31999L0079

SMĚRNICE KOMISE 1999/79/ES

ze dne 27. července 1999,

kterou se mění třetí směrnice Komise 72/199/EHS, kterou se stanoví analytické metody Společenství pro úřední kontrolu krmiv

(Text s významem pro EHP)

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství,

s ohledem na směrnici Rady 70/373/EHS ze dne 20. července 1970, kterou se zavádí metody odběru vzorků a analytické metody Společenství pro úřední kontrolu krmiv [1], naposledy pozměněnou Aktem o přistoupení Rakouska, Finska a Švédska [2], a zejména na článek 2 uvedené směrnice,

vzhledem k těmto důvodům:

(1) Směrnice 70/373/EHS stanoví, že úřední kontroly krmiv za účelem kontroly souladu s požadavky stanovenými právními a správními předpisy týkajícími se jejich jakosti a složení, musí být prováděny za použití metod Společenství pro odběr vzorků a analýzy.

(2) Třetí směrnice Komise 72/199/EHS ze dne 27. dubna 1972, kterou se stanoví analytické metody Společenství pro úřední kontrolu krmiv [3], naposledy pozměněná směrnicí komise 98/54/ES [4], stanoví mimo jiné analytické metody pro stanovení škrobu polarimetrickou metodou.

(3) Směrnice Komise 86/174/EHS ze dne 9. dubna 1986, kterou se stanoví metoda výpočtu obsahu energie u krmných směsí pro drůbež [5], stanoví, že pro výpočet energetické hodnoty krmných směsí pro drůbež na základě článku 10 směrnice Rady 79/373/EHS ze dne 2. dubna 1979 o uvádění krmných směsí na trh [6], naposledy pozměněné směrnicí Komise 199/61/ES [7], musí být obsah škrobu stanoven polarimetrickou metodou definovanou ve směrnici Komise 72/199/EHS.

(4) Směrnice Rady 96/25/ES ze dne 29. dubna 1996 o oběhu krmných surovin, kterou se mění směrnice 70/524/EHS, 74/63/EHS, 82/471/EHS a 93/74/EHS a ruší směrnice 77/101/EHS [8], naposledy pozměněná směrnicí 1999/61/ES, vyžaduje, aby byly povinně deklarovány některé základní analytické složky, včetně škrobu, u některých krmných surovin.

(5) Na základě pokroku vědeckých a technologických znalostí již není polarimetrická metoda vhodná pro stanovení obsahu škrobu pro jiné účely než pro účely výše uvedených směrnic Komise a Rady. Je proto třeba omezit účel a oblast použití polarimetrické metody pro stanovení škrobu.

(6) Některé krmné suroviny způsobují interference, čímž by mohla polarimetrická metoda stanovení škrobu dávat špatné výsledky. Je proto třeba tyto materiály výslovně uvést;

(7) Opatření této směrnice jsou v souladu se stanoviskem Stálého výboru pro krmiva,

PŘIJALA TUTO SMĚRNICI:

Článek 1

Příloha I směrnice Komise 72/199/EHS se mění v souladu s přílohou této směrnice.

Článek 2

Členské státy uvedou v účinnost právní a správní předpisy nezbytné pro dosažení souladu s touto směrnicí nejpozději do 31. prosince 1999. Neprodleně o nich uvědomí Komisi.

Budou tyto předpisy používat od 1. ledna 2000.

Tato opatření přijatá členskými státy musí obsahovat odkaz na tuto směrnici nebo musí být takový odkaz učiněn při jejich úředním vyhlášení. Způsob odkazu si stanoví členské státy.

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

Článek 3

Tato směrnice vstupuje v platnost dvacátým dnem po vyhlášení v *Úředním věstníku Evropských společenství*.

Článek 4

Tato směrnice je určena členským státům.

V Bruselu dne 27. července 1999.

Za Komisi
Franz FISCHLER
člen Komise

PŘÍLOHA

Oddíl 1(Stanovení škrobu) se nahrazuje tímto:

„1. **STANOVENÍ ŠKROBU**

POLARIMETRICKÁ METODA

1. **Účel a oblast působnosti**

Tato metoda umožňuje stanovit obsah škrobu a produktů odbourávání škrobu o vysoké molekulární hmotnosti v krmivech za účelem kontroly souladu s požadavky směrnice Komise 86/174/EHS a směrnice Rady 96/25/ES.

2. **Princip**

Metoda zahrnuje dvě stanovení. V prvním je vzorek ošetřen za horka zředěnou kyselinou chlorovodíkovou. Po vyčeření a filtraci je polarimetricky změřena optická otáčivost roztoku.

Ve druhém je vzorek extrahován 40 % etanolem. Po okyselení filtrátu kyselinou chlorovodíkovou, vyčistění a filtraci je optická otáčivost změřena jako v prvním stanovení.

Rozdíl mezi dvěma měřeními, vynásobený známým faktorem, udává obsah škrobu ve vzorku.

3. **Činidla**

3.1. 25 % (hmotnostních) kyselina chlorovodíková, d: 1,126 g/ml.

3.2. 1,128 % (hmotnostních ve vztahu k objemu) kyselina chlorovodíková.

Koncentrace musí být stanovena titračně za použití roztoku hydroxidu sodného 0,1 mol/litr za přítomnosti 0,1 % (hmotnostních ve vztahu k objemu) methyl červeně v 94 % (objemově) etanolu. 10 ml = 30,94 ml NaOH 0,1 mol/litr.

3.3. Carrezovo činidlo I: rozpusťte 21,9 g octanu zinečnatého $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ a 3 g ledové kyseliny octové ve vodě. Doplňte do 100 ml vodou.

3.4. Carrezovo činidlo II: rozpusťte 10,6 g hexakyanoželeznatanu draselného $[K_4(Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ ve vodě. Doplňte do 100 ml vodou.

3.5. 40 % (objemově) etanol, d: 0,948 g/ml při 20 °C.

4. **Přístroje a pomůcky**

4.1. 250 ml Erlenmeyerova baňka se standardním zábrusem a zpětným chladičem.

4.2. Polarimetr nebo sacharimetr.

5. **Postup**

5.1. *Příprava vzorku*

Rozmělněte vzorek nadrobno tak, aby všechny jeho části prošly sítem s kulatými oky o průměru 0,5 mm.

5.2. *Stanovení celkové optické otáčivosti (P nebo S) (viz poznámky 7.1.)*

Odvažte 2,5 g rozmělněného vzorku s přesností na mg a vložte jej do 100 ml odměrné baňky. Přidejte 25 ml kyseliny chlorovodíkové (3.2), protřepejte, aby bylo dosaženo rovnoměrného rozmístnění testovaného vzorku a přidejte dalších 25 ml kyseliny chlorovodíkové (3.2). Ponořte baňku do vroucí vodní lázně za stálého a silného protřepávání po dobu prvních třech minut, aby se zabránilo tvorbě shluků. Množství vody ve vodní lázni musí být dostatečné, aby po vložení baňky zůstala lázeň na bodu varu. Baňka nesmí být vyjmuta z lázně během protřepávání. Po přesně 15 minutách vyjměte z lázně, přidejte 30 ml studené vody a ihned ochlaďte na 20 °C.

Přidejte 5 ml Carrezova činidla I (3.3) a protřepávejte po dobu jedné minuty. Potom přidejte 5 ml Carrezova činidla II (3.4) a protřepávejte opět po dobu jedné minuty. Doplňte do objemu vodou, promíchejte a filtrujte. Pokud není filtrát zcela čirý (což je zřídka), opakujte stanovení za použití většího množství Carrezova činidla I a II, například 10 ml.

Změřte optickou otáčivost roztoku ve 200 mm trubici polarimetrem nebo sacharimetrem.

5.3. *Stanovení optické otáčivosti (Pnebo S) látek rozpustných ve 40 % etanolu*

Odvažte 5 g vzorku s přesností na mg, vložte do 100 ml odměrné baňky a přidejte okolo 80 ml etanolu (3.5) (viz poznámky 7.2). Nechejte baňku stát jednu hodinu při pokojové teplotě; během této doby šestkrát silně protřepejte tak, aby se testovaný vzorek důkladně smísil s etanolem. Doplňte na objem etanolem (3.5.), promíchejte a filtrujte. Odpipetujte 50 ml filtrátu (= 2,5 g vzorku) do 250 ml Erlenmeyerovy baňky, přidejte 2,1 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1) a silně protřepejte. Osaďte baňku zpětným chladičem a ponořte ji do vroucí vodní lázně. Po přesně 15 minutách vyjměte Erlenmeyerovu baňku z vodní lázně, převeďte obsah do 100 ml odměrné baňky, vypláchněte chladnější vodou a ochlaďte na 20 °C. Vyčeřte použitím Carrezova činidla I (3.3) a II (3.4), doplňte do objemu vodou, promíchejte, přefiltrujte a změřte optickou otáčivost, jak je uvedeno ve druhém a třetím odstavci 5.2.

6. **Výpočet výsledků**

Obsah škrobu (%) se vypočítá následovně:

6.1. *Měření polarimetrem*

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

P = Celková optická otáčivost v úhlových stupních

P' = Optická otáčivost látek rozpustných ve 40 % (objemově) etanolu v úhlových stupních.

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = specifická optická otáčivost čistého škrobu. Číselné hodnoty konvenčně přijaté pro faktor jsou následující:

+ 185,9°: rýžový škrob
+ 185,4°: bramborový škrob
+ 184,6°: kukuřičný škrob
+ 182,7°: pšeničný škrob
+ 181,5°: ječný škrob
+ 181,3°: ovesný škrob
+ 184,0°: ostatní typy škrobu a směsi škrobu v krmných směsích

6.2. *Měření sacharimetrem*

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

S = Celková optická otáčivost ve stupních sacharimetru

S' = Optická otáčivost látek rozpustných ve 40 % (objemově) etanolu ve stupních sacharimetru

N = Hmotnost (g) sacharózy ve 100 ml vody, dávající optickou otáčivost 100 stupňů sacharimetru při měření za použití 200 mm trubice

16,29 g pro francouzské sacharimetry

26,00 g pro německé sacharimetry

20,00 g pro smíšené sacharimetry

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = specifická optická otáčivost čistého škrobu (viz 6.1)

6.3 *Opakovatelnost*

Rozdíl mezi výsledky dvou paralelních stanovení provedených u stejného vzorku nesmí překročit 0,4 v absolutní hodnotě u obsahů škrobu nižších než 40 % a 1,1 % relativně u obsahů škrobu rovnajících se nebo vyšších než 40 %.

7. **Poznámky**

7.1. Pokud obsahuje vzorek více než 6 % uhličitanů, vyjádřených jako uhličitan vápenatý, musí být před stanovením optické otáčivosti rozloženy přesně odpovídajícím množstvím zředěné kyseliny sírové

7.2. V případě produktů s vyšším obsahem laktózy, jako je sušené mléčné sérum nebo odstředěné sušené mléko, postupujte následovně po přidání 80 ml etanolu (3.5) Osaďte baňku zpětným chladičem a ponořte ji do vodní lázně o teplotě 50 °C po dobu 30 minut. Nechejte vychladnout a pokračujte v analýze, jak je uvedeno v 5.3.

7.3. Následující krmné suroviny, v případě, že jsou přítomny ve významném množství v krmivech, jak známo způsobují interference při stanovení obsahu škrobu polarimetrickou metodou, a tím mohou být získány nesprávné výsledky:

— výrobky z cukrové řepy, jako cukrová pulpa, cukrovková melasa, cukrovarské vyloužené řízky, cukrovková melasovaná pulpa, cukrovková vináza, řepa cukrová,

— citrusová pulpa,

— lněné semeno; lněné expelery; extrahované lněné semeno,

— řepkové semeno; řepkové expelery; řepkové semeno extrahované; řepkové slupky,

— slunečnicové semeno; slunečnicové semeno extrahované; slunečnicové semeno částečně loupané, extrahované,

— kokosové expelery; kokosový extrahovaný šrot,

— bramborová pulpa,

— sušené kvasnice,

— výrobky bohaté na inulín (např. řízky a moučka z topinambur);

— škvarky.“