KOMISSION DIREKTIIVI 1999/79/EY,

annettu 27 päivänä heinäkuuta 1999,

yhteisön määritysmenetelmistä rehujen virallista tarkastusta varten annetun kolmannen komission direktiivin 72/199/ETY muuttamisesta

(ETA:n kannalta merkityksellinen teksti)

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon yhteisön näytteenotto- ja määritysmenetelmistä rehujen virallista tarkastusta varten 20 päivänä heinäkuuta 1970 annetun neuvoston direktiivin 70/373/ETY ([1]), sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna Itävallan, Suomen ja Ruotsin liittymisasiakirjalla ([2]), ja erityisesti sen 2 artiklan,

sekä katsoo, että

1) direktiivissä 70/373/ETY säädetään, että rehujen laadusta ja koostumuksesta annettujen lakien, asetusten ja hallinnollisten säännösten noudattamisen valvomiseksi tehtävissä virallisissa tarkastuksissa on käytettävä yhteisön näytteenotto- ja määritysmenetelmiä,

2) yhteisön määritysmenetelmistä rehujen virallista tarkastusta varten 27 päivänä huhtikuuta 1972 annetussa kolmannessa komission direktiivissä 72/199/ETY ([3]), sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna komission direktiivillä 98/54/ETY ([4]), vahvistetaan muun muassa polarimetrinen menetelmä tärkkelyksen määrittämiseksi,

3) siipikarjan rehuseosten energia-arvon laskentamenetelmästä 9 päivänä huhtikuuta 1986 annetussa komission direktiivissä 86/174/ETY ([5]) säädetään, että siipikarjan rehuseosten energia-arvoa laskettaessa rehuseosten pitämisestä kaupan 2 päivänä huhtikuuta 1979 annetun neuvoston direktiivin 79/373/ETY ([6]), sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna komission direktiivillä 1999/61/EY ([7]), 10 artiklan mukaisesti tärkkelyspitoisuus on määritettävä komission direktiivissä 72/199/ETY esitettyä polarimetristä menetelmää noudattaen,

4) rehuaineiden liikkuvuudesta, direktiivien 70/524/ETY, 74/63/ETY, 82/471/ETY ja 93/74/ETY muuttamisesta sekä direktiivin 77/101/ETY kumoamisesta 29 päivänä huhtikuuta 1996 annetussa neuvoston direktiivissä 96/25/EY ([8]), sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna komission direktiivillä 1999/61/EY, säädetään, että joidenkin analyyttisten ainesosien, myös tärkkelyksen, määrät on ilmoitettava joissakin rehuaineissa,

5) tieteen ja tekniikan kehityksen perusteella polarimetrinen menetelmä ei enää sovi tärkkelyspitoisuuden määritykseen muissa kuin edellä mainituissa komission ja neuvoston direktiiveissä säädetyissä tarkoituksissa; näin ollen polarimetrisen menetelmän tarkoitus ja soveltamisala olisi rajoitettava tärkkelyksen määritykseen,

6) jotkut rehuaineet voivat häiritä määritystä siten, että määritettäessä tärkkelystä polarimetrisellä menetelmällä voidaan saada vääriä tuloksia; näin ollen nämä rehuaineet olisi lueteltava yksiselitteisesti, ja

7) tässä direktiivissä säädetyt toimenpiteet ovat pysyvän rehukomitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN DIREKTIIVIN:

1 artikla

Muutetaan direktiivin 72/199/ETY liite I tämän direktiivin liitteen mukaisesti.

2 artikla

Jäsenvaltioiden on saatettava tämän direktiivin noudattamisen edellyttämät lait, asetukset hallinnolliset määräykset voimaan viimeistään 31 päivänä joulukuuta 1999. Jäsenvaltioiden on ilmoitettava niistä välittömästi komissiolle.

Niiden on sovellettava näitä säännöksiä 1 päivästä tammikuuta 2000.

Näissä jäsenvaltioiden antamissa säädöksissä on viitattava tähän direktiiviin tai niihin on liitettävä tällainen viittaus, kun ne virallisesti julkaistaan. Jäsenvaltioiden on säädettävä siitä, miten viittaukset tehdään.

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

3 artikla

Tämä direktiivi tulee voimaan kahdentenakymmenentenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä*.

4 artikla

Tämä direktiivi on osoitettu kaikille jäsenvaltioille.

Tehty Brysselissä 27 päivänä heinäkuuta 1999.

Komission puolesta

Franz FISCHLER

Komission jäsen

LIITE

Korvataan 1 osa (Tärkkelyksen määritys) seuraavasti:

"1. **TÄRKKELYKSEN MÄÄRITYS**

POLARIMETRINEN MENETELMÄ

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä on mahdollista määrittää tärkkelyksen ja tärkkelyksen suurimolekyylisten pilkkoutumistuotteiden pitoisuus rehuissa tarkoituksena todeta, ovatko ne komission direktiivin 86/174/ETY ja direktiivin 96/25/EY säännösten mukaisia.

2. **Periaate**

Menetelmä perustuu kaksoismääritykseen. Ensimmäisessä määrityksessä näyte käsitellään kuumana laimealla suolahapolla. Kun liuos saatu kirkkaaksi ja suodatettu, liuoksen optinen kiertokyky mitataan polarimetrisesti.

Toisessa määrityksessä näyte uutetaan 40-prosenttisella etanolilla. Kun suodos on tehty happamaksi suolahapolla, se on saatu kirkkaaksi ja suodatettu, optinen kiertokyky mitataan kuten ensimmäisessä määrityksessä.

Kun näiden kahden mittauksen erotus kerrotaan tunnetulla kertoimella, saadaan näytteen tärkkelyspitoisuus.

3. **Reagenssit**

3.1 25 % (w/w) suolahappo, tiheys 1,126

3.2 1,128 % (w/v) suolahappo

Konsentraatio on tarkistettava titraamalla 0,1 N natriumhydroksidiliuoksella, indikaattorina 0,1 % (w/v) metyylipuna 94 % (v/v) etanolissa. 10 ml vastaa 30,94 ml:aa 0,1 N NaOH:iä

3.3 Carrez-liuos I: liuotetaan veteen 21,9 g sinkkiasetaattia $Zn(CH_3COO)_2.2H_2O$ ja 3 g jääetikkaa. Täytetään 100 ml:ksi vedellä.

3.4 Carrez liuos II: liuotetaan veteen 10,6 g kaliumheksasyanoferraattia $[K_4(Fe(CN)_6].3H_2O$. Täytetään 100 ml:ksi vedellä.

3.5 40 % (v/v) etanoli, tiheys 0,948 20 °C:ssa.

4. **Välineistö**

4.1 250 ml:n vakiohioksellinen erlenmeyerkolvi, jossa on pystyjäähdytin.

4.2 Polarimetri tai sakkarimetri.

5. **Suoritus**

5.1 *Näytteen esikäsittely*

Näyte jauhetaan niin hienoksi, että se läpäisee kokonaan 0,5 mm:n seulan.

5.2 *Optisen kokonaiskiertokyvyn (P tai S) määritys (ks. huomautus 7.1)*

Punnitaan 2,5 g hienoksi jauhettua näytettä 1 mg:n tarkkuudella 100 ml:n mittapulloon. Lisätään 25 ml suolahappoa (3.2), ravistellaan kunnes näyte on jakaantunut tasaisesti, sen jälkeen lisätään 25 ml suolahappoa (3.2). Pullo pannaan kiehuvaan vesihauteeseen ja sitä ravistellaan voimakkaasti ja yhtäjaksoisesti ensimmäisten kolmen minuutin ajan kokkaroitumisen estämiseksi. Vesihauteen vesimäärän on oltava riittävän suuri, jotta haude pysyy kiehuvana kun pullo upotetaan siihen. Pulloa ravisteltaessa sitä ei saa ottaa pois hauteesta. Tarkalleen 15 minuutin kuluttua pullo otetaan hauteesta, lisätään 30 ml kylmää vettä ja jäähdytetään välittömästi 20 °C:een.

Lisätään 5 ml Carrez-liuosta I (3.3) ja ravistellaan yhden minuutin ajan. Lisätään 5 ml Carrez-liuosta II (3.4) ja ravistellaan uudestaan yhden minuutin ajan. Täytetään merkkiin vedellä, sekotetaan ja suodatetaan. Jos suodos ei ole täysin kirkas (mikä tapahtuu harvoin), määritys uusitaan käyttäen suurempaa määrää Carrez-liuoksia I ja II (esimerkiksi 10 ml).

Liuoksen optinen kiertokyky mitataan 200 mm:n putkessa polarimetrillä tai sakkarimetrillä.

5.3 *40 prosenttiseen etanoliin liukoisten yhdisteiden optisen kiertokyvyn (P' tai S') määritys*

Punnitaan 5 g näytettä 1 mg:n tarkkuudella 100 ml:n mittapulloon ja lisätään noin 80 ml etanolia (3.5) (ks. huomautus 7.2). Mittapullon annetaan seistä yhden tunnin ajan huoneenlämmössä. Tänä aikana sitä ravistellaan voimakkaasti kuusi kertaa siten, että näyte sekoittuu perusteellisesti etanoliin. Täytetään merkkiin etanolilla (3.5), sekoitetaan ja suodatetaan. Pipetoidaan 50 ml suodosta (= 2,5 g näytettä) 250 ml:n erlenmeyerkolviin, lisätään 2,1 ml suolahappoa (3.1) ja ravistellaan voimakkaasti. Erlenmeyerkolviin kiinnitetään pystyjäähdytin ja kolvi pannaan kiehuvaan vesihauteeseen. Tarkalleen 15 minuutin kuluttua erlenmeyerkolvi otetaan hauteesta ja liuos siirretään 100 ml:n mittapulloon huuhtomalla pienellä määrällä kylmää vettä ja jäähdytetään 20 °C:een. Tämän jälkeen näyteliuos tehdään kirkkaaksi Carrez-liuoksilla I (3.3) ja II (3.4), täytetään merkkiin vedellä, sekoitetaan, suodatetaan ja mitataan optinen kiertokyky 5.2 kohdan toisessa ja kolmannessa alakohdassa esitetyllä tavalla.

6. **Tulosten laskeminen**

Tärkkelyspitoisuus (%) lasketaan seuraavalla tavalla:

6.1 *Polarimetriset mittaukset*

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

P = Optinen kokonaiskiertokyky asteina

P′ = Etanoliin liukoisten yhdisteiden optinen kiertokyky asteina

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = Puhtaan tärkkelyksen ominaiskiertokyky. Tälle on sovittu seuraavat arvot

+ 185,9°: riisitärkkelys
+ 185,4°: perunatärkkelys
+ 184,6°: maissitärkkelys
+ 182,7°: vehnätärkkelys
+ 181,5°: ohratärkkelys
+ 181,3°: kauratärkkelys
+ 184,0°: muut tärkkelyslajit sekä tärkkelysseokset rehuseoksissa

6.2 *Sakkarimetriset mittaukset*

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

S = Optinen kokonaiskiertokyky sakkarimetrin asteina

S′ = Etanoliin liukoisten yhdisteiden optinen kiertokyky sakkarimetrin asteina

N = sellainen sakkaroosin määrä grammoina, jonka optinen kiertokyky on 100 sakkarimetrin astetta 100 ml:ssa vettä ja 200 mm:n putkessa mitattuna.

16,29 g ranskalaisella sakkarimetrillä

26,00 g saksalaisella sakkarimetrillä

20,00 g muilla sakkarimetreillä.

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = puhtaan tärkkelyksen ominaiskiertokyky (ks. 6.1)

6.3 *Toistettavuus*

Samasta näytteestä tehdyn kahden rinnakkaismäärityksen tulosten välinen ero ei saa ylittää 0,4:ä prosenttiyksikköä, jos tärkkelyspitoisuus on alle 40 % eikä 1,1 %:a tärkkelyspitoisuudesta suhteellisena arvona, jos tärkkelyspitoisuus on 40 % tai suurempi.

7. **Huomautuksia**

7.1 Jos näyte sisältää yli 6 % karbonaatteja, kalsiumkarbonaattina laskettuna, on ne ennen optisen kokonaiskiertokyvyn määritystä hajotettava juuri tarkalleen sopivalla määrällä laimeaa rikkihappoa.

7.2 Paljon laktoosia sisältävien tuotteiden, kuten herajauheen tai rasvattoman maitojauheen, määritystä jatketaan 80 ml:n etanolilisäyksen (3.5) jälkeen seuraavasti. Pystyjäähdytin kiinnitetään pulloon ja pullo pannaan vesihauteeseen 50 °C:een 30 minuutin ajaksi. Annetaan jäähtyä ja jatketaan määritystä 5.3 kohdassa esitetyllä tavalla.

7.3 Seuraavien rehuissa merkittävinä määrinä esiintyvien rehuaineiden tiedetään häiritsevän tärkkelyspitoisuuden määritystä polarimetrisellä menetelmällä ja näin ollen voidaan saada vääriä tuloksia:

— (sokeri)juurikastuotteet, kuten (sokeri)juurikasleike, (sokeri)juurikasmelassi, melassoitu (sokeri)juurikasleike, (sokeri)juurikasrankki, (juurikas)sokeri,

— sitrushedelmämassa,

— pellavansiemenet, pellavansiemenkakku, pellavansiemenrouhe,

— rypsinsiemenet, rypsikakku, rypsirouhe, rypsinsiementen kuoret,

— auringonkukansiemenet, auringonkukkarouhe, auringonkukkarouhe osaksi kuorituista siemenistä,

— kookoskakku, kookosrouhe,

— perunapulppa,

— kuivahiiva,

— runsaasti inuliinia sisältävät tuotteet (esim. maa-artisokkaleike ja -jauho),

— rasvan sulatuksessa muodostuva valkuaisjäänne.”