

RICHTLINIE 1999/79/EG DER KOMMISSION**vom 27. Juli 1999****zur Änderung der Dritten Richtlinie 72/199/EG der Kommission zur Festlegung gemeinschaftlicher Analysemethoden für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln****(Text von Bedeutung für den EWR)**

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Gemeinschaft,

gestützt auf die Richtlinie 70/373/EWG des Rates vom 20. Juli 1970 über die Einführung gemeinschaftlicher Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln ⁽¹⁾, zuletzt geändert durch die Akte über den Beitritt Österreichs, Finnlands und Schwedens ⁽²⁾, insbesondere auf Artikel 2,

in Erwägung nachstehender Gründe:

- (1) Gemäß der Richtlinie 70/373/EWG müssen amtliche Untersuchungen von Futtermitteln zur Feststellung, ob die aufgrund der Rechts- und Verwaltungsvorschriften festgelegten Vorschriften hinsichtlich der Beschaffenheit und der Zusammensetzung der Futtermittel erfüllt sind, nach gemeinschaftlichen Probenahmeverfahren und Analysemethoden durchgeführt werden.
- (2) Mit der Dritten Richtlinie 72/199/EWG der Kommission vom 27. April 1972 zur Festlegung gemeinschaftlicher Analysemethoden für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln ⁽³⁾, zuletzt geändert durch die Richtlinie 98/54/EG ⁽⁴⁾, wurden u. a. Analysemethoden für die Bestimmung von Stärke mit Hilfe des polarimetrischen Verfahrens festgelegt.
- (3) Gemäß der Richtlinie 86/174/EWG der Kommission vom 9. April 1986 zur Festlegung der Methode zur Berechnung des Energiegehaltes von Mischfuttermitteln für Geflügel ⁽⁵⁾ ist zur Berechnung des Energiewertes von Mischfuttermitteln für Geflügel in Anwendung von Artikel 10 der Richtlinie 79/373/EWG des Rates vom 2. April 1979 über den Verkehr mit Mischfuttermitteln ⁽⁶⁾, der Stärkegehalt mit Hilfe des polarimetrischen Verfahrens nach der Richtlinie 72/199/EWG, zuletzt geändert durch die Richtlinie 1999/61/EG ⁽⁷⁾, zu bestimmen.
- (4) Gemäß der Richtlinie 96/25/EG des Rates vom 29. April 1996 über den Verkehr mit Futtermittel-Ausgangserzeugnissen, zur Änderung der Richtlinien 70/524/EWG,

74/63/EWG, 82/471/EWG und 93/74/EWG sowie zur Aufhebung der Richtlinie 77/101/EWG ⁽⁸⁾, zuletzt geändert durch die Richtlinie 1999/61/EG, müssen die Mengen einiger Inhaltsstoffe, einschließlich Stärke, auf bestimmten Futtermitteln angegeben werden.

- (5) Angesichts des wissenschaftlichen und technischen Fortschritts ist das polarimetrische Verfahren nicht mehr zur Bestimmung des Stärkegehalts für andere als die Zwecke der genannten Richtlinien der Kommission und des Rates geeignet. Zweck und Anwendungsbereich des polarimetrischen Verfahrens zur Bestimmung von Stärke sind daher einzuschränken.
- (6) Einige Futtermittel bewirken Interferenzen, so daß das polarimetrische Verfahren bei der Bestimmung von Stärke zu falschen Ergebnissen führen könnte. Diese Futtermittel sind daher ausdrücklich anzugeben.
- (7) Die in dieser Richtlinie vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Ständigen Futtermittelausschusses —

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN:

Artikel 1

Anhang I der Richtlinie 72/199/EWG wird gemäß dem Anhang dieser Richtlinie geändert.

Artikel 2

Die Mitgliedstaaten setzen bis spätestens 31. Dezember 1999 die erforderlichen Rechts- und Verwaltungsvorschriften in Kraft, um dieser Richtlinie nachzukommen. Sie setzen die Kommission unverzüglich davon in Kenntnis.

Sie wenden diese Vorschriften ab 1. Januar 2000 an.

Wenn die Mitgliedstaaten diese Vorschriften erlassen, nehmen sie in den Vorschriften selbst oder durch einen Hinweis bei der amtlichen Veröffentlichung auf diese Richtlinie Bezug. Die Mitgliedstaaten regeln die Einzelheiten dieser Bezugnahme.

⁽¹⁾ ABl. L 170 vom 3.8.1970, S. 2.

⁽²⁾ ABl. C 241 vom 29.8.1994, S. 1.

⁽³⁾ ABl. L 123 vom 29.5.1972, S. 6.

⁽⁴⁾ ABl. L 208 vom 24.7.1998, S. 49.

⁽⁵⁾ ABl. L 130 vom 16.5.1986, S. 53.

⁽⁶⁾ ABl. L 86 vom 6.4.1979, S. 30.

⁽⁷⁾ ABl. L 162 vom 26.6.1999, S. 67.

⁽⁸⁾ ABl. L 125 vom 23.5.1996, S. 35.

Artikel 3

Diese Richtlinie tritt am zwanzigsten Tag nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften* in Kraft.

Artikel 4

Diese Richtlinie ist an alle Mitgliedstaaten gerichtet.

Brüssel, den 27. Juli 1999

Für die Kommission

Franz FISCHLER

Mitglied der Kommission

ANHANG

Abschnitt 1 (Bestimmung von Stärke) wird wie folgt ersetzt:

„1. BESTIMMUNG VON STÄRKE**POLARIMETRISCHES VERFAHREN****1. Zweck und Anwendungsbereich**

Die Methode erlaubt die Bestimmung des Gehaltes an Stärke und ihrer Abbauprodukte mit hohem Molekulargewicht in Futtermitteln zum Zweck der Prüfung ihrer Übereinstimmung mit der Richtlinie 86/174/EWG der Kommission und der Richtlinie 96/25/EG des Rates.

2. Prinzip

Die Methode basiert auf einer doppelten Bestimmung. Bei der ersten Bestimmung wird die Probe mit verdünnter Salzsäure heiß behandelt. Nach Klärung und Filtration wird die optische Drehung der Lösung polarimetrisch gemessen.

Bei der zweiten Bestimmung wird die Probe mit 40 % Äthanol extrahiert. Nach Behandlung des Filtrats mit Salzsäure wird geklärt, filtriert und die optische Drehung unter den gleichen Bedingungen wie bei der ersten Bestimmung gemessen.

Der Unterschied zwischen den beiden Messungen, multipliziert mit einem bekannten Faktor, ergibt den Stärkegehalt der Probe.

3. Reagenzien

3.1. 25 % (G/G) Salzsäure, D: 1,126.

3.2. 1,128 % Salzsäure (GN).

Die Konzentration muß durch Titration mit 0,1 N Natriumhydroxidlösung in Gegenwart von 0,1 % Methylrot (G/V) in 94 % Äthanol 94 (V/V) geprüft werden. 10 ml = 30,94 ml 0,1 N NaOH.

3.3. Carrez-Lösung I: 21,9 g Zinkacetat $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ und 3 g Eisessig werden in Wasser gelöst und auf 100 ml mit Wasser aufgefüllt.

3.4. Carrez-Lösung II : 10,6 g Kaliumhexacyanoferrat (II), $[\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6)] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ werden in Wasser gelöst und auf 100 ml mit Wasser aufgefüllt.

3.5. 40 % Äthanol (V/V), D: 0,948 bei 20 °C.

4. Geräte

4.1. 250-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen und Rückflußkühler.

4.2. Polarimeter oder Saccharimeter.

5. Ausführung**5.1. Vorbereitung der Probe**

Die Probe muß so fein gemahlen werden, daß sie vollständig durch ein Rundlochsieb von 0,5 mm Lochdurchmesser hindurchgeht.

5.2. Bestimmung der gesamten optischen Drehung (P oder S) (siehe Bemerkung 7.1)

2,5 g der gemahlenen Probe werden auf 1 mg genau in einen 100-ml-Meßkolben eingewogen und 25 ml Salzsäure (3.2) hinzugefügt. Der Kolben wird geschüttelt, bis sich die Substanz gut verteilt hat; dann werden weitere 25 ml Salzsäure (3.2) hinzugegeben. Der Kolben wird in ein Bad mit kochendem Wasser gestellt und während der ersten 3 Minuten kräftig und regelmäßig umgeschüttelt, um die Bildung von Klumpen zu verhindern. Die in dem Wasserbad enthaltene Wassermenge muß ausreichen, um das Wasser auch dann noch über dem Siedepunkt zu halten, wenn der Kolben eingetaucht wird. Während des Schüttelns darf der Kolben nicht aus dem Wasser herausgenommen werden. Nach genau 15 Minuten wird der Kolben aus dem Wasserbad entfernt, 30 ml kaltes Wasser hinzugefügt und unverzüglich auf 20 °C abgekühlt.

Es werden 5 ml Carrez-Lösung I (3.3) hinzugefügt und 1 Minute geschüttelt; anschließend werden 5 ml Carrez-Lösung II (3.4) hinzugefügt und es wird nochmals 1 Minute geschüttelt. Dann wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt, umgeschüttelt und filtriert. Ist das Filtrat nicht vollständig klar (was selten vorkommt), muß die Bestimmung mit größeren Mengen Carrez-Lösungen I und II, z. B. 10 ml, wiederholt werden.

Anschließend wird die optische Drehung der Lösung in einem 200-mm-Rohr mit einem Polarimeter oder einem Saccharimeter gemessen.

5.3. Bestimmung der optischen Drehung (P' oder S') der in Äthanol 40 v. H. löslichen Substanzen

5 g der Probe werden auf 1 mg genau in einen 100-ml-Meßkolben eingewogen und etwa 80 ml Äthanol (3.5) hinzugefügt (siehe Bemerkung 7.2). Anschließend wird der Kolben 1 Stunde lang bei Raumtemperatur stehengelassen und währenddessen sechsmal kräftig geschüttelt, damit sich die Substanz gut mit dem Äthanol vermischt. Es wird mit Äthanol (3.5) zur Marke aufgefüllt, umgeschüttelt und filtriert. 50 ml des Filtrats (= 2,5 g der Probe) werden in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben abpipettiert und 2,1 ml Salzsäure (3.1) hinzugefügt; der Kolben wird kräftig geschüttelt, an einen Rückflußkühler angeschlossen und in ein Bad mit siedendem Wasser gesetzt. Nach genau 15 Minuten wird der Erlenmeyerkolben aus dem Wasserbad herausgenommen und der Inhalt in einen 100-ml-Meßkolben mit einer kleinen Menge von kaltem Wasser überspült; anschließend wird auf eine Temperatur von 20 °C abgekühlt.

Darauf wird mit den Carrez-Lösungen I (3.3) und II (3.4) geklärt, mit Wasser zur Marke aufgefüllt, geschüttelt und filtriert und die optische Drehung gemessen, wie unter 5.2 zweiter und dritter Absatz beschrieben.

6. Berechnung der Ergebnisse

Der Stärkegehalt (%) wird wie folgt berechnet:

6.1. Polarimetrische Messungen

$$\text{Stärkegehalt (\%)} = \frac{2000 (P - P')}{[\alpha]_D^{20^\circ}}$$

P = Optische Drehung insgesamt in Winkelgrad

P' = Optische Drehung in Winkelgrad der in Äthanol löslichen Substanzen

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = Spezifische optische Drehung von reiner Stärke. Folgende numerische Werte sind allgemein anerkannt:

- + 185,9°: Reisstärke
- + 185,4°: Kartoffelstärke
- + 184,6°: Maisstärke
- + 182,7°: Weizenstärke
- + 181,5°: Gerstenstärke
- + 181,3°: Haferstärke
- + 184,0°: andere Stärkearten sowie Stärkegemische bei Mischfuttermitteln

6.2. Saccharimetrische Messungen

$$\text{Stärkegehalt (\%)} = \frac{2000}{[\alpha]_D^{20^\circ}} \times \frac{(2N \times 0,665) \times (S - S')}{100} - \frac{26,6 N \times (S - S')}{[\alpha]_D^{20^\circ}}$$

S = Optische Drehung insgesamt in Saccharimeter-Grad

S' = Optische Drehung in Saccharimeter-Grad der in Äthanol löslichen Substanzen

N = Gewicht (g) von Saccharose in 100 ml Wasser, das bei Messung mit einem 200-mm-Rohr eine optische Drehung von 100 Saccharimeter-Grad bewirkt

16,29 g für die französischen Saccharimeter

26,00 g für die deutschen Saccharimeter.

20,00 g für gemischte Saccharimeter.

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = Spezifische optische Drehung von reiner Stärke (siehe 6.1)

6.3. Wiederholbarkeit

Der Unterschied zwischen zwei Parallelbestimmungen darf bei ein und derselben Probe bei Stärkegehalten von weniger als 40 % 0,4 % absolut und bei Gehalten von 40 % und mehr 1,1 % relativ nicht überschreiten.

7. Bemerkungen

7.1. Enthält die Probe mehr als 6 % Carbonate, berechnet als Calciumcarbonat, so müssen diese vor der Bestimmung der gesamten optischen Drehung durch Behandlung mit der genau notwendigen Menge verdünnter Schwefelsäure zerstört werden.

7.2. Bei Erzeugnissen mit hohem Laktosegehalt, z.B. bei Molkenpulver oder Magermilchpulver, wird nach Zusatz von 80 ml Äthanol (3.5) wie folgt verfahren: Der Meßkolben wird mit einem Rückflußkühler versehen und während 30 Minuten in ein Wasserbad von 50 °C getaucht. Nach Abkühlen wird das Verfahren wie unter 5.3 beschrieben fortgeführt.

7.3. Folgende Futtermittelbestandteile führen bei größeren Mengen in Futtermitteln erwiesenermaßen zu Interferenzen bei der Bestimmung des Stärkegehaltes durch das polarimetrische Verfahren und könnten so falsche Ergebnisse zur Folge haben:

- (Zucker-) Rübenerzeugnisse wie z. B. (Zucker-) Rübenpülpe, (Zucker-) Rübenmelasse, (Zucker-) Rübenpülpe — melassiert, (Zucker-) Rübenvinasse, (Rüben-) Zucker;
 - Zitruspülpe;
 - Lein; Leinkuchen; Leinextraktionsschrot;
 - Rapssaat; Rapskuchen; Rapsextraktionsschrot; Rapsschalen;
 - Sonnenblumensaat; Sonnenblumenextraktionsschrot; Sonnenblumenextraktionsschrot aus teilgeschälter Saat;
 - Kokoskuchen; Kokosextraktionsschrot;
 - Kartoffelpülpe;
 - Trockenhefe;
 - Erzeugnisse mit hohem Inulingehalt (z. B. Topinambur-Chips und Mehl);
 - Grieben.“
-