

31999L0079

7.8.1999

URADNI LIST EVROPSKIH SKUPNOSTI

L 209/23

DIREKTIVA KOMISIJE 1999/79/ES**z dne 27. julija 1999****o spremembi Tretje direktive Komisije 72/199/EGS z dne 27. aprila 1972 o določitvi analitskih metod Skupnosti za uradni nadzor krme****(Besedilo velja za EGP)**

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti,

ob upoštevanju Direktive Sveta 70/373/EGS z dne 20. julija 1970 o uvedbi metod vzorčenja in analiz Skupnosti za uradni nadzor krme ⁽¹⁾, kakor je bila nazadnje spremenjena z Aktom o pristopu Avstrije, Finske in Švedske ⁽²⁾, in zlasti člena 2 Direktive,

(1) ker Direktiva 70/373/EGS določa, da je uradni nadzor krme za preverjanje izpolnjevanja zahtev, določenih z zakoni in drugimi predpisi v zvezi s kakovostjo in sestavo krme, treba izvajati s postopki vzorčenja in analiz Skupnosti;

(2) ker Tretja direktiva Komisije 72/199/EGS z dne 27. aprila 1972 o določitvi analitskih metod Skupnosti za uradni nadzor krme ⁽³⁾, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 98/54/ES ⁽⁴⁾, določa analitske metode, med drugim tudi za določanje vsebnosti škroba po polarimetrični metodi;

(3) ker Direktiva Komisije 86/174/EGS z dne 9. aprila 1986 o določitvi metode za izračunavanje hranilne vrednosti krmnih mešanic za perutnino ⁽⁵⁾, določa, da je treba za izračun hranilne vrednosti krmnih mešanic za perutnino na podlagi člena 10 Direktive Sveta 79/373/EGS z dne 2. aprila 1979 o trženju krmnih mešanic ⁽⁶⁾, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo Komisije 1999/61/ES ⁽⁷⁾, določiti vsebnost škroba, in sicer s polarimetrično metodo, kakor je določeno z Direktivo Komisije 72/199/EGS;

(4) ker Direktiva Sveta 96/25/ES z dne 29. aprila 1996 o obtoku posamičnih krmil, ki spreminja direktive 70/524/EGS, 74/63/EGS, 82/471/EGS in 93/74/EGS in razveljavlja Direktivo 77/101/EGS ⁽⁸⁾, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 1999/61/ES, zahteva,

da se na nekatera posamična krmila obvezno navede količine nekaterih analitskih sestavin, vključno s škrobom;

(5) ker spričo najnovejšega znanstvenega in tehnološkega znanja polarimetrična metoda ni več primerna za določanje vsebnosti škroba, razen za namene zgoraj navedenih direktiv Komisije in Sveta; ker je zato priporočljivo, da se pri določanju vsebnosti škroba namen in obseg polarimetrične metode omeji;

(6) ker nekatera posamična krmila povzročajo interference, zaradi česar bi polarimetrična metoda za določanje vsebnosti škroba lahko privedla do napačnih rezultatov; ker je zato priporočljivo, da se tovrstna posamična krmila eksplisitno navede;

(7) ker so ukrepi, predvideni s to direktivo, v skladu z mnenjem Stalnega odbora za krmo,

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

Člen 1

Priloga I k Direktivi Komisije 72/199/EGS se spremeni, skladno s Prilogo k tej direktivi.

Člen 2

Države članice sprejmejo zakone in druge predpise, potrebne za uskladitev s to direktivo, najpozneje do 31. decembra 1999. O tem takoj obvestijo Komisijo.

Ukrepe začnejo uporabljati 1. januarja 2000.

Države članice se v sprejetih ukrepih sklicujejo na to direktivo ali pa sklic nanjo navedejo ob njihovi uradni objavi. Način sklicovanja določijo države članice.

⁽¹⁾ UL L 170, 3.8.1970, str. 2.

⁽²⁾ UL C 241, 29.8.1994, str. 1.

⁽³⁾ UL L 123, 29.5.1972, str. 6.

⁽⁴⁾ UL L 208, 24.7.1998, str. 49.

⁽⁵⁾ UL L 130, 16.5.1986, str. 53.

⁽⁶⁾ UL L 86, 6.4.1979, str. 30.

⁽⁷⁾ UL L 162, 26.6.1999, str. 67.

⁽⁸⁾ UL L 125, 23.5.1996, str. 35.

Člen 3

Ta direktiva začne veljati dvajseti dan po objavi v *Uradnem listu Evropskih skupnosti*.

Člen 4

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 27. julija 1999

Za Komisijo
Franz FISCHLER
Član Komisije

PRILOGA

Oddelek 1 (Določanje škroba) se nadomesti z:

„1. DOLOČANJE ŠKROBA

POLARIMETRIČNA METODA

1. Namen in področje uporabe

Ta metoda omogoča določitev vsebnosti škroba in visokomolekularnih produktov degradacije škroba v krmi za preverjanje skladnosti z Direktivo Komisije 86/174/EGS in Direktivo Sveta 96/25/ES.

2. Princip

Metoda vključuje dve določitvi. Pri prvi se vroč vzorec obdela z razredčeno klorovodikovo kislino. Po zbistritvi in filtriranju se izmeri optična rotacija raztopine s polarimetrijo.

Pri drugi se vzorec ekstrahira s 40 % etanolom. Po nakisanju filtrata s klorovodikovo kislino, se po zbistritvi in filtriranju izmeri optična rotacija tako kot pri prvem določanju.

Razlika med dvema meritvama, pomnožena z znanim faktorjem, poda vsebnost škroba v vzorcu.

3. Reagenti

3.1 25 % (m/m) klorovodikova kislina, d: 1,126 g/ml.

3.2 1,128 % (m/v) klorovodikova kislina

Koncentracijo moramo preveriti s titracijo, z uporabo 0,1 mol/liter raztopine natrijevega hidroksida, v prisotnosti 0,1 % (m/v) metil rdečega v 94 % (v/v) etanolu. 10ml = 30.94ml NaOH 0.1 mol/liter.

3.3 Carrez I raztopina: raztopimo 21,9 g cinkovega acetata $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in 3g led-ocetne kisline v vodi. Dopolnimo do 100 ml z vodo.

3.4 Carrez II raztopina: raztopimo 10,6 g kalijevega ferocianida $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ v vodi. Dopolnimo do 100 ml z vodo.

3.5 40 % (v/v) etanola, d: 0,948 g/ml pri 20°C.

4. Oprema

4.1 4.1 250 ml erlenmajerica s standardnim brušenim vratom in povratnim hladilnikom

4.2 Polarimeter ali saharometer.

5. Postopek

5.1 Priprava vzorca

Vzorec drobimo, do velikosti delcev, ki popolnoma preidejo skozi 0,5 mm sito z okroglimi odprtinami.

5.2 Določanje celotne optične rotacije (*P* ali *S*) (glej pripombo 7.1)

Natehnamo 2,5 g zdrobljenega vzorca s točnostjo do mg in ga prenesemo v 100 ml merilno bučko. Dodamo 25ml klorovodikove kisline (3.2), pretresemo, da dobimo enakomerno porazdelitev preskusnega vzorca in dodamo nadaljnjih 25ml klorovodikove kisline (3.2). Bučko potopimo v vrelo vodno kopel in prve tri minute močno in enakomerno stresamo, da preprečimo nastanek aglomeratov. Količina vode v vodni kopeli mora biti tolikšna, da kopel ostane na točki vrelišča, ko vanjo potopimo bučko. Bučke med stresanjem ne smemo vzeti iz kopeli. Po točno 15 minutah jo odstranimo iz kopeli, dodamo 30 ml hladne vode in jo takoj ohladimo na 20°C.

Dodamo 5 ml Carrez I (3.3) raztopine in stresamo eno minuto. Nato dodamo 5 ml raztopine Carrez II (3.4) in ponovno stresamo eno minuto. Dopolnimo z vodo do oznake, premešamo in filtriramo. Če filtrat ni popolnoma bister (kar je redko), ponovimo določanje z uporabo večje količine Carrez raztopin I in II, na primer 10 ml.

Optično rotacijo raztopine izmerimo s polarimetrom ali saharometrom v 200 mm epruveti.

5.3 Določanje optične rotacije (P' ali S') snovi, ki so topne v 40 % etanolu.

Natehnamo 5 g vzorca s točnostjo do mg, prenesemo v 100 ml merilno bučko in dodamo približno 80 ml etanola (3.5) (glej opombo 7.2). Bučko pustimo stati 1 uro na sobni temperaturi; v tem času šestkrat močno pretresemo, da se preskusni vzorec temeljito premeša z etanolom. Dopolnimo do oznake z etanolom (3.5), premešamo in filtriramo. Odpipetiramo 50 ml filtrata (= 2,5 g vzorca) v 250 ml erlenmajerico, dodamo 2,1 ml klorovodikove kisline (3.1) in močno pretresemo. Erlenmajerico spojimo s povratnim hladilnikom in jo potopimo v vrelo vodno kopel. Po točno 15 minutah odstranimo erlenmajerico iz kopeli, prenesemo vsebino v 100 ml merilno bučko, speremo z malo hladne vode in ohladimo na 20 °C. Zbistriamo z uporabo Carrez raztopin I (3.3.) in II (3.4), dopolnimo do oznake z vodo, premešamo, filtriramo in izmerimo optično rotacijo, kot je navedeno v drugem in tretjem odstavku 5.2.

6. Izračun rezultatov

Vsebnost škroba (%) izračunamo na naslednji način:

6.1 Meritve s polarimetrom

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

P = celotna optična rotacija, v kotnih stopinjah

P' = optična rotacija, v kotnih stopinjah, snovi, ki so topne v 40 % (V/V) etanolu

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = specifična optična rotacija čistega škroba. Dogovorno sprejete numerične vrednosti za faktor so naslednje

+ 185.9°: rižev škrob

+ 185.4°: krompirjev škrob

+ 184.6°: koruzni škrob

+ 182.7°: pšenični škrob

+ 181.5°: ječmenov škrob

+ 181.3°: ovseni škrob

+ 184.0°: druge vrste škroba in škrobnih mešanic v krmnih mešanicah

6.2 Meritve s saharometrom

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

S = celotna optična rotacija, v saharometrijskih stopinjah

S' = optična rotacija v saharometrijskih stopinjah snovi, ki so topne v 40 % (V/V) etanolu

N = masa (g) saharoze v 100 ml vode, ki daje optično rotacijo 100 saharometrijskih stopinj, kadar se meri z uporabo 200 mm epruvete

16,29 g za francoske saharometre

26,00 g za nemške saharometre

20,00 g za mešane saharometre.

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = specifična optična rotacija čistega škroba (6.1)

6.3 Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, izvedenih na istem vzorcu, ne sme presegati 0,4 absolutne vrednosti za vsebnost škroba, ki je nižja od 40 % in 1,1 % relativne vrednosti, za vsebnost škroba, ki je enaka ali višja od 40 %.

7. Pripombe

7.1 Če vzorec vsebuje več kot 6 % karbonatov, izračunanih v obliki kalcijevega karbonata, jih moramo pred določitvijo celotne optične rotacije razkrojiti z obdelavo s primerno točno količino razredčene žveplove (VI) kisline.

7.2 V primeru proizvodov, ki imajo visoko vsebnost laktoze, kot je serum mleka v prahu ali posneto mleko v prahu, po dodatku 80 ml etanola (3.5) izvajamo naslednje. Na bučko namestimo povratni hladilnik in jo za 30 minut potopimo v vodno kopel pri 50°C. Nato pustimo, da se ohladi in nadaljujemo z analizo, kot je navedeno v 5.3.

- 7.3 Za naslednja posamična krmila, v primeru, če so prisotne v znatni količini v krmi, je poznano, da povzročijo motnje pri določanju vsebnosti škroba s pomočjo polarimetrične metode, zaradi česar se lahko pojavijo nepravilni rezultati:
- proizvodi iz (sladkorne) pese, kot je pulpa, melasirana pulpa, usedlina pri destilaciji, pesni sladkor,
 - pulpa citrusov,
 - laneno seme; laneno seme z nižjo vrednostjo maščobe; ekstrahirano laneno seme,
 - seme oljne repice; oljna repica z nižjo vrednostjo maščobe, ekstrakt oljne repice; luske oljne repice,
 - sončnično seme; ekstrahirano sončnično seme, sončnično seme, delno olupljeno, ekstrahirano,
 - kopra, z nižjo vrednostjo maščobe; ekstrakt kopre,
 - krompirjeva pulpa,
 - dehidrirani kvas,
 - proizvodi, bogati z inulinom (npr. čips in zdrob topinamburja),
 - ocvirki“
-