31999L0079

KOMISIJOS DIREKTYVA 1999/79/EB

1999 m. liepos 27 d.

iš dalies keičianti trečiąją Komisijos direktyvą 72/199/EEB, nustatančią oficialiai pašarų kontrolei taikytinus Bendrijos analizės metodus

(tekstas svarbus EEE)

EUROPOS BENDRIJŲ KOMISIJA,

atsižvelgdama į Europos bendrijos steigimo sutartį,

atsižvelgdama į 1970 m. liepos 20 d. Tarybos direktyvą 70/373/EEB dėl Bendrijos mėginių paėmimo ir analizės metodų, taikomų valstybinei pašarų kontrolei, įvedimo ([1]) su paskutiniais pakeitimais, padarytais Austrijos, Suomijos ir Švedijos stojimo aktu ([2]), ypač į jos 2 straipsnį,

(1) kadangi direktyvoje 70/373/EEB reikalaujama, kad tikrinant, kaip laikomasi įstatymų ir kitų teisės aktų dėl pašarų kokybės ir sudėties, oficiali pašarų kontrolė būtų vykdoma taikant Bendrijos mėginių ėmimo ir analizės metodus;

(2) kadangi 1972 m. balandžio 27 d. trečiojoje Komisijos direktyvoje 72/199/EEB, nustatančioje oficialiai pašarų kontrolei taikytinus Bendrijos analizės metodus ([3]), su paskutiniais pakeitimais, padarytais Komisijos direktyva 98/54/EB ([4]), apibrėžiami analizės metodai, *inter alia*, poliarimetrinis krakmolo nustatymo metodas;

(3) kadangi 1986 m. balandžio 9 d. Komisijos direktyvoje 86/174/EEB, nustatančioje kombinuotųjų paukščių pašarų energetinės vertės apskaičiavimo metodus ([5]), reikalaujama, kad paukščių kombinuotųjų pašarų energetinei vertei apskaičiuoti, taikant 1979 m. balandžio 2 d. Tarybos direktyvos 79/373/EEB dėl prekybos kombinuotaisiais pašarais ([6]) su paskutiniais pakeitimais, padarytais Komisijos direktyva 1999/61/EB ([7]), 10 straipsnį, krakmolo kiekis turi būti nustatytas poliarimetriniu metodu, apibrėžtu Komisijos direktyvoje 72/199/EEB;

(4) kadangi 1996 m. balandžio 29 d. Tarybos direktyvoje 96/25/EB dėl pašarinių žaliavų apyvartos, iš dalies keičiančioje Direktyvas 70/524/EEB, 74/63/EEB, 82/471/EEB bei 93/74/EEB ir panaikinančioje Direktyvą 77/101/EEB ([8]) su paskutiniais pakeitimais, padarytais Direktyva 1999/61/EB, reikalaujama, kad būtų privalomai nurodomos kai kurios tam tikrų pašarinių medžiagų analitinės sudedamosios dalys, įskaitant krakmolą;

(5) kadangi, atsižvelgiant į mokslo ir technikos žinių pažangą, poliarimetrinis krakmolo nustatymo metodas nebetinka kitais atvejais, negu nurodyta pirmiau minėtose Komisijos ir Tarybos direktyvose; kadangi dėl to yra tikslinga apriboti poliarimetrinio krakmolo nustatymo metodo tikslą ir taikymo sritį;

(6) kadangi kai kurios pašarų žaliavos rūšys trukdo analizei ir todėl taikant poliarimetrinį krakmolo nustatymo metodą gali būti gauti klaidingi rezultatai; kadangi dėl tos priežasties būtų tikslinga aiškiai nurodyti šias pašarų žaliavos rūšis;

(7) kadangi šioje direktyvoje numatytos priemonės atitinka Pašarų nuolatinio komiteto nuomonę,

PRIĖMĖ ŠIĄ DIREKTYVĄ:

1 straipsnis

Komisijos Direktyvos 72/199/EEB I priedas iš dalies keičiamas, kaip nurodyta šios direktyvos priede.

2 straipsnis

Valstybės narės priima įstatymus ir kitus teisės aktus, kurie, įsigalioję ne vėliau kaip iki 1999 m. gruodžio 31 d., įgyvendina šią direktyvą. Apie tai jos nedelsdamos praneša Komisijai.

Jos taiko priemones nuo 2000 m. sausio 1 d.

Valstybės narės, priimdamos šias nuostatas, daro jose nuorodą į šią direktyvą arba tokia nuoroda daroma jas oficialiai skelbiant. Nuorodos darymo tvarką nustato valstybės narės.

([1]) OL L 170, 1970 8 3, p. 2.
([2]) OL C 241, 1994 8 29, p. 1.
([3]) OL L 123, 1972 5 29, p. 6.
([4]) OL L 208, 1998 7 24, p. 49.
([5]) OL L 130, 1986 5 16, p. 53.
([6]) OL L 86, 1979 4 6, p. 30.
([7]) OL L 162, 1999 6 26, p. 67.
([8]) OL L 125, 1996 5 23, p. 35.

3 straipsnis

Ši direktyva įsigalioja dvidešimtą dieną po jos paskelbimo *Europos Bendrijų oficialiajame leidinyje*.

4 straipsnis

Ši direktyva skirta valstybėms narėms.

Priimta Briuselyje, 1999 m. liepos 27 d.

Komisijos vardu
Franz FISCHLER
Komisijos narys

PRIEDAS

1 skyrius (Krakmolo nustatymas) pakeičiamas taip:

„1. **KRAKMOLO NUSTATYMAS**

POLIARIMETRINIS METODAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu galima nustatyti krakmolą ir krakmolo stambiamolekulinius skilimo produktus pašaruose, siekiant patikrinti, ar jie atitinka Komisijos Direktyvos 86/174/EEB ir Tarybos direktyvos 96/25/EB nuostatas.

2. **Metodo esmė**

Metodas susideda iš dviejų nustatymų. Nustatant pirmuoju būdu, karštas mėginys veikiamas praskiesta druskos rūgštimi. Po to tirpalas skaidrinamas, filtruojamas ir poliarimetriškai matuojamas per jį praeinančios poliarizuotos šviesos plokštumos sukimas.

Analizuojant antruoju būdu, mėginys ekstrahuojamas 40 % etanoliu. Filtratas rūgštinamas druskos rūgštimi, nuskaidrinamas, filtruojamas ir matuojamas per jį praeinančios poliarizuotos šviesos plokštumos sukimas, kaip tai buvo daroma pirmuoju būdu.

Skirtumas tarp dviejų matavimų, padaugintas iš žinomo koeficiento, rodo krakmolo kiekį mėginyje.

3. **Reagentai**

3.1. 25 % (m/m) druskos rūgšties tirpalas, ρ = 1,126 g/ml

3.2. 1,128 % (m/V) druskos rūgšties tirpalas.

Koncentracija turi būti patikrinta titruojant 0,1 mol/litre natrio hidroksido tirpalu, įlašinus metilraudonojo 0,1 % (m/V) tirpalo 94 % (V/V) etanolyje. 10 ml = 30,94 ml 0,1 mol/litre NaOH.

3.3. *Carrez* I tirpalas: vandenyje ištirpinama 21,9 g cinko acetato, $Zn(CH_3COO)_2 \times 2H_2O$ ir 3 g ledinės acto rūgšties. Vandeniu praskiedžiama iki 100 ml.

3.4. *Carrez* II tirpalas: vandenyje ištirpinama 10,6 g kalio heksacianoferato (II), $K_4[Fe(CN)_6] \times 3H_2O$. Vandeniu praskiedžiama iki 100 ml.

3.5. Etanolis 40 % (V/V), ρ = 0,948 g/ml esant 20 °C temperatūrai.

4. **Aparatūra**

4.1. 250 ml tūrio Erlenmeyerio kolba su standartinio šlifo sujungimu ir grįžtamuoju kondensatoriumi.

4.2. Poliarimetras arba sacharimetras.

5. **Darbo eiga**

5.1. *Mėginio paruošimas*

Mėginys susmulkinamas taip, kad jis visas persisijotų per sietą su apvaliomis 0,5 mm skersmens akutėmis.

5.2. *Suminio poliarizuotos šviesos plokštumos sukimo (P arba S) nustatymas (žr. pastabą 7.1)*

1 mg tikslumu pasveriama 2,5 g mėginio, kuris supilamas į 100 ml matavimo kolbą. Įpilama 25 ml druskos rūgšties tirpalo (3.2), purtoma, kad mėginys tolygiai pasiskirstytų, ir dar įpilama 25 ml druskos rūgšties tirpalo (3.2). Kolba įmerkiama į verdančio vandens vonią, pirmąsias tris minutes stipriai ir visą laiką purtoma, kad nesusidarytų aglomeratų. Vandens vonioje turi būti pakankamai daug, kad įmerkus į ją matavimo kolbą, jis nenustotų viręs. Kolbos negalima išimti iš vonios, kol ji purtoma. Lygiai po 15 minučių kolba išimama iš vonios, įpilama 30 ml šalto vandens ir tuoj pat aušinama iki 20 °C.

Įpilama 5 ml *Carrez* I tirpalo (3.3) ir purtoma vieną minutę. Paskui įpilama 5 ml *Carrez* II tirpalo (3.4) ir vėl purtoma vieną minutę. Praskiedžiama iki žymės vandeniu, sumaišoma ir filtruojama. Jei filtratas nėra idealiai skaidrus (taip pasitaiko retai), nustatymas pakartojamas naudojant daugiau *Carrez* I ir II tirpalų, pvz., 10 ml.

200 mm ilgio vamzdyje poliarimetru arba sacharimetru matuojama, kokiu kampu tirpalas suka poliarizuotos šviesos plokštumą.

5.3. *Poliarizuotos šviesos plokštumos sukimo (P ir S) nustatymas medžiagomis, kurios tirpsta 40 % etanolyje*

1 mg tikslumu pasveriama 5 g mėginio, kuris supilamas į 100 ml matavimo kolbą, ir įpilama apie 80 ml etanolio (3.5) (žr. 7.2 pastabą). Kolba laikoma vieną valandą kambario temperatūroje; per tą laiką šešis kartus kolba stipriai purtoma, kad mėginys gerai susimaišytų su etanoliu. Praskiedžiama iki žymės etanoliu (3.5), sumaišoma ir filtruojama. 50 ml filtrato (2,5 g mėginio) pipete įpilama į 250 ml Erlenmeyerio kolbą, įpilama 2,1 ml druskos rūgšties (3.1) ir stipriai purtoma. Prie Erlenmeyerio kolbos prijungiamas grįžtamasis kondensatorius, kolba įmerkiama į verdančio vandens vonią. Lygiai po 15 minučių Erlenmeyerio kolba išimama iš vonios, jos turinys supilamas į 100 ml matavimo kolbą, skalaujant Erlenmeyerio kolbą trupučiu šalto vandens, ir aušinama iki 20 °C. Skaidrinama, naudojant *Carrez* I (3.3) ir II (3.4) tirpalus, skiedžiama iki žymės vandeniu, sumaišoma, filtruojama ir matuojamas poliarizuotos šviesos plokštumos sukimas, kaip nurodyta 5.2 punkto antroje ir trečioje pastraipoje.

6. **Rezultatų apskaičiavimas**

Krakmolo kiekis mėginyje (%) skaičiuojamas taip:

6.1. *Matavimas poliarimetru*

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

P = suminis poliarizuotos šviesos plokštumos sukimas kampiniais laipsniais;

P' = 40 % etanolyje tirpių medžiagų tirpalo poliarizuotos šviesos plokštumos sukimas kampiniais laipsniais;

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = savitasis grynojo krakmolo tirpalo poliarizuotos šviesos plokštumos sukimas. Šio faktoriaus visuotinai priimtos skaitmeninės vertės:

+ 185,9° — ry ių krakmolo,

+ 195,4° — bulvių krakmolo,

+ 184,6° — kukurūzų krakmolo,

+ 182,7° — kviečių krakmolo,

+ 181,5° — mie ių krakmolo,

+ 181,3° — avi ų krakmolo,

+ 184,0° — kitų rūšių krakmolo, taip pat krakmolo mišinių kombinuotuose pašaruose.

6.2. *Matavimas sacharimetru*

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

S = suminis poliarizuotos šviesos plokštumos sukimas sacharimetro laipsniais;

S' = 40 % (V/V) etanolyje tirpių medžiagų tirpalo poliarizuotos šviesos plokštumos sukimas sacharimetro laipsniais;

N = sacharozės masė g/100 ml vandens, kuriai esant poliarizuotos šviesos plokštuma 200 mm ilgio vamzdyje pasukama 100 sacharimetro laipsnių:

16,29 g — prancūziškiems sacharimetrams,

26,00 g — vokiškiems sacharimetrams,

20,00 g — kitiems sacharimetrams;

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = savitasis grynojo krakmolo tirpalo poliarizuotos šviesos plokštumos sukimas (žr. 6.1 punktą).

6.3. *Pakartojamumas*

Skirtumas tarp dviejų lygiagrečių, tam pačiam mėginiui darytų nustatymų rezultatų turi neviršyti 0,4 absoliučia verte, kai krakmolo yra mažiau kaip 40 %, ir 1,1 % santykine verte, kai krakmolo yra 40 % arba daugiau.

7. **Pastabos**

7.1. Jei mėginyje yra daugiau kaip 6 % karbonatų, skaičiuojamų kalcio karbonato kiekiu, jie prieš suminio poliarizuotos šviesos plokštumos sukimo matavimą turi būti suardomi, įpilant lygiai tiek, kiek reikia praskiestos sieros rūgšties.

7.2. Jei produkte yra daug laktozės, pvz., pieno miltelių serume ar nugriebto pieno milteliuose, įpylus 80 ml etanolio (3.5), daroma taip: prie kolbos prijungiamas grįžtamasis kondensatorius ir kolba 30 minučių įmerkiama į 50 °C temperatūros vandens vonią. Kolba paliekama atausti ir analizė tęsiama 5.3 punkte nurodytu būdu.

7.3. Žinoma, kad pašaruose esant didesniam šios pašarų žaliavos kiekiui, atsiranda trukdžiai krakmolui nustatyti poliarimetriniu metodu, todėl gali būti gauti neteisingi rezultatai:

— (cukrinių) runkelių produktai, pvz., (cukrinių) runkelių išspaudos, (cukrinių) runkelių melasa, (cukrinių) runkelių išspaudos su melasa, (cukrinių) runkelių žlaugtai, (runkelių) cukrus,

— citrusų vaisių minkštimas,

— linų sėmenys; linų sėmenų išspaudos; ekstrahuoti linų sėmenys,

— rapso sėklos; rapso sėklų išspaudos; ekstrahuotos rapso sėklos; rapso sėklų lukštai,

— saulėgrąžų sėklos; ekstrahuotos saulėgrąžų sėklos; ekstrahuotos iš dalies išlukštentos saulėgrąžų sėklos,

— kopros išspaudos; ekstrahuota kopra,

— bulvių masė,

— dehidratuotos mielės,

— produktai, turintys daug inulino (pvz., topinambų trupiniai ir miltai),

— spirgučiai.“