- la «correzione per il saccarosio» che corrisponde all'azione riduttrice del saccarosio. Nelle condizioni descritte (uso di 10 g di zucchero), essa è uguale a 2,0 cm³.

Dopo detrazione di queste tre correzioni si ottiene un consumo di soluzione di iodio 0,0333 N per il quale 1 cm³ corrisponde ad 1 mg di zucchero invertito nel campione.

1 cm³ di soluzione di iodio corrisponde perciò a 0,01 % di zucchero invertito.

3. Umidità

Metodo Icumsa

Fonte: De Whalley, metodi Icumsa di analisi degli zuccheri, (1964) pag. 44).

Si pesano per lo meno 20 g di zucchero non macinato in una capsula di alluminio a chiusura ermetica, tarata in precedenza, o in un recipiente di vetro con coperchio a smeriglio.

Il diametro di questi recipienti sarà scelto in modo che lo spessore dello strato di zucchero non superi 1 cm. Per un peso di 20 g questo diametro deve essere per lo meno di 6 cm.

Si introduce il campione per tre ore in una stufa a 105 °C. Durante l'essiccamento il coperchio viene rimosso. Per il raffreddamento i recipienti chiusi vengono introdotti in un essiccatore. Si ripesa dopo raffreddamento a temperatura ambiente. Per queste pesate si userà una bilancia analitica avente una sensibilità di 0,1 mg.

$$\text{Umidità \%} = \frac{\text{perdita di peso in grammi}}{\text{grammi di zucchero}} \cdot 100$$