

KOMMISSIONENS DIREKTIV 1999/79/EF

af 27. juli 1999

om ændring af tredje direktiv 72/199/EØF om fastsættelse af fællesskabsanalysemetoder til officiel kontrol af foderstoffer

(EØS-relevant tekst)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets direktiv 70/373/EØF af 20. juli 1970 om indførelse af fællesskabsprøveudtagningsmåder og -analysemetoder for så vidt angår den officielle kontrol med foderstoffer⁽¹⁾, senest ændret ved akten vedrørende Østrigs, Finlands og Sveriges tiltrædelse⁽²⁾, særlig artikel 2, og

ud fra følgende betragtninger:

(1) Ifølge direktiv 70/373/EØF skal den officielle kontrol af foderstoffer til konstatering af, om de betingelser, der er fastsat på grundlag af administrativt eller ved lov fastsatte bestemmelser om foderstoffernes beskaffenhed og sammensætning, er opfyldt, foretages efter fællesskabsprøveudtagningsmåder og -analysemetoder;

(2) i Kommissionens tredje direktiv 72/199/EØF af 27. april 1972 om fastsættelse af fællesskabsanalysemetoder til officiel kontrol af foderstoffer⁽³⁾, senest ændret ved Kommissionens direktiv 98/54/EF⁽⁴⁾, er der bl.a. fastsat analysemetoder til bestemmelse af stivelse efter den polarimetriske metode;

(3) ifølge Kommissionens direktiv 86/174/EØF af 9. april 1986 om fastsættelse af metoden til beregning af næringsværdien i foderblanding til fjerkræ⁽⁵⁾ skal stivelsesindholdet bestemmes efter den polarimetriske metode som beskrevet i direktiv 72/199/EØF ved beregning af næringsværdien af foderblandinger til fjerkræ, jf. artikel 10 i Rådets direktiv 79/373/EØF af 2. april 1979 om handel med foderblandinger⁽⁶⁾, senest ændret ved Kommissionens direktiv 1999/61/EF⁽⁷⁾;

(4) ifølge Rådets direktiv 96/25/EF af 29. april 1996 om omsætning af fodermidler og om ændring af direktiv 70/524/EØF, 74/63/EØF, 82/471/EØF og 93/74/EØF

samt om ophævelse af direktiv 77/101/EØF⁽⁸⁾, senest ændret ved Kommissionens direktiv 1999/61/EF, skal indholdet af visse analytiske bestanddele, herunder stivelse, deklareret på nogle fodermidler;

(5) på baggrund af de videnskabelige og tekniske fremskridt er den polarimetriske metode ikke længere hensigtsmæssig til bestemmelse af stivelsesindholdet til andre formål end dem, der er omfattet af de ovennævnte kommissions- og rådsdirektiver; formålet med og anvendelsen af den polarimetriske metode bør derfor begrænses til bestemmelse af stivelse;

(6) nogle fodermidler interfererer, således at den polarimetriske metode til bestemmelse af stivelse kan give forkerte resultater; disse fodermidler bør derfor udtrykkeligt nævnes;

(7) de i dette direktiv fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Den Stående Foderstofkomité —

UDSTEDT FØLGENDE DIREKTIV:

Artikel 1

Bilag I til direktiv 72/199/EØF ændres som anført i bilaget til nærværende direktiv.

Artikel 2

Medlemsstaterne sætter de nødvendige love og administrative bestemmelser i kraft for at efterkomme dette direktiv senest den 31. december 1999. De underretter straks Kommissionen herom.

De anvender foranstaltningerne fra den 1. januar 2000.

Disse love og bestemmelser skal ved vedtagelsen indeholde en henvisning til dette direktiv eller skal ved offentliggørelsen ledsages af en sådan henvisning. De nærmere regler for henvisningen fastsættes af medlemsstaterne.

⁽¹⁾ EFT L 170 af 3.8.1970, s. 2.

⁽²⁾ EFT C 241 af 29.8.1994, s. 1.

⁽³⁾ EFT L 123 af 29.5.1972, s. 6.

⁽⁴⁾ EFT L 208 af 24.7.1998, s. 49.

⁽⁵⁾ EFT L 130 af 16.5.1986, s. 53.

⁽⁶⁾ EFT L 86 af 6.4.1979, s. 30.

⁽⁷⁾ EFT L 162 af 26.6.1999, s. 67.

⁽⁸⁾ EFT L 125 af 23.5.1996, s. 35.

Artikel 3

Dette direktiv træder i kraft på tyvendedagen efter offentliggørelsen i *De Europæiske Fællesskabers Tidende*.

Artikel 4

Dette direktiv er rettet til medlemsstaterne.

Udfærdiget i Bruxelles, den 27. juli 1999.

På Kommissionens vegne

Franz FISCHLER

Medlem af Kommissionen

BILAG

Afsnit 1 (Bestemmelse af stivelse) affattes således:

»1. **BESTEMMELSE AF STIVELSE**

POLARIMETRISK METODE

1. Formål og anvendelsesområde

Denne metode gør det muligt at bestemme indholdet af stivelse og nedbrydningsprodukter heraf med høj molekylvægt i foderstoffer til kontrol af, om bestemmelserne i direktiv 86/174/EØF og direktiv 96/25/EF er overholdt.

2. Princip

Metoden er baseret på en dobbelt bestemmelse. Ved den første bestemmelse behandles prøven i varm tilstand med fortyndet saltsyre. Efter klaring og filtrering måles opløsningens optiske drejning polarimetrisk.

Ved den anden bestemmelse ekstraheres prøven med 40 % ethanol. Efter behandling af filtratet med saltsyre klares og filtreres, og den optiske drejning måles under samme betingelser som ved den første bestemmelse.

Forskellen mellem de to målinger, multipliceret med en kendt faktor, giver prøvens stivelsesindhold.

3. Reagenser

3.1. 25 % (w/w) saltsyre, mf. 1,126.

3.2. 1,128 % (w/v) saltsyre.

Koncentrationen skal kontrolleres, ved titrering med 0,1 N natriumhydroxydopløsning under tilstedeværelse af 0,1 % (w/v) metylrødt i 94 % (v/v) ethanol. 10 ml = 30,94 ml NaOH 0,1 N.

3.3. Carrez-opløsning I: 21,9 g zinkacetat $\text{ZN}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ og 3 g iseddike opløses i vand, og der fyldes op med vand til 100 ml.

3.4. Carrez-opløsning II: 10,6 g kaliumhexacyanoferrat $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ opløses i vand, og der fyldes op med vand til 100 ml.

3.5. 40 % (v/v) ethanol, mf. 0,948 ved 20 °C.

4. Apparatur

4.1. 250 ml Erlenmeyerkolbe med standardslibhals og tilbageløbssvaler.

4.2. Polarimeter eller saccharimeter.

5. Procedure**5.1. Tilberedning af prøven**

Prøven formales så fint, at den passerer en sigte med runde huller fuldstændigt (huldiameter 0,5 mm).

5.2. Bestemmelse af den totale optiske drejning (P eller S) (se bemærkning 7.1)

2,5 g af den formalede prøve afvejes med 1 mg nøjagtighed i en 100 ml målekolbe, og der tilsættes 25 ml saltsyre (3.2). Kolben rystes, indtil prøvematerialet er jævnt fordelt, og der tilsættes yderligere 25 ml saltsyre (3.2). Derefter nedsænkes kolben i et kogende vandbad. I de første 3 minutter rystes kolben kraftigt og med regelmæssige mellemrum for at forhindre klumpdannelse. Vandmængden i vandbadet skal være tilstrækkelig til fortsat at holde vandet i kog, når kolben nedsænkes. Under omrystningen må kolben ikke tages op af vandbadet. Efter nøjagtig 15 minutter tages kolben op af vandbadet, hvorefter der tilsættes 30 ml koldt vand og straks afkøles til 20 °C.

Der tilsættes 5 ml Carrez-opløsning I (3.3) og omrystes 1 minut. Derpå tilsættes 5 ml Carrez-opløsning II (3.4), og der omrystes atter 1 minut. Der fyldes op med vand til mærket, omrystes og filtreres: Hvis filtratet ikke er fuldstændig klart, hvilket sjældent forekommer, skal bestemmelsen gentages med en større mængde Carrez-opløsning I og II, fx 10 ml.

Opløsningens optiske drejning måles i et 200 mm rør med et polarimeter eller et saccharimeter.

5.3. *Bestemmelse af den optiske drejning (P' eller S') for de i 40 % ethanol opløselige stoffer.*

5 g af prøven afvejes med 1 mg nøjagtighed i en 100 ml målekolbe, og der tilsættes ca. 80 ml ethanol (3.5) (se bemærkning 7.2). Kolben henstilles en time ved rumtemperatur. I dette tidsrum rystes kolben kraftigt seks gange, så prøvematerialet blandes godt med ethanol. Der fyldes op med ethanol (3.5) til mærket, omrystes og filtreres. 50 ml af filtratet (= 2,5 g af prøven) afpipetteres i en 250 ml Erlenmeyerkolbe, og der tilsættes 2,1 ml saltsyre (3.1). Kolben rystes kraftigt, sluttes til en tilbageløbssvæler og nedsænkes i et bad med kogende vand. Efter nøjagtig 15 minutter tages Erlenmeyerkolben op af vandbadet, og indholdet skylles over i en 100 ml målekolbe med en lille mængde koldt vand og afkøles til 20 °C. Derpå klares med Carrezopløsning I (3.3) og II (3.4), fyldes op med vand til mærket, omrystes og filtreres, og den optiske drejning måles som beskrevet under 5.2, andet og tredje afsnit.

6. **Beregning af resultaterne**

Indholdet af stivelse (%) beregnes som følger:

6.1. *Polarimetrisk målinger*

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

P = total optisk drejning i cirkelgrader

P' = optisk drejning i cirkelgrader af de i ethanol opløselige stoffer

$[\alpha]_{\text{D}}^{20^\circ}$ = den rene stivelses specifikke drejning. Til denne faktor anvendes følgende generelt accepterede værdier:

- + 185,9°: risstivelse
- + 185,4°: kartoffelstivelse
- + 184,6°: majsstivelse
- + 182,7°: hvedestivelse
- + 181,5° bygstivelse
- + 181,3° havrestivelse
- + 184,0° andre typer stivelse og stivelsesblandinger i foderblandinger

6.2. *Saccharimetrisk målinger*

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

S = total optisk drejning i saccharimetergrader

S' = optisk drejning i saccharimetergrader af de i 40 % ethanol opløselige stoffer

N = vægt af saccharose i g i 100 ml vand ved en vejlængde på 200 mm giver en optisk drejning på 100 saccharimetergrader. Denne vægt varierer alt efter saccharimetertype:

- 16,29 g for franske saccharimetre
- 26,00 g for tyske saccharimetre
- 20,00 g for blandede saccharimetre.

$[\alpha]_{\text{D}}^{20^\circ}$ = den rene stivelses specifikke drejningsevne (se 6.1)

6.3. *Repeterbarhed*

Forskellen mellem resultaterne af to parallelbestemmelser af samme prøve må ved indhold på under 40 % stivelse ikke være mere end 0,4 % absolut og ved indhold på 40 % og derover ikke mere end 1,1 % relativt.

7. **Bemærkninger**

7.1. Hvis prøven indeholder mere end 6 % karbonater, beregnet som calciumkarbonat, skal de destrueres med den nøjagtige mængde fortyndet svovlsyre inden bestemmelsen af den totale optiske drejning.

7.2. For produkter med højt laktoseindhold, fx mælkeserum i pulverform eller skummetmælkspulver, anvendes efter tilsætning af 80 ml ethanol (3.5) følgende fremgangsmåde: Kolben tilsluttes en tilbageløbssvæler og nedsænkes i et vandbad på 50 °C i 30 minutter. Efter afkøling fortsættes som beskrevet under 5.3.

7.3. Ved tilstedeværelse i foderstoffer i større mængde kan følgende fodermidler interferere ved bestemmelse af stivelsesindholdet efter den polarimetriske metode, som derved kan give forkerte resultater:

- (sukker)roeprodukter, såsom (sukker)roesnitte, (sukker)roemelasse, (sukker)roesnitte, ekstraherede, tilsat melasse, (sukker)roevinase, (roe)sukker
 - citruskvas
 - hørfrø, hørfrøkage, hørfrøskrå
 - rapsfrø, rapskage, rapsskrå, rapsskaller
 - solsikkefrø, solsikkekrå, solsikkekrå, delvis afskallet
 - kokoskage, kokoskrå
 - kartoffelkvas
 - tørret gær
 - produkter med stort inulinindhold (fx snitte og skrå af jordskokker)
 - grever.«
-