

31999L0079

7.8.1999

DZIENNIK URZĘDOWY WSPÓLNOT EUROPEJSKICH

L 209/23

DYREKTYWA KOMISJI 1999/79/WE**z dnia 27 lipca 1999 r.****zmieniająca trzecią dyrektywę Komisji 72/199/EWG z dnia 27 kwietnia 1972 r. ustalającą wspólnotowe metody analiz do celów urzędowej kontroli pasz****(Tekst mający znaczenie dla EOG)**

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając dyrektywę Rady 70/373/EWG z dnia 20 lipca 1970 r. w sprawie wprowadzenia wspólnotowych metod pobierania próbek i analizy do celów urzędowej kontroli pasz ⁽¹⁾, ostatnio zmienioną Aktem Przystąpienia Austrii, Finlandii i Szwecji ⁽²⁾, w szczególności jej art. 2,

a także mając na uwadze, co następuje:

- (1) Dyrektywa 70/373/EWG przewiduje, że urzędowe kontrole pasz w celu sprawdzenia zgodności z wymaganiami wynikającymi z przepisów ustawowych, wykonawczych i administracyjnych regulujących ich jakość i skład muszą być przeprowadzane wykorzystując wspólnotowe metody pobierania próbek i analiz.
- (2) Trzecia dyrektywa Komisji 72/199/EWG z dnia 27 kwietnia 1972 r. ustalająca wspólnotowe metody analiz do celów urzędowej kontroli pasz ⁽³⁾, ostatnio zmieniona dyrektywą Komisji 98/54/WE ⁽⁴⁾, ustala metody analiz w odniesieniu do, między innymi, oznaczania ilości skrobi metodą polarymetryczną.
- (3) Dyrektywa Komisji 86/174/EWG z dnia 9 kwietnia 1986 r. określająca metodę obliczania wartości energetycznej mieszanek paszowych dla drobiu ⁽⁵⁾ ustala, że w celu obliczenia wartości energetycznej mieszanki paszowej dla drobiu, w zastosowaniu art. 10 dyrektywy Rady 79/373/EWG z dnia 2 kwietnia 1979 r. w sprawie obrotu mieszankami paszowymi ⁽⁶⁾, ostatnio zmienionej dyrektywą Komisji 1999/61/WE ⁽⁷⁾, należy ustalić zawartość skrobi metodą polarymetryczną, zgodnie z dyrektywą Komisji 72/199/EWG.
- (4) Dyrektywa Rady 96/25/WE z dnia 29 kwietnia 1996 r. w sprawie obrotu materiałami paszowymi, zmieniająca dyrektywy 70/524/EWG, 74/63/EWG, 82/471/EWG i 93/74/EWG oraz uchylająca dyrektywę 77/101/EWG ⁽⁸⁾, ostatnio zmieniona dyrektywą 1999/61/WE, wymaga aby na niektórych materiałach paszowych obowiązkowo podawane były informacje o ilościach niektórych składników analitycznych, w tym skrobi.

- (5) W świetle postępu w dziedzinie naukowej i technologicznej metoda polarymetryczna nie jest już właściwa w odniesieniu do ustalania zawartości skrobi do celów innych niż wspomniane w wyżej wymienionych dyrektywach Komisji i Rady; z tego względu właściwe jest ograniczenie celu i zakresu metody polarymetrycznej do celów określania ilości skrobi.
- (6) Niektóre materiały paszowe powodują zakłócenia, w związku z którymi metoda polarymetryczna oznaczania ilości skrobi może prowadzić do otrzymania błędnych wyników; z tego względu właściwe jest aby wyraźnie wymienić materiały paszowe.
- (7) Środki przewidziane w niniejszej dyrektywie są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Pasz,

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

Artykuł 1

W załączniku I do dyrektywy Komisji 72/199/EWG wprowadza się zmiany zgodnie z załącznikiem do niniejszej dyrektywy.

Artykuł 2

Państwa Członkowskie wprowadzają w życie nie później niż do 31 grudnia 1999 r. przepisy ustawowe, wykonawcze i administracyjne niezbędne do wykonania niniejszej dyrektywy. Niezwłocznie informują o tym Komisję.

Państwa Członkowskie zastosują te środki z dniem 1 stycznia 2000 r.

Przepisy przyjęte przez Państwa Członkowskie zawierają odniesienie do niniejszej dyrektywy lub odniesienie takie towarzyszy ich urzędowej publikacji. Metody dokonywania takiego odniesienia określone są przez Państwa Członkowskie.

⁽¹⁾ Dz.U. L 170 z 3.8.1970, str. 2.⁽²⁾ Dz.U. C 241 z 29.8.1994, str. 1.⁽³⁾ Dz.U. L 123 z 29.5.1972, str. 6.⁽⁴⁾ Dz.U. L 208 z 24.7.1998, str. 49.⁽⁵⁾ Dz.U. L 130 z 16.5.1986, str. 53.⁽⁶⁾ Dz.U. L 86 z 6.4.1979, str. 30.⁽⁷⁾ Dz.U. L 162 z 26.6.1999, str. 67.⁽⁸⁾ Dz.U. L 125 z 23.5.1996, str. 35.

Artykuł 3

Niniejsza dyrektywa wchodzi w życie dwudziestego dnia po jej opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Wspólnot Europejskich*.

Artykuł 4

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 27 lipca 1999 r.

W imieniu Komisji
Franz FISCHLER
Członek Komisji

ZAŁĄCZNIK

Sekcja I (Oznaczenie skrobi) otrzymuje brzmienie:

„1. OZNACZANIE SKROBI

METODA POLARYMETRYCZNA

1. Cel i zakres

Metoda ta umożliwia oznaczenie zawartości skrobi i produktów rozkładu skrobi o wysokiej masie cząsteczkowej w paszach, w celu sprawdzenia zgodności z dyrektywą Komisji 86/174/EWG i dyrektywą Rady 96/25/WE.

2. Zasada

Metoda składa się z dwóch oznaczeń. W pierwszym, podgrzana próbka jest poddawana działaniu rozcieńzonego kwasu solnego. Po sklarowaniu i przefiltrowaniu roztworu dokonuje się pomiaru jego skręcalności optycznej metodą polarymetryczną.

W drugim oznaczeniu próbka jest ekstrahowana roztworem 40 % alkoholu etylowego. Po zakwaszeniu filtratu kwasem solnym, sklarowaniu i przefiltrowaniu mierzy się skręcalność optyczną, tak samo jak w pierwszym oznaczeniu.

Różnica między dwoma pomiarami, pomnożona przez znany współczynnik, daje zawartość skrobi w próbce.

3. Odczynniki

3.1. 25 % (m/m) kwasu solnego, d: 1,126 g/ml.

3.2. 1,128 % (m/v) kwasu solnego.

Stężenie należy sprawdzić przez miareczkowanie, wykorzystując roztwór wodorotlenku sodu 0,1 mol/l w obecności 0,1 % (m/v) roztworu czerwieni metylowej w 94 % (v/v) alkoholu etylowego. 10 ml = 30,94 ml NaOH 0,1 mol/l.

3.3. Roztwór Carreza I: rozpuścić 21,9 g octanu cynku $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ i 3 g lodowatego kwasu octowego w wodzie. Uzupełnić wodą do objętości 100 ml.

3.4. Roztwór Carreza II: rozpuścić 10,6 g żelazocyjanku potasu $[K_4(Fe(CN)_6)] \cdot 3H_2O$ w wodzie. Uzupełnić wodą do objętości 100 ml.

3.5. 40 % (v/v) etanolu, d: 0,948 g/ml w temperaturze 20 °C.

4. Aparatura

4.1. Kolba Erlenmeyera ze standardowym szklanym szlifowanym złączem i chłodnicą zwrotną o pojemności 250 ml.

4.2. Polarymetr lub sacharymetr.

5. Procedura

5.1. Przygotowanie próbki

Rozdrobnić próbkę, aż wszystkie cząstki będą mogły przejść przez sito o średnicy otworów 0,5 mm.

5.2. Określenie całkowitej skręcalności optycznej (P lub S) (patrz ppkt 7.1)

Odważyć 2,5 g rozdrobnionej próbki z dokładnością do 1 mg i umieścić ją w szklanej kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml. Dodać 25 ml kwasu solnego (3.2), wymieszać i dodać następne 25 ml kwasu solnego (3.2). Umieścić kolbę w gorącej łaźni wodnej, wstrząsając nią mocno i równomiernie przez trzy minuty, celem zapobieżenia wytworzeniu się skupień. Ilość wody musi być wystarczająca, tak aby pozostała ona w stanie wrzenia, kiedy kolba zostanie do niej włożona. Podczas mieszania kolba musi pozostać w wodzie. Dokładnie po 15 minutach wyciągnąć z łaźni, dodać 30 ml zimnej wody i niezwłocznie schłodzić do 20 °C.

Dodać 5 ml roztworu Carreza I (3.3) i wstrząsać przez minutę. Następnie dodać 5 ml roztworu Carreza II (3.4) i znowu wstrząsać przez minutę. Dopełnić do objętości wodą, wymieszać i przefiltrować. Jeśli filtrat nie jest idealnie klarowny (co zdarza się rzadko), powtórzyć oznaczenie używając większej ilości roztworów Carreza I i II, (na przykład po 10 ml każdego).

Za pomocą polarymetru lub sacharymetru zmierzyć skręcalność optyczną roztworu w rurce polarymetrycznej o długości 200 mm.

5.3. Oznaczenie skręcalności optycznej (*P* lub *S*) substancji rozpuszczalnych w 40 % roztworze alkoholu etylowego

Odważyć 5 g próbki z dokładnością do 1 mg, umieścić w szklanej kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml i dodać 80 ml alkoholu etylowego (3.5) (patrz uwaga 7.2). Pozostawić kolbę na godzinę w temperaturze pokojowej; w tym czasie wstrząsać mocno sześć razy, tak aby badana próbka była dobrze wymieszana z alkoholem etylowym. Dopełnić etanolem (3.5), wymieszać i przefiltrować. Odpipetować 50 ml filtratu (= 2,5 g próbki) i umieścić w kolbie Erlenmeyera o objętości 250 ml, dodać 2,1 ml kwasu solnego (3.1) i mocno potrząsnąć. Przymocować chłodnicę zwrotną do kolby Erlenmeyera i włożyć ją do wrzącej łaźni wodnej. Dokładnie po 15 min. wyciągnąć kolbę Erlenmeyera z łaźni, przełożyć zawartość do szklanej kolby pomiarowej o pojemności 100 ml skrapiając ją lekko zimną wodą i ostudzić do temp. 20°C. Klarować, używając roztworów Carreza I (3.3) i II (3.4), dopełnić wodą, wymieszać, przefiltrować i zmierzyć skręcalność optyczną, stosownie do wskazań w akapicie drugim i trzecim ppkt 5.2.

6. Obliczanie wyników

Zawartość skrobi (%) oblicza się w następujący sposób:

6.1. Pomiar przeprowadzone polarymetrem

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

P = całkowita skręcalność optyczna w stopniach kątowych

P' = skręcalność optyczna w stopniach kątowych substancji rozpuszczalnych w 40 % (v/v) alkoholu etylowego

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = szczególna skręcalność optyczna czystej skrobi. Wartości numeryczne przyjmowane zwyczajowo za współczynniki są następujące:

+185,9°: skrobia ryżowa

+185,4°: skrobia ziemniaczana

+184,6°: skrobia kukurydziana

+182,7°: skrobia pszeniczna

+181,5°: skrobia jęczmienna

+181,3°: skrobia owsiana

+184,0°: inne rodzaje skrobi i mieszanek skrobi w mieszankach paszowych

6.2. Pomiary przeprowadzone sacharymetrem

$$\text{Zawartość skrobi (\%)} = \frac{2000}{[\alpha]_D^{20^\circ}} \times \frac{(2N \times 0,0665) \times (S - S')}{100} - \frac{26,6 N \times (S - S')}{[\alpha]_D^{20^\circ}}$$

S = całkowita skręcalność optyczna w stopniach sacharymetrycznych

S' = skręcalność optyczna w stopniach sacharymetrycznych substancji rozpuszczalnych w 40 % (v/v) alkoholu etylowym

N = masa (w g) sacharozy w 100 ml wody wytrzymująca skręcalność optyczną 100 stopni sacharymetrycznych podczas pomiaru rurką o grubości 200 mm

16,29 g dla sacharymetrów francuskich

26,00 g dla sacharymetrów niemieckich

20,00 g dla sacharymetrów mieszanych.

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = szczególna skręcalność optyczna czystej skrobi (patrz ppkt 6.1)

6.3 Powtarzalność

Różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń przeprowadzonych na tej samej próbce nie może przekraczać 0,4 wartości bezwzględnej dla zawartości skrobi niższej niż 40 % i 1,1 % odpowiednio dla zawartości skrobi równej lub wyższej niż 40 %.

7. Uwagi

7.1. Jeśli próbka zawiera więcej niż 6 % węglanów, wyrażonych jako węglan wapnia, to muszą one zostać związane poprzez dodanie odpowiedniej ilości rozcieńczonego kwasu siarkowego, jeszcze przed przystąpieniem do oznaczenia całkowitej skręcalności optycznej.

7.2. W przypadku produktów o dużej zawartości laktozy, takich jak na przykład sproszkowane mleko lub odtłuszczone mleko w proszku, należy postępować w niżej opisany sposób: po dodaniu 80 ml etanolu (3.5), nałożyć chłodnicę zwrotną na kolbę i zanurzyć ją na 30 minut w łaźni wodnej o temperaturze 50 °C. Pozostawić do wystygnięcia. Dalej postępować jako opisano w ppkt 5.3.

- 7.3. W przypadku gdy następujące materiały paszowe występują w dużych ilościach w paszach mogą one powodować zakłócenia w czasie oznaczania zawartości skrobi metodą polarymetryczną i w związku z tym uzyskane wyniki mogą być niewłaściwe:
- (cukier) produkty z buraków, takie jak (cukier) wysłodki buraczane, (cukier) melasa, (cukier) wysłodki buraczane melasowane, (cukier) wywar melasowy, (burak) cukier,
 - wysłodki owoców cytrusowych,
 - siemię lniane; siemię ekspeler, siemię ekspeler ekstrahowane,
 - ziarna rzepaku; prasa rzepakowa, poekstrakcyjna prasa rzepakowa; łuski rzepaku,
 - ziarna słonecznika; ekstrahowane ziarno słonecznika; ziarno słonecznika częściowo obłuszczone, ekstrahowane,
 - kopra ekspeler; kopra ekstrahowana,
 - pulpa ziemniaczana,
 - drożdże suszone,
 - produkty bogate w inulinę (np. chrupki i mączka z bulwy (topinamburu);
 - skwarki.”
-