31999L0079

SMERNICA KOMISIE 1999/79/ES

z 27. júla 1999,

ktorou sa mení a dopĺňa Tretia smernica Komisie 72/199/EHS z 27. apríla 1972, ktorá ustanovuje analytické metódy spoločenstva na úradnú kontrolu krmív

(Text s významom pre EHP)

KOMISIA EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho spoločenstva,

so zreteľom na smernicu Rady č. 70/373/EHS z 20. júla 1970 o zavedení metód vzorkovania a analýz spoločenstva na úradnú kontrolu krmív [1] naposledy zmenenú a doplnenú Aktom o pristúpení Rakúska, Fínska a Švédska [2], najmä na jej článok 2,

(1) keďže smernica č. 70/373/EHS podmieňuje, že úradné kontroly krmív na kontrolu dodržiavania požiadaviek vyplývajúcich zo zákonov, iných právnych predpisov a administratívnych opatrení, ktorými sa riadi ich kvalita a zloženie, sa musia vykonávať metódami spoločenstva na odber vzoriek a analýzu;

(2) keďže Tretia smernica Komisie 72/199/EHS z 27. apríla 1972, ktorá ustanovuje analytické metódy spoločenstva na úradnú kontrolu krmív [3] naposledy zmenenú a doplnenú smernicou Komisie 98/54/ES [4], ustanovuje, okrem iného, analytické metódy na stanovenie škrobu polarimetrickou metódou;

(3) keďže smernica Komisie 86/174/EHS z 9. apríla 1986, ktorou sa stanovuje metóda výpočtu energetickej hodnoty kŕmnych zmesí pre hydinu [5] podmieňuje, že na výpočet energetickej hodnoty kŕmnych zmesí pre hydinu, s uplatnením článku 10 smernice Rady 79/373/EHS z 2. apríla 1979 o obchodovaní s kŕmnymi zmesami [6], naposledy zmenenej a doplnenej smernicou Komisie 1999/61/ES [7], sa musí obsah škrobu stanoviť polarimetrickou metódou podľa smernice Komisie 72/199/EHS;

(4) keďže smernica Rady 96/25/ES z 29. apríla 1996 o obehu kŕmnych surovín, ktorou sa menia a dopĺňajú smernice 70/524/EHS, 74/63/EHS, 82/471/EHS a 93/74/EHS a ktorou sa zrušuje smernica 77/101/EHS [8] naposledy zmenená a doplnená smernicou 1999/61/ES vyžaduje, aby boli množstvá určitých analytických zložiek, vrátane škrobu, povinne deklarované v niektorých kŕmnych surovinách;

(5) keďže vzhľadom na pokroky dosiahnuté v oblasti vedeckých a technických poznatkov polarimetrická metóda už nie je vhodná na stanovovanie obsahu škrobu na iné účely ako sú účely v uvedených smerniciach Komisie a Rady; keďže z tohto dôvodu je vhodné obmedziť účel a oblasť polarimetrickej metódy na stanovovanie škrobu;

(6) keďže určité kŕmne suroviny spôsobujú vznik interferencií, v dôsledku čoho by polarimetrická metóda stanovovania škrobu mohla poskytovať nesprávne výsledky; keďže z tohoto dôvodu je vhodné tieto kŕmne suroviny výslovne uvádzať;

(7) keďže opatrenia tejto smernice sú v súlade so stanoviskom Stáleho výboru pre krmivá,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

Príloha I k smernici Komisie 72/199/EHS sa týmto mení a dopĺňa v súlade s prílohou k tejto smernici.

Článok 2

Členské štáty uvedú do účinnosti zákony, iné právne predpisy a administratívne opatrenia potrebné na dosiahnutie súladu s touto smernicou najneskôr do 31. decembra 1999. Bezodkladne o tom informujú Komisiu.

Tieto ustanovenia sa budú uplatňovať od 1. januára 2000.

Členské štáty uvedú priamo v prijatých ustanoveniach alebo pri ich úradnom uverejnení odkaz na túto smernicu. Podrobnosti o odkaze upravia členské štáty.

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

Článok 3

Táto smernica nadobúda účinnosť 20. deň po jej uverejnení v *Úradnom vestníku Európskych spoločenstiev*.

Článok 4

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

V Bruseli 27. júla 1999

Za Komisiu
Franz FISCHLER
člen Komisie

PRÍLOHA

Časť 1 (Stanovenie škrobu) sa nahrádza takto:

„1. **STANOVENIE ŠKROBU**

POLARIMETRICKÁ METÓDA

1. **Účel a oblasť**

Táto metóda umožňuje stanoviť obsahy škrobu a produktov degradácie škrobu s vysokou molekulovou hmotnosťou v krmivách na účely kontroly súladu so smernicou Komisie 86/174/EHS a smernicou Rady 96/25/ES.

2. **Podstata metódy**

Táto metóda pozostáva z dvoch stanovení. Pri prvom stanovení sa vzorka za horúca upraví zriedenou kyselinou chlorovodíkovou. Po vyčírení a filtrácii sa polarimetrickým meraním stanoví optická otáčavosť roztoku.

Pri druhom stanovení sa vzorka extrahuje 40 % etanolom. Po okyslení filtrátu kyselinou chlorovodíkovou, vyčírení a prefiltrovaní sa zmeria optická otáčavosť rovnakým spôsobom ako pri prvom stanovení.

Rozdiel medzi týmito dvomi meraniami, vynásobený známym faktorom udáva obsah škrobu vo vzorke.

3. **Chemikálie**

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

3.2. 1,128 % (w/v) kyselina chlorovodíková.

Koncentrácia sa musí skontrolovať titráciou s použitím roztoku hydroxidu sodného 0,1 mol/liter v prítomnosti 0,1 % (w/v) metylčervene v 94 % (v/v) etanole. 10 ml = 30,94 ml NaOH 0,1 mol/liter.

3.3. Carrezovo činidlo I: rozpustite 21,9 g dihydrátu octanu zinočnatého $Zn(CH_3COO)_2.2H_2O$ a 3 g ľadovej kyseliny octovej vo vode. Doplňte vodou na objem 100 ml.

3.4. Carrezovo činidlo II: rozpustite 10,6 g trihydrátu ferokyanidu draselného $[K_4(Fe(KN)_6].3\ H_2O$ vo vode. Doplňte vodou na objem 100 ml.

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

4. **Prístroje**

4.1. 250 ml Erlenmeyerova banka so zábrusom a so spätným chladičom

4.2. Polarimeter alebo sacharimeter

5. **Postup**

5.1. *Príprava vzorky*

Vzorku meľte dovtedy, kým nebude dostatočne jemná, aby celá prešla cez sito s okrúhlymi otvormi 0,5 mm.

5.2. *Stanovenie celkovej optickej otáčavosti (P alebo S) (pozri poznámku 7.1)*

Naváţte 2,5 g pomletej vzorky s presnosťou na 1 mg a vložte vzorku do 100 ml odmernej banky. Pridajte 25 ml kyseliny chlorovodíkovej (3.2), premiešajte tak, aby ste docielili rovnomerné rozptýlenie skúšobnej vzorky a pridajte ďalších 25 ml kyseliny chlorovodíkovej (3.2). Banku ponorte do vriaceho vodného kúpeľa, pričom ňou prvé tri minúty intenzívne a stále pretrepávajte, aby sa zabránilo tvorbe hrudiek. Množstvo vody vo vodnom kúpeli musí byť dostatočné na to, aby kúpeľ zostal na bode varu aj po ponorení banky do kúpeľa. Banka sa nesmie vybrať z kúpeľa počas pretrepávania. Presne po 15 minútach ju vyberte z kúpeľa, pridajte 30 ml studenej vody a ihneď ochlaďte na teplotu 20°C.

Pridajte 5 ml Carrezovho činidla I (3.3) a pretrepávajte jednu minútu. Potom pridajte 5 ml Carrezovho činidla II (3.4) a znovu pretrepávajte jednu minútu. Doplňte na požadovaný objem vodou, premiešajte a prefiltrujte. Ak filtrát nebude dokonale číry, (čo je zriedkavé), stanovenie zopakujte s použitím väčšieho množstva Carrezových činidiel I a II, napr. 10 ml.

Zmerajte optickú otáčavosť roztoku v 200 mm trubici pomocou polarimetra alebo sacharimetra.

5.3. *Stanovenie optickej otáčavosti (Pa S) látok rozpustných v 40 % etanole.*

Navážte 5 g vzorky s presnosťou na 1 mg, vložte do 100 ml odmernej banky a pridajte približne 80 ml etanolu (3.5) (pozri poznámku 7.2). Banku nechajte stáť 1 hodinu pri laboratórnej teplote; počas tejto doby šesťkrát intenzívne pretrepte tak, aby sa skúšobná vzorka dôkladne premiešala s etanolom. Doplňte na požadovaný objem etanolom (3.5), premiešajte a prefiltrujte. Napipetujte 50 ml filtrátu (= 2,5 g vzorky) do 250 ml Erlenmeyerovej banky, pridajte 2,1 ml kyseliny chlorovodíkovej (3.1) a intenzívne pretrepte. Na Erlenmeyerovu banku nasaďte spätný chladič a banku ponorte do vriaceho vodného kúpeľa. Presne po 15 minútach Erlenmeyerovu banku z kúpeľa vyberte, obsah preneste do 100 ml odmernej banky, prepláchnite malým množstvom studenej vody a ochlaďte na teplotu 20°C. Vyčírte použitím Carrezových činidiel I (3.3) a II (3.4), doplňte na požadovaný objem vodou, premiešajte, prefiltrujte a zmerajte optickú otáčavosť spôsobom uvedeným v druhom a treťom odseku bodu 5.2.

6. **Výpočet výsledkov**

Obsah škrobu (%) sa vypočíta takto:

6.1. *Meranie polarimetrom*

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

P = celková optická otáčavosť v uhlových stupňoch

P' = optická otáčavosť v uhlových stupňoch látok rozpustných v 40 % (v/v) etanole

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = špecifická optická otáčavosť istého škrobu. Ako faktor sa bežne akceptujú nasledovné číselné hodnoty:

+ 185,9°: ryžový škrob
+ 185,4°: zemiakový škrob
+ 184,6°: kukuričný škrob
+ 182,7°: pšeničný škrob
+ 181,5°: jačmenný škrob
+ 181,3°: ovsený škrob
+ 184,0°: ostatné druhy škrobu a zmesi škrobov v kŕmnych zmesiach

6.2. *Meranie sacharimetrom*

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

S = celková optická otáčavosť v sacharometrických stupňoch

S' = optická otáčavosť v sacharometrických stupňoch látok rozpustných v 40 % (v/v) etanole

N = hmotnosť g) sacharózy v 100 ml vody poskytujúca optickú otáčavosť 100 sacharometrických stupňov pri použití 200 mm trubice

16,29 g pre francúzske sacharimetre

26,00 g pre nemecké sacharimetre

20,00 g pre zmiešané sacharimetre.

$[\alpha]_D^{20^\circ}$ = špecifická optická otáčavosť čistého škrobu (pozri 6.1)

6.3 *Opakovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch paralelných stanovení vykonaných v rovnakej vzorke nesmie presiahnuť 0,4 v absolútnej hodnote pre obsah škrobu menší ako 40 % a 1,1 % relatívnych pre obsah škrobu rovný alebo väčší ako 40 %.

7. **Poznámky**

7.1. Ak vzorka obsahuje viac ako 6 % uhličitanov, vypočítaných ako uhličitan vápenatý, tieto sa musia rozložiť pred stanovením celkovej optickej otáčavosti presne známym množstvom zriedenej kyseliny sírovej.

7.2. Ak ide o produkty s vysokým obsahom laktózy, ako je sušené mliečne sérum alebo sušené odstredené mlieko, postupujte po pridaní 80 ml etanolu (3.5) nasledovne. Na banku nasaďte spätný chladič a ponorte ju na 30 minút do vodného kúpeľa o teplote 50°C. Nechajte vychladnúť a pokračujte v analýze podľa bodu 5.3.

7.3. Ak sú nasledovné krmne suroviny prítomné vo významnom množstve v krmivách, je známe, že spôsobujú interferencie pri stanovovaní obsahu škrobu polarimetrickou metódou, čím sa dajú získať nesprávne výsledky:

— výrobky z (cukrovej) repy, ako sú vylúhované rezky z (cukrovej) repy, melasa z (cukrovej) repy, melasovaná dužina z (cukrovej) repy, vinas z (cukrovej) repy, (repný) cukor,

— citrusová dužina,

— ľanové semeno, ľanové výlisky, ľanový extrahovaný šrot,

— repkové semeno, repkové výlisky, repkový extrahovaný šrot, šupky repkového semena,

— slnečnicové semeno, slnečnicový extrahovaný šrot, slnečnicový extrahovaný šrot z čiastočne lúpaných semien,

— výlisky z kopry, extrahovaný šrot z kopry,

— zemiaková dužina,

— dehydrované kvasnice,

— produkty bohaté na inulín (napr. rezky a múčka z topinambury),

— oškvarky.“