KOMISJONI MÄÄRUS (EÜ) nr 900/2008,

16. september 2008,

millega nähakse ette põllumajandustoodete töötlemisel saadud teatavate kaupade suhtes impordikorra rakendamiseks vajalikud analüüsimeetodid ja muud tehnilised sätted

(kodifitseeritud versioon)

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 23. juuli 1987. aasta määrust (EMÜ) nr 2658/87 tariifi- ja statistikanomenklatuuri ning ühise tollitariifistiku kohta, [1] eriti selle artiklit 9,

ning arvestades järgmist:

(1) Komisjoni 22. detsembri 1987. aasta määrust (EMÜ) nr 4154/87, millega nähakse ette põllumajandustoodete töötlemisel saadud teatavate kaupade suhtes kohaldatavat kauplemise korda käsitleva nõukogu määruse (EMÜ) nr 3033/80 rakendamiseks vajalikud analüüsimeetodid ja muud tehnilised sätted, [2] on oluliselt muudetud. [3] Selguse ja otstarbekuse huvides tuleks kõnealune määrus kodifitseerida.

(2) Nõukogu 6. detsembri 1993. aasta määrusega (EÜ) nr 3448/93, millega nähakse ette põllumajandussaaduste töötlemisel saadud teatavate kaupadega kauplemise kord, [4] hõlmatud toodete ühetaolise kohtlemise tagamiseks ühendusse importimisel tuleks võtta arvesse analüüsimeetodite teaduslikku ja tehnilist arengut.

(3) Käesoleva määrusega ette nähtud meetmed on kooskõlas tolliseadustiku komitee tariifi- ja statistikanomenklatuuri osakonna arvamusega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA MÄÄRUSE:

Artikkel 1

Käesoleva määrusega nähakse ette määruse (EÜ) nr 3448/93 impordi puhul ja komisjoni määruse (EÜ) nr 1460/96 [5] rakendamiseks vajalikud analüüsimeetodid või nende puudumise korral tehtavate analüüside olemus või kohaldatava meetodi põhimõte.

Artikkel 2

Kooskõlas määruse (EÜ) nr 1460/96 III lisas sätestatud mõistetega tärklise-/glükoosisisalduse ja sahharoosi-/invertsuhkru-/isoglükoosisisalduse kohta ning kõnealuse määruse II ja III lisa kohaldamisel kasutatakse järgmisi valemeid, menetlusi ning meetodeid.

1. *Tärklise-/glükoosisisaldus*

(väljendatuna esitatud kujul olevate kaupade 100 % veevaba tärklisesisaldusena)

a) $(Z - F) \times 0{,}9$,

kui glükoosisisaldus on vähemalt sama suur kui fruktoosisisaldus, või

b) $(Z - G) \times 0{,}9$,

kui glükoosisisaldus on väiksem kui fruktoosisisaldus,

kus:

Z = käesoleva määruse I lisas esitatud meetodi kohaselt määratud glükoosisisaldus;

F = kõrgsurvevedelikkromatograafiliselt (HPLCga) määratud fruktoosisisaldus;

G = HPLCga määratud glükoosisisaldus.

Kui punkti a põhjal teatatakse laktoosi hüdrolüsaadi esinemisest ja/või täheldatakse laktoosi ning galaktoosi koguseid, lahutatakse enne muude arvutuste tegemist glükoosisisaldusest Z galaktoosisisaldusele (määratakse HPLCga) vastav glükoosisisaldus.

2. *Sahharoosi-/invertsuhkru-/isoglükoosisisaldus*

(väljendatuna esitatud kujul olevate kaupade sahharoosisisaldusena)

a) $S + (2F) \times 0{,}95$,

kui glükoosisisaldus on vähemalt sama suur kui fruktoosisisaldus;

[1] EÜT L 256, 7.9.1987, lk 1.
[2] EÜT L 392, 31.12.1987, lk 19.
[3] Vt IV lisa.
[4] EÜT L 318, 20.12.1993, lk 18.
[5] EÜT L 187, 26.7.1996, lk 18.

b) S + (G + F) × 0,95,

kui glükoosisisaldus on väiksem kui fruktoosisisaldus,

kus:

S = HPLCga määratud sahharoosisisaldus;

F = HPLCga määratud fruktoosisisaldus;

G = HPLCga määratud glükoosisisaldus.

Kui teatatakse laktoosi hüdrolüsaadi esinemisest ja/või taheldatakse laktoosi ning galaktoosi koguseid, lahutatakse enne muude arvutuste tegemist glükoosisisaldusest G galaktoosisisaldusele (määratakse HPLCga) vastav glükoosisisaldus.

3. *Piimarasvasisaldus*

a) Kui punktis b ei sätestata teisiti, määratakse kauba piimarasvasisaldus kindlaks petrooleetriga ekstraheerimise teel pärast soolhappega toimuvat hüdrolüüsi.

b) Kui kauba koostises esineb peale piimarasvade ka muid rasvu, toimitakse järgmiselt:

— kaupade üldine rasvasisaldus massiprotsentides määratakse kindlaks vastavalt punktile a;

— piimarasvasisaldus määratakse kindlaks meetodil, mis põhineb petrooleetriga ekstraheerimisel pärast soolhappega toimuvat hüdrolüüsi, millele järgneb rasvhapete metüülestrite gaasikromatograafia. Piimarasvade taheldamisel arvutatakse nende massiprotsent nii, et metüülbutüraadi sisaldus massiprotsentides korrutatakse 25ga, saadud tulemus korrutatakse kõnealuse kauba üldise rasvasisaldusega massiprotsentides ning jagatakse 100ga.

4. *Piimavalgusisaldus*

a) Kui punktis b ei sätestata teisiti, korrutatakse kauba piimavalgusisalduse saamiseks lämmastikusisaldus (määratakse Kjeldahli meetodiga) 6,38ga.

b) Kui kauba koostises esineb aineid, mis peale piimavalkude sisaldavad ka muid valke:

— määratakse üldine lämmastikusisaldus (massiprotsent) kindlaks Kjeldahli meetodiga;

— arvutatakse piimavalgusisaldus vastavalt punktile a, lahutades üldisest lämmastikusisaldusest mittepiimavalkudele vastav lämmastikusisaldus.

Artikkel 3

Määruse (EÜ) nr 1460/96 I lisa rakendamisel kasutatakse järgmisi meetodeid ja/või menetlusi:

1. CN-koodide 0403 10 51 – 0403 10 59, 0403 10 91 – 0403 10 99, 0403 90 71 – 0403 90 79 ja 0403 90 91 – 0403 90 99 alla kuuluvate kaupade klassifitseerimisel määratakse piimarasvasisaldus kindlaks käesoleva määruse artikli 2 punktis 3 osutatud meetodil.

2. CN-koodide 1704 10 11 – 1704 10 99 ning 1905 20 10 – 1905 20 90 alla kuuluvate kaupade klassifitseerimisel määratakse sahharoosisisaldus, sh sahharoosina väljendatud invertsuhkru sisaldus, kindlaks HPLCga; (sahharoosina väljendatud invertsuhkur tähendab glükoosi ja fruktoosi võrdsetes kogustes summat korrutatuna 0,95ga).

3. Kaupade CN-koodide 1806 10 10 – 1806 10 90 alla kuuluvate kaupade klassifitseerimisel määratakse sahharoosi-/invertsuhkru-/isoglükoosisisaldus kindlaks vastavalt käesoleva määruse artikli 2 punktis 2 esitatud valemitele, meetodile ja menetlustele.

4. Kaupade CN-koodide 3505 20 10 – 3505 20 90 alla kuuluvate kaupade klassifitseerimisel määratakse tärklise-, dekstriini- või muu modifitseeritud tärklise sisaldus kindlaks käesoleva määruse II lisas nimetatud meetodil.

5. Kaupade CN-koodide 3809 10 10 – 3809 10 90 alla kuuluvate kaupade klassifitseerimisel määratakse tärklisained kindlaks käesoleva määruse II lisas esitatud meetodil.

6. Kaupade CN-koodide 1901 90 11 või 1901 90 19 alla kuuluvate kaupade klassifitseerimisel tehakse vahet kuivekstrakti põhjal, mis on määratud kindlaks kuivamisega temperatuuril 103 ± 2 °C kuni püsimassi saamiseni.

7. Kaupade CN-koodide 1902 19 10 ja 1902 19 90 alla kuuluvate kaupade klassifitseerimisel kasutatakse käesoleva määruse III lisas esitatud meetodit makarontoodetes sisalduva pehmest nisust valmistatud jahu ning manna kontrollimiseks

8. Kaupade CN-koodide 2905 44 11 – 2905 44 99 ning 3824 60 11 – 3824 60 99 alla kuuluvate kaupade manniitooli ja D-glütsitooli (sorbitooli) sisaldus määratakse kindlaks HPLC põhjal.

Artikkel 4

1. Koostatakse analüüsiprotokoll.

2. Analüüsiprotokoll sisaldab järgmisi andmeid:

— kõik andmed, mis on vajalikud proovi identifitseerimiseks;

— kasutatud meetod ja täpne viide õigusaktile, kus see on sätestatud, või vajaduse korral üksikasjalik viide meetodile, täpsustades käesoleva määruse kohaselt tehtavate analüüside olemust või kohaldatava meetodi põhimõtet;

— kõik tulemusi mõjutada võivad tegurid;

— analüüsitulemused vormis, mis on ette nähtud kasutatud meetodi kirjelduses või mida näevad ette analüüsi nõudnud tolli- või haldusasutuse vajadused.

Artikkel 5

Määrus (EMÜ) nr 4154/87 tunnistatakse kehtetuks.

Viiteid kehtetuks tunnistatud määrusele käsitatakse viidetena käesolevale määrusele kooskõlas V lisas esitatud vastavustabeliga.

Artikkel 6

Käesolev määrus jõustub kahekümnendal päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Liidu Teatajas*.

Käesolev määrus on tervikuna siduv ja vahetult kohaldatav kõikides liikmesriikides.

Brüssel, 16. september 2008

Komisjoni nimel
president
José Manuel BARROSO

I LISA

Tärklisesisalduse ja selle glükoosi sisaldavate lagunemisproduktide kindlaksmääramine

1. EESMÄRK JA RAKENDUSALA

a) Meetodi abil saab kindlaks määrata tärklisesisalduse ja selle glükoosi sisaldavad lagunemisproduktid, edaspidi „tärklis".

b) Punktis a osutatud tärklise sisaldus on võrdne käesoleva lisa punkti 6 alapunkti a kohaselt arvutatud väärtusega E.

2. PÕHIMÕTE

Proov lagundatakse naatriumhüdroksiidiga ja „tärklis" jagatakse amüloglükoosidaasiga glükoosiühikuteks. Glükoos määratakse ensüümselt.

3. REAKTIIVID

(Kasutatakse bidestilleeritud vett).

3.1. 0,5 N naatriumhüdroksiidi lahus (0,5 mol/l).

3.2. (Vähemalt) 96 %line jää-äädikhappes.

3.3. Amüloglükoosidaasi lahus:

Vahetult enne kasutamist lahustatakse umbes 10 mg amüloglükoosidaasi (EC 3.2.1.3) (60 U/mg) 1 ml vees. ([1])

3.4. Trietanoolamiini puhverlahus:

Lahustatakse 14,0 g trietanoolamiinhüdrokloriidi [tris(2-hüdroksüetüül)ammooniumkloriid] ja 0,25 g magneesiumsulfaati ($MgSO_4 7H_2O$) 80 ml vees, lisatakse umbes 5 ml 5 N naatriumhüdroksiidi lahust (5 mol/l) ning viiakse pH tase 1 N (1 mol/l) naatriumhüdroksiidi lahusega 7,6-le.

Täiendatakse veega kuni 100 ml lahuse saamiseni. Puhverlahus säilib vähemalt neli nädalat temperatuuril 4 °C.

3.5. NADP (nikotiinamiidadeniindinukleotiidfosfaat, dinaatriumsool) lahus:

Lahustatakse 60 mg NADP-lahust 6 ml vees. Lahus säilib vähemalt neli nädalat temperatuuril 4 °C.

3.6. ATP (adenosiin-5-trifosfaat, dinaatriumsool) lahus:

Lahustatakse 300 mg ATP. $3H_2O$ ja 300 mg naatriumvesinikkarbonaati ($NaHCO_3$) 6 ml vees. Lahus säilib vähemalt neli nädalat temperatuuril 4 °C.

3.7. HK/G6P-DH (Heksokinaas-EC 2.7.1.1) ja glükoos-6-fosfaat-dehüdrogenaas (EC 1.1.1.49)-suspensioon:

heljundatakse 280 U HK ja 140 U G6P-DH 1 ml-s 3,2 M ammooniumsulfaadi lahuses. Suspensioon säilib vähemalt üks aasta temperatuuril 4 °C.

4. SEADMED

4.1. Magnetsegur-veevann temperatuuril 60 °C.

4.2. Magnetvardad.

4.3. 1 cm optilise küvetiga UV-spektrofotomeeter.

4.4. Ensüümianalüüsi pipetid.

([1]) U on ensüümi aktiivsuse rahvusvaheline ühik.

5. MEETOD

5.1. **Proovi lagundamine naatriumhüdroksiidiga ja „tärklise" ensüümihüdrolüüs**

5.1.1. Valitakse proovi mass vastavalt eeldatavale tärklisesisaldusele (tärklisesisaldus ei tohi olla üle 0,4 g proovi kohta) järgmiselt:

Toote eeldatav tärklisesisaldus g/100 g	Proovi ligikaudne mass grammides (p)	Mõõtekolvi maht ml	Lahjendusaste ühe liitrini (f)
> 70	0,35–0,4	500	2
20–70	kuni 0,5	500	2
5–20	kuni 1	250	4
< 5	kuni 2	200	5

5.1.2. Kaalutakse proovi täpsusega 0,1 mg.

5.1.3. Lisatakse 50 ml 0,5 N naatriumhüdroksiidi lahust (punkt 3.1) ja segatakse pidevalt 30 minutit veevannis (punkt 4.1) magnetseguriga temperatuuril 60 °C.

5.1.4. Lisatakse mõni ml kontsentreeritud äädikhapet (punkt 3.2) ning viiakse pH tase vahemikku 4,6–4,8.

5.1.5. Asetatakse magnetseguriga veevanni (punkt 4.1) temperatuuril 60 °C, lisatakse 1,0 ml ensüümilahust (punkt 3.3) ja lastakse reageerida 30 minutit, samal ajal pidevalt segades.

5.1.6. Pärast jahutamist mõõdetakse kogus mõõtekolbi (punkt 5.1.1) ning täidetakse veega märgini.

5.1.7. Vajaduse korral filtreeritakse läbi kurdfiltri (vt märkus 1).

5.2. **Glükoosi koguse määramine**

5.2.1. Katselahuses peab olema 100–1 000 mg glükoosi liitri kohta, mis vastab ΔE_{340} väärtusele 0,1–1,0.

Neelduvus katselahuses, mida on lahjendatud veega (suhtes 1 : 30), ei tohi olla üle 0,4 lainepikkusel (mõõdetuna õhu suhtes) 340 nm.

5.2.2. Kuumutatakse puhverlahust (punkt 3.4) toatemperatuurini (20 °C).

5.2.3. Reaktiivide ja proovi temperatuur peab olema 20–25 °C.

5.2.4. Mõõdetakse neelduvust lainepikkusel 340 nm õhu suhtes (s.o võrdlusmeetodi puhul ilma optilise küvetita).

5.2.5. Pipetitakse vastavalt järgmisele tabelile:

Kallatakse optilisse küvetti	Kontroll (ml)	Katse (ml)
Puhver (reaktiiv 3.4)	1,00	1,00
NADP (reaktiiv 3.5)	0,10	0,10
ATP (reaktiiv 3.6)	0,10	0,10
Katselahus (5.1.6 või 5.1.7)	—	0,10
Bidestilleeritud vesi	2,00	1,90
Segatakse ja umbes kolme minuti pärast mõõdetakse neelduvust lahustes (E_1). Reaktsiooni alustamiseks lisatakse:		
HK/G6P.DH (reaktiiv 3.7)	0,02	0,02
Segatakse, lastakse reageerida lõpuni (umbes 15 minutit) ja mõõdetakse neelduvust lahustes (E_2). Jälgitakse reaktsiooni. Kui reaktsioon ei ole 15 minuti pärast lõppenud, jätkatakse neelduvuse lugemist viieminutiliste vaheaegade järel, kuni reaktsiooni kiirus on konstantne. Siis ekstrapoleeritakse tagasi suspensiooni vastavalt punktile 3.7 lisamise hetkeni (vt märkus 2).		

5.2.6. Arvutatakse neelduvuste erinevus ($E_2 - E_1$) nullreaktiivis ja proovis. Lahutatakse proovi neelduvusest (ΔE proov) nullreaktiivi neelduvus (ΔE nullreaktiiv):

$$\Delta E = \Delta E_{\text{proov}} - \Delta E_{\text{nullreaktiiv}}$$

Saadud vahe annab katselahuse glükoosisisalduse.

Katselahuse glükoosisisaldus, g/l

$$Gl = ((3{,}22 \times 180{,}16)/(6{,}3 \times 1 \times 0{,}1 \times 1\,000)) \times \Delta E_{340} = 0{,}921 \times \Delta E_{340}$$

(3,22: mõõdetava lahuse maht; 1: küveti paksus; 0,1: proovilahuse maht; glükoosi molekulmass on 180,16 (g/mol).

5.2.7. Kui mingil põhjusel ei ole võimalik mõõta lainepikkusel 340 nm, võib seda teha lainepikkusel 365 nm või 334 nm, kusjuures arv 6,3 eespool esitatud glükoosivalemis tuleb asendada vastavalt arvuga 3,5 või 6,18.

6. ARVUTUSKÄIK JA TULEMUSTE ESITAMINE

a) E = tärklisesisaldus väljendatuna g/100 g:

$$E = ((100 \times 0{,}9 \times Gl)/(p \times f))$$

b) Z = glükoosisisaldus väljendatuna g/100 g:

$$Z = ((100 \times Gl)/(p \times f))$$

kus:

Gl = glükoos väljendatuna g/l (5.2.6);

f = lahjendusaste (5.1.1);

p = proovi mass grammides;

0,9 = glükoosi ümberarvestustegur tärkliseks.

Märkused

1. Kui katselahust ei ole võimalik filtreerida punkti 5.1.7 kohaselt, tuleb selge lahuse saamiseks võtta vajalikke meetmeid.

2. Kui esineb ensüümiinhibeerimine, soovitatakse kohaldada meetodit, mille käigus lisatakse kindlates kogustes puhast tärklist.

II LISA

Kaupade CN-koodide 3505 20 10 – 3505 20 90 alla kuuluvate kaupade tärklise-, dekstriini- või muu modifitseeritud tärklise sisalduse ning CN-koodide 3809 10 10 – 3809 10 90 alla kuuluvate kaupade tärklisainete sisalduse määramine

I. PÕHIMÕTE

Happelise hüdrolüüsi teel muundatakse tärklis redutseerivateks suhkruteks, mis määratakse mahu põhjal Fehlingi lahuse abil.

II. SEADMED JA REAKTIIVID

1. 250 ml kolb;

2. 200 ml mõõtekolb;

3. 25 ml mõõtebürett;

4. Soolhape tihedusega 1,19;

5. Kaaliumhüdroksiidi lahus;

6. Aktiivsüsi; värvitustamiseks;

7. Fehlingi lahus;

8. 1 %line metüleensinise lahus.

III. MEETOD

Umbes 1 g tärklist sisaldav proov pannakse 250 ml kolbi. Lisatakse 100 ml destilleeritud vett ja 2 ml soolhapet. Segu lastakse keema ja keedetakse kolm tundi.

Kolvi sisu ning loputusvesi kallatakse 200 ml mõõtekolbi. Jahutatakse ning tehakse peaaegu neutraalseks kaaliumhüdroksiidi lahusega. Täiendatakse destilleeritud veega 200 ml-ni ja filtreeritakse läbi vähese koguse aktiivsöe.

Seejärel valatakse lahus mõõtebüretti ja redutseeritakse 10 ml Fehlingi lahust järgmisel meetodil:

Umbes 250 ml lameda põhjaga kolbi kallatakse 10 ml Fehlingi lahust (5 ml lahust A ja 5 ml lahust B). Loksutatakse, kuni lahus on selge, ja lisatakse 40 ml destilleeritud vett ning väike kogus kvartsi või pimsskivi.

Kolb asetatakse neljakandilisele asbestalusele, mille keskel on umbes 6 cm läbimõõduga ümmargune auk, mis omakorda on traatvõrgu peal. Kolbi kuumutatakse nii, et vedelik hakkaks umbes kahe minuti pärast keema.

Büretist lisatakse keevale vedelikule vähehaaval suhkrulahust, kuni Fehlingi lahuse sinine värv on vaevu märgatav; seejärel lisatakse indikaatoriks 2–3 tilka metüleensinise lahust ja tiitritakse lõpuni, lisades tilkhaaval edasi suhkrulahust, kuni indikaatori sinine värv on kadunud.

Suurema täpsuse saamiseks korratakse tiitrimist samades tingimustes, kuid peaaegu kogu suhkrulahus, mis on vajalik Fehlingi lahuse redutseerimiseks, lisatakse korraga. Teist korda tiitrides peab Fehlingi lahus redutseeruma kolme minuti jooksul. Keedetakse veel täpselt kaks minutit, lisades keevale lahusele ühe minuti jooksul tilkhaaval reaktiivi, kuni sinine värv on kadunud.

Tärklise massiprotsent proovis määratakse järgmise valemiga:

$$\text{tärklise massiprotsent} = ((T \times 200 \times 100)/(n \times p)) \times 0{,}95$$

kus:

T: 10 ml Fehlingi lahusele (5 ml lahust A ja 5 ml lahust B) vastava veevaba dekstroosi kogus grammides. Kõnealune tiiter vastab 0,04945 g veevabale dekstroosile, kui lahus A sisaldab 17,636 g vaske liitri kohta;

n: tiitrimisel kasutatud suhkrulahuse kogus ml-tes;

p: proovi mass;

0,95: veevaba dekstroosi ümberarvestustegur tärkliseks.

IV. FEHLINGI LAHUSTE VALMISTAMINE

Lahus A: Mõõtekolvis lahustatakse 69,278 g puhast rauavaba kristallilist vasksulfaati – analüütilist reaktiivi ($CuSO_4$ $5H_2O$) – destilleeritud vees ja täidetakse kolb destilleeritud veega 1 l-ni. Lahuse täpset tiitrit tuleb kontrollida vasekoguse määramisega.

Lahus B: Mõõtekolvis lahustatakse destilleeritud vees 100 g naatriumhüdroksiidi ja 346 g kaaliumnaatrium-tartraati (Seignette'i sool) ja täidetakse kolb destilleeritud veega ühe liitrini.

Lahused A ja B tuleb segada võrdsetes kogustes vahetult enne kasutamist. 0,04945 g veevaba dekstroosi redutseerib täielikult 10 ml Fehlingi lahust (5 ml lahust A ja 5 ml lahust B) III punktis nimetatud tingimustel.

III LISA

Pehmest nisust valmistatud püüli- ja lihtjahu kindlaksmääramine makaronides, spagetis ja muudes samalaadsetes makarontoodetes

(Youngi ja Gilles'i meetodi kohaselt, mida on täiendanud Bernaerts ning Gruner)

I. PÕHIMÕTE

Mittepolaarse lahusti abil valmistatakse analüüsitava makarontoote proovist ekstrakt.

Kõnealust ekstrakti analüüsitakse kromatograafiliselt õhukesel silikageelikihil, et eraldada erinevates ribakujulistes fraktsioonides leiduvad steroolid.

Vastavalt eredavärviliste ribade arvule on võimalik kindlaks määrata, kas uuritav toode on valmistatud ainult kõvast või pehmest nisust või nende kahe segust. Samuti on võimalik kindlaks määrata, kas on lisatud mune.

II. SEADMED JA REAKTIIVID

1. Homogenisaator või veski jahvatise saamiseks, mis läbib 0,200 mm avadega standardsõela.
2. 0,200 mm avadega standardsõel.
3. Veevanniga aurusti vähendatud rõhu all aurustamiseks.
4. Klaas-, alumiinium- või mõni muu õhukese silikageelikihiga kaetud alus mõõtmetega 20 × 20 cm. Kui kõnealune õhuke kiht tuleb valmistada, peab kasutama umbes 13 %lise kipskrohviga segatud silikageeli, mis kantakse peale selleks ettenähtud seadmega 0,25 mm paksuse kihina vastavalt tootja kasutusõpetusele.
5. Mikropipett 20 mikroliitri mõõtmiseks.
6. Kromatogrammi saamiseks sobiv kaanega anum.
7. Pihusti.
8. Petrooleeter keemispunktiga 40–60 °C, enne kasutamist redestilleeritud.
9. Analüüsiks vajalik veevaba etüüleeter.
10. Kromatograafiliseks analüüsiks vajalik süsiniktetrakloriid, enne kasutamist redestilleeritud.
11. Analüüsiks vajalik fosfomolübdeenhape.
12. 94 %line etüülalkohol.

III. MEETOD

Jahvatatakse umbes 20 g proovi nii peeneks, et see läbiks sõela täielikult. Proov pannakse Erlenmeyeri kolbi ja kaetakse 150 ml petrooleetriga. Jäetakse toatemperatuuril seisma kuni järgmise päevani. Loksutatakse aeg-ajalt.

Seejärel filtreeritakse läbi filtrikihiga varustatud Büchneri lehtri või paagutatud filtri. Sel viisil saadud selge lahus valatakse järk-järgult 100 ml mõõtekolbi. Lahustit aurutatakse vähendatud rõhu all, kuumutades kolbi veevannis temperatuuril 40–50 °C. Kui lahusti on aurustunud, kuumutatakse vähendatud rõhu all veel 10 minutit.

Kui kolb on jahtunud, määratakse ekstrakti mass. Lahjendatakse ekstrakti etüüleetriga vahekorras 1 ml etüüleetrit 60 mg ekstrakti kohta.

Aktiveeritakse õhukesed kihid, tõstes nende temperatuuri 130 °C-ni kolmeks tunniks. Lastakse jahtuda silikageeli sisaldavas eksikaatoris. Aluseid, mida kohe ei kasutata, võib hoida ka samas eksikaatoris.

Lisatakse tilkhaaval 20 mikroliitrit selget lahust, et soovitavalt uuesti aktiveeritud alusel moodustuks püsiva laiusega ja 3 cm pikkune riba. Lastakse lahustil auruda.

Voolutatakse süsiniktetrakloriidiga kromatograafiliselt toatemperatuuril anumas, mille seinad on kaetud lahustis niisutatud filterpaberiga. Umbes tunni aja pärast tõuseb lahusti 18 cm kõrgusele. Alus eemaldatakse ja lastakse lahustil lahtiselt auruda. Ribade paremaks eraldamiseks voolutatakse kromatogrammi teist korda. Lahustil lastakse uuesti lahtiselt auruda.

Pihustatakse õhuke kiht silikageeli koos etüülalkoholis oleva 20 %lise fosfomolübdeenhappe lahusega. Kiht peab olema ühtlaselt kollane. Alust viis minutit temperatuuril 110 °C kuumutades moodustuvad ribad.

IV. KROMATOGRAMMI TÕLGENDAMINE

Kui kromatogrammil on näha üks eredavärvilist põhiriba, mille Rf on ligikaudu 0,4–0,5, on vastava makarontoote valmistamisel kasutatud kõva nisu. Kui aga ilmub kaks võrdse eredusega riba, on toormaterjalina kasutatud pehmet nisu. Kõva ja pehme nisu segusid on võimalik hinnata kahe riba suhtelise ereduse järgi.

Kui on näha kolm riba (kaks riba sellel kõrgusel, kus pehme nisu puhul esinevad põhiribad, ning üks riba nende keskel), on makarontootele lisatud mune. Kui keskmine riba on ülemisest eredam, on toorainena kasutatud kõva nisu. Kui ülemine riba on aga keskmisest eredam, on toorainena kasutatud pehmet nisu.

IV LISA

Kehtetuks tunnistatud määrus koos muudatusega

Komisjoni määrus (EMÜ) nr 4154/87	(EÜT L 392, 31.12.1987, lk 19).
Komisjoni määrus (EÜ) nr 203/98	(EÜT L 21, 28.1.1998, lk 6).

V LISA

Vastavustabel

Määrus (EMÜ) nr 4154/87	Käesolev määrus
Artiklid 1 kuni 4	Artiklid 1 kuni 4
Artikkel 5	—
—	*Artikkel 5*
Artikkel 6	*Artikkel 6*
I, II ja III lisa	I, II ja III lisa
—	IV lisa
—	V lisa