

ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 900/2008

z dnia 16 września 2008 r.

ustanawiające metody analizy i inne przepisy techniczne niezbędne do stosowania systemu przywozu niektórych towarów pochodzących z przetwórstwa produktów rolnych

(Wersja skodyfikowana)

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając rozporządzenie Rady (EWG) nr 2658/87 z dnia 23 lipca 1987 r. w sprawie nomenklatury taryfowej i statystycznej oraz w sprawie Wspólnej Taryfy Celnej⁽¹⁾, w szczególności jego art. 9,

a także mając na uwadze, co następuje:

- (1) Rozporządzenie Komisji (EWG) nr 4154/87 z dnia 22 grudnia 1987 r. ustanawiające metody analizy i inne przepisy techniczne niezbędne do wykonywania rozporządzenia Rady (EWG) nr 3033/80 ustanawiającego zasady handlu mające zastosowanie do niektórych towarów pochodzących z przetwórstwa produktów rolnych⁽²⁾ zostało kilkakrotnie znacząco zmienione⁽³⁾. W celu zapewnienia jego jasności i zrozumiałości należy je zatem skodyfikować.
- (2) W celu zapewnienia jednolitego traktowania przy przywozie do Wspólnoty towarów objętych rozporządzeniem Rady (WE) nr 3448/93 z dnia 6 grudnia 1993 r. ustanawiającym zasady handlu mające zastosowanie do niektórych towarów pochodzących z przetwórstwa produktów rolnych⁽⁴⁾ należy ustanowić metody analizy i inne przepisy techniczne uwzględniając postęp naukowy i techniczny metod analitycznych.
- (3) Środki przewidziane w niniejszym rozporządzeniu są zgodne z opinią Sekcji Taryfowej i Statystycznej Komitetu Kodeksu Celnego,

PRZYJMUJE NINIEJSZE ROZPORZĄDZENIE:

Artykuł 1

Niniejsze rozporządzenie ustanawia metody analizy niezbędne do stosowania rozporządzenia (WE) nr 3448/93 w sprawach dotyczących przywozu oraz rozporządzenia Komisji (WE) nr 1460/96⁽⁵⁾ lub, w przypadku braku metody analizy, charakter przeprowadzanych działań analitycznych lub zasadę stosowanej metody.

Artykuł 2

Zgodnie z definicjami określonymi w załączniku III do rozporządzenia (WE) nr 1460/96 dotyczącymi: zawartości skrobi/glu-

kozy i zawartości sacharozy/cukru inwertowanego/izoglukozy oraz do celów stosowania załączników II i III do tego rozporządzenia, korzysta się z następujących wzorów, procedur i metod dotyczących zawartości skrobi/glukozy i sacharozy/cukru inwertowanego/izoglukozy:

1) Zawartość skrobi/glukozy

(wyrażona jako zawartość 100 % skrobi bezwodnej w wyrobach)

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

jeżeli zawartość glukozy jest nie mniejsza niż zawartość fruktozy; lub

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

jeżeli zawartość glukozy jest mniejsza niż zawartość fruktozy;

gdzie:

Z = oznacza zawartość glukozy ustaloną za pomocą metody określonej w załączniku I do niniejszego rozporządzenia;

F = oznacza zawartość fruktozy ustaloną z zastosowaniem metody HPLC (wysokosprawna chromatografia cieczowa);

G = oznacza zawartość glukozy ustaloną z zastosowaniem metody HPLC.

W przypadku lit. a), jeżeli deklarowana jest obecność produktu hydrolizy laktozy i/lub wykrywane są ilości laktozy i galaktozy, przed dokonaniem jakiegokolwiek obliczenia od zawartości glukozy (Z) odejmowana jest zawartość glukozy równa zawartości galaktozy (określonej za pomocą HPLC).

2) Zawartość sacharozy/cukru inwertowanego/izoglukozy

(wyrażona jako zawartość sacharozy w wyrobach)

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

jeżeli zawartość glukozy jest nie mniejsza niż zawartość fruktozy;

⁽¹⁾ Dz.U. L 256 z 7.9.1987, s. 1.

⁽²⁾ Dz.U. L 392 z 31.12.1987, s. 19.

⁽³⁾ Zob. załącznik IV.

⁽⁴⁾ Dz.U. L 318 z 20.12.1993, s. 18.

⁽⁵⁾ Dz.U. L 187 z 26.7.1996, s. 18.

$$b) S + (G + F) \times 0,95,$$

jeżeli zawartość glukozy jest mniejsza niż zawartość fruktozy;

gdzie:

S = oznacza zawartość sacharozy określoną za pomocą HPLC;

F = oznacza zawartość fruktozy określoną za pomocą HPLC;

G = oznacza zawartość glukozy określoną za pomocą HPLC.

Jeżeli deklarowana jest obecność produktu hydrolizy laktozy i/lub wykrywane są ilości laktozy i galaktozy, przed dokonaniem jakiegokolwiek obliczenia od zawartości glukozy (G) odejmowana jest zawartość glukozy równa zawartości galaktozy (określonej za pomocą HPLC).

3) Zawartość tłuszczu mleka

a) Z zastrzeżeniem przepisów lit. b), zawartość tłuszczu mleka w masie produktu oznacza się przez ekstrakcję eterem naftowym po uprzednim przeprowadzeniu hydrolizy kwasem solnym.

b) Jeżeli w składzie towarów zgłaszane są również tłuszcze inne niż tłuszcz mleka, należy zastosować następującą procedurę:

— procent masy tłuszczów całkowitych w towarze należy oznaczyć tak, jak określono w lit. a),

— do celów oznaczenia zawartości tłuszczu mleka należy zastosować metodę opartą na ekstrakcji eterem naftowym, poprzedzoną hydrolizą kwasem solnym, a następnie wykonać chromatografię gazową estrów metylowych kwasów tłuszczowych. Jeśli stwierdzi się obecność tłuszczów mleka, należy obliczyć jego stosunek procentowy przez pomnożenie procentowej zawartości maślanu metylu przez 25, mnożąc wynik przez procent zawartości całkowitego tłuszczu w masie produktu, a następnie dzieląc go przez 100.

4) Zawartość białka mleka

a) Z zastrzeżeniem przepisów lit. b), zawartość białka mleka w wyrobach jest obliczana poprzez pomnożenie zawartości azotu (określonej metodą Kjeldahla) przez współczynnik 6,38.

b) Jeżeli w składzie produktów zadeklarowano także składniki zawierające białka inne niż białka mleka:

— ogólna zawartość azotu (w procentach masy) jest ustalana metodą Kjeldahla,

— zawartość białka mleka jest obliczana tak, jak w lit. a), poprzez wydzielenie z ogólnej zawartości azotu w procentach masy tej części azotu, która odpowiada białkom nie pochodzącym z mleka.

Artykuł 3

Do celów stosowania załącznika I do rozporządzenia (WE) nr 1460/96 używane są następujące metody i/lub procedury:

1) do celów klasyfikacji towarów objętych kodami CN 0403 10 51 do 0403 10 59, 0403 10 91 do 0403 10 99, 0403 90 71 do 0403 90 79 oraz 0403 90 91 do 0403 90 99 zawartość tłuszczu mleka w masie jest ustalana za pomocą metody opisanej w art. 2 pkt 3 niniejszego rozporządzenia;

2) do celów klasyfikacji towarów objętych kodami CN 1704 10 11 do 1704 10 99 oraz 1905 20 10 do 1905 20 90 zawartość sacharozy, włącznie z cukrem inwertowanym wyrażonym jako sacharoza, jest ustalana za pomocą metody HPLC. Cukier inwertowany wyrażony jako sacharoza oznacza sumę równych ilości glukozy i fruktozy pomnożoną przez 0,95;

3) do celów klasyfikacji towarów objętych kodami CN 1806 10 10 do 1806 10 90 zawartość sacharozy/cukru inwertowanego/izoglukozy jest ustalana zgodnie ze wzorem, metodą i procedurami określonymi w art. 2 pkt 2 niniejszego rozporządzenia;

4) do celów klasyfikacji towarów objętych kodami CN 3505 20 10 do 3505 20 90 zawartość skrobi, dekstryny i innych skrobi modyfikowanych ustala się za pomocą metody określonej w załączniku II do niniejszego rozporządzenia;

5) do celów klasyfikacji towarów objętych kodami CN 3809 10 10 do 3809 10 90 zawartość substancji skrobiowych ustala się za pomocą metody określonej w załączniku II do niniejszego rozporządzenia;

6) do celów klasyfikacji towarów objętych kodami CN 1901 90 11 lub 1901 90 19 należy dokonać rozróżnienia między tymi kodami na podstawie zawartości suchego ekstraktu ustalonej przez suszenie w temperaturze 103 ± 2 °C do osiągnięcia stałej masy;

- 7) do celów klasyfikacji towarów objętych kodami CN 1902 19 10 i 1902 19 90 do oznaczania obecności zwykłych typów mąki pszennej oraz semoliny w makaronie stosowana jest metoda określona w załączniku III do niniejszego rozporządzenia;
- 8) zawartość mannitolu oraz D-glucitolu (sorbitolu) w towarach objętych kodami CN 2905 44 11 do 2905 44 99 oraz 3824 60 11 do 3824 60 99 jest ustalana za pomocą metody opartej na HPLC.

Artykuł 4

1. Z badań sporządzane jest sprawozdanie.
2. Sprawozdanie z badań obejmuje następujące dane:
 - wszystkie informacje niezbędne do identyfikacji próbki,
 - zastosowaną metodę wspólnotową i dokładne odniesienie do instrumentu prawnego, który ją określa, lub, w odpowiednim przypadku, szczegółowe odniesienie do metody, wskazujące na rodzaj dokonanych operacji anali-

tycznych lub zasadę zastosowanej metody, jak wskazano w niniejszym rozporządzeniu,

- wszelkie czynniki mogące wywierać wpływ na wyniki,
- wyniki analizy ze szczególnym uwzględnieniem sposobu ich wyrażania w przypadku zastosowanej metody oraz środków wyrażania podyktowanych potrzebami organów celnych i administracyjnych, na wniosek których została dokonana analiza.

Artykuł 5

Rozporządzenie (EWG) nr 4154/87 traci moc.

Odesłania do uchylonego rozporządzenia odczytuje się jako odesłania do niniejszego rozporządzenia, zgodnie z tabelą korelacji w załączniku V.

Artykuł 6

Niniejsze rozporządzenie wchodzi w życie dwudziestego dnia po jego opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej*.

Niniejsze rozporządzenie wiąże w całości i jest bezpośrednio stosowane we wszystkich państwach członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 16 września 2008 r.

W imieniu Komisji
José Manuel BARROSO
Przewodniczący

ZAŁĄCZNIK I

Oznaczenie zawartości skrobi i produktów jej degradacji włącznie z glukozą

1. CEL I OBSZAR STOSOWANIA

- a) Metoda umożliwia oznaczenie zawartości skrobi, produktów jej degradacji, włącznie z glukozą, zwanych dalej „skrobią”.
- b) Zawartość „skrobi” wymienionej w lit. a) jest równa wartości E, obliczonej zgodnie z pkt 6 lit. a) niniejszego załącznika.

2. ZASADA

Próbka jest poddawana reakcji z wodorotlenkiem sodu, w wyniku czego „skrobia” skupia się w grupy glukozy z amyloglukozydazą. Oznaczenia glukozy dokonuje się sposobem enzymatycznym.

3. ODCZYNNIKI

(Stosować wodę podwójnie destylowaną).

3.1. Roztwór 0,5 N wodorotlenku sodu (0,5 mol/l).

3.2. Kwas octowy lodowaty 96 % (minimum).

3.3. Roztwór amyloglukozydazy:

Bezpośrednio przed użyciem rozpuścić 10 mg amyloglukozydazy (WE 3.2.1.3) (60 U na mg) w jednym ml wody ⁽¹⁾.

3.4. Roztwór buforowy trietanolaminy:

Rozpuścić 14,0 g chlorowodoru trietanolaminy (chlorek tri(2-hydroksyetyl) amonu) oraz 0,25 g siarczanu magnezu ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) w 80 ml wody, dodać około 5 ml roztworu 5 N wodorotlenku sodu (5 mol/l) i ustalić poziom pH 7,6, stosując roztwór 1 N wodorotlenku sodu (1 mol/l).

Uzupełnić wodą do 100 ml. Otrzymany roztwór buforowy można przechowywać przez co najmniej cztery tygodnie w temperaturze 4 °C.

3.5. Roztwór NADP (fosforanu dinukleotydu nikotynoamidoadeninowego, sól disodu):

Rozpuścić 60 mg NADP w 6 ml wody. Otrzymany roztwór buforowy można przechowywać przez co najmniej cztery tygodnie w temperaturze 4 °C.

3.6. Roztwór ATP (trifosforanu 5'-adenozynowego, sól disodu):

Rozpuścić 300 mg ATP, $3H_2O$ i 300 mg wodorowęglanu sodu ($NaHCO_3$) w 6 ml wody. Otrzymany roztwór buforowy można przechowywać przez co najmniej cztery tygodnie w temperaturze 4 °C.

3.7. Zawiesina HK/G6P-DH (heksokinaza (WE 2.7.1.1) i dehydrogenaza glukozy-6-fosforowa (WE 1.1.1.49):

Wymieszać 280 U HK i 140 U G6P-DH w 1 ml roztworu 3,2 M siarczanu amonu. Otrzymany roztwór buforowy można przechowywać przez co najmniej cztery tygodnie w temperaturze 4 °C.

4. APARATURA

4.1. Łaźnia wodna z mieszadłem indukcyjnym w temp. 60 °C.

4.2. Pręty indukcyjne.

4.3. Spektrofotometr UV z 1 cm komórkami optycznymi.

4.4. Pipety do analizy enzymatycznej.

⁽¹⁾ U oznacza międzynarodową jednostkę aktywności enzymu.

5. METODA

5.1. **Próbka jest roztwarzana w wodorotlenku sodu, i „skrobia” poddawana jest hydrolizie enzymatycznej**

5.1.1. Dobrać masę próbki na podstawie poniższej tabeli, zgodnie z zakładaną zawartością „skrobi” (zawartość „skrobi” w próbce nie może przekraczać 0,4 g):

| Zakładana zawartość „skrobi” w produkcie w g/100 g | Przeciętna masa próbki w g (p) | Objętość kolby mierniczej w ml | Współczynnik rozcieńczenia do 1 litra (f) |
|--|--------------------------------|--------------------------------|---|
| > 70 | 0,35–0,4 | 500 | 2 |
| 20–70 | maks. 0,5 | 500 | 2 |
| 5–20 | maks. 1 | 250 | 4 |
| < 5 | maks. 2 | 200 | 5 |

5.1.2. Odważyć dokładnie 0,1 mg próbki.

5.1.3. Dodać 50 ml roztworu 0,5 N wodorotlenku sodu (pkt 3.1) i mieszać bez przerwy przez 30 minut w łaźni wodnej (ppkt 4.1) z mieszadłem indukcyjnym w temp. 60 °C.

5.1.4. Dodać niewielką ilość ml stężonego kwasu octowego (pkt 3.2) i ustalić poziom pH w zakresie 4,6–4,8.

5.1.5. Włączyć do łaźni wodnej z mieszadłem indukcyjnym (pkt 4.1) w temp. 60 °C, dodać 1,0 ml roztworu enzymu (pkt 3.3) i mieszając bez przerwy, przez 30 minut prowadzić reakcję.

5.1.6. Po schłodzeniu przelać ilościowo do kolby mierniczej (pkt 5.1.1) i uzupełnić wodą do poziomu oznaczenia na kolbie.

5.1.7. Jeżeli jest to konieczne, przefiltrować przez sączonej karbowany (zob. uwaga 1).

5.2. **Ilościowe oznaczenie glukozy**

5.2.1. Roztwór do badania musi zawierać 100–1 000 mg glukozy na litr, co odpowiada wartości ΔE_{340} między 0,1 i 1,0.

Absorpcja roztworu do badania rozpuszczonego w wodzie w stosunku 1 + 30 nie może przekraczać 0,4 (mierzone w stosunku do powietrza) przy 340 nm.

5.2.2. Doprowadzić roztwór buforowy (pkt 3.4) do temperatury otoczenia (20 °C).

5.2.3. Temperatura odczynników próbki musi zawierać się w przedziale 20–25 °C.

5.2.4. Zmierzyć absorpcję przy 340 nm do powietrza (tj. bez komórki optycznej na ścieżce referencyjnej).

5.2.5. Postępować zgodnie z poniższą tabelą pipetowania:

| Przelać do komórek optycznych | Kontrola (ml) | Badanie (ml) |
|--|---------------|--------------|
| Bufor (odczynnik z pkt 3.4) | 1,00 | 1,00 |
| NADP (odczynnik z pkt 3.5) | 0,10 | 0,10 |
| ATP (odczynnik z pkt 3.6) | 0,10 | 0,10 |
| Roztwór do badania (z pkt 5.1.6 lub 5.1.7) | — | 0,10 |
| Woda podwójnie destylowana | 2,00 | 1,90 |

Wymieszać i po około trzech minutach zmierzyć absorpcję roztworów (E_1).
Rozpocząć reakcję, dodając:

| | | |
|---------------------------------|------|------|
| HK/G6P.DH (odczynnik z pkt 3.7) | 0,02 | 0,02 |
|---------------------------------|------|------|

Wymieszać, odstawić do całkowitego zakończenia reakcji (około 15 minut) i zmierzyć absorpcję roztworów (E_2).
Jeżeli reakcja nie zakończyła się po upływie 15 minut, odczytywać wartość absorpcji w przedziałach pięciominutowych do momentu, gdy wzrost wartości ustabilizuje się. Następnie dokonać ekstrapolacji wstecznej do momentu dodania zawiesiny (określona w pkt 3.7) (zob. uwaga 2).

- 5.2.6. Obliczyć różnicę absorpcji dla odczynnika ślepego i próbki ($E_2 - E_1$). Wydzielić różnicę absorpcji odczynnika ślepego (ΔE odczynnika ślepego) od tej samej wartości próbki (ΔE próbki):

$$\Delta E = \Delta E_{\text{próbki}} - \Delta E_{\text{odczynnika ślepego}}$$

Różnica ta określa zawartość glukozy w roztworze do badania:

Zawartość glukozy w roztworze do badania, 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: objętość mierzzonego roztworu; 1: grubość komórki; 0,1: objętość roztworu próbki; masa cząsteczkowa glukozy wynosi 180,16 g/mol).

- 5.2.7. Jeżeli z jakiegokolwiek powodu pomiar nie może zostać wykonany przy 340 nm, można go wykonać przy długości fali 365 nm lub 334 nm, liczba 6,3 w powyższym wzorze powinna zostać zastąpiona odpowiednio liczbami 3,5 lub 6,18.

6. OBLICZANIE I POSTAĆ WYNIKÓW

- a) E = zawartość „skrobi” w g/100 g:

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

- b) Z = zawartość „glukozy” w g/100 g:

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

gdzie:

Gl = glukoza w g/l (5.2.6.);

f = współczynnik rozcieńczenia (ppkt 5.1.1.);

p = masa próbki w g;

0,9 = współczynnik przemiany glukozy dla skrobi.

Uwagi:

- Jeżeli nie można przefiltrować roztworu badania stosowanie do pkt 5.1.7, należy zastosować odpowiednie metody w celu otrzymania czystego roztworu.
- W przypadku wystąpienia zatrzymania enzymów zaleca się zastosowanie metody polegającej na dodaniu ustalonych ilości czystych skrobi.

ZAŁĄCZNIK II

Oznaczanie ilości skrobi, dekstryn lub innych skrobi modyfikowanych w wyrobach objętych kodami CN 3505 20 10 do 3505 20 90 oraz ilości substancji skrobiowych w wyrobach objętych kodami CN 3809 10 10 do 3809 10 90

I. ZASADA

Skrobia jest przekształcana w wyniku hydrolizy kwasowej w cukry redukujące, które oznaczane są objętościowo z zastosowaniem roztworu Fehlinga.

II. APARATURA I ODCZYNNIKI

1. Kolba 250 ml.
2. Kolba miernicza 200 ml.
3. Biureta skalowana 25 ml.
4. Kwas solny o gęstości 1,19.
5. Roztwór wodorotlenku potasu.
6. Węgiel drzewny odbarwiający.
7. Roztwór Fehlinga.
8. Roztwór błękitu metyloвого (1 %).

III. METODA

W kolbie 250 ml umieścić próbkę zawierającą około 1 g skrobi. Dodać 100 ml wody destylowanej i 2 ml kwasu solnego. Doprowadzić do wrzenia i wykraplać przez trzy godziny.

Przenieść zawartość kolby wraz z wypłuczynami do kolby miernicznej 200 ml. Schłodzić i doprowadzić do odczynu prawie obojętnego roztworem wodorotlenku potasu. Uzupełnić wodą destylowaną do objętości 200 ml i przefiltrować przez niewielką ilość odbarwiającego węgla drzewnego.

Następnie przelać roztwór do skalowanej biurety i zredukować 10 ml roztworu Fehlinga w następujący sposób:

Do naczynia o płaskim dnie i objętości około 250 ml wlać 10 ml roztworu Fehlinga (5 ml roztworu A i 5 ml roztworu B). Wstrząsnąć do uzyskania jasnej barwy roztworu i dodać 40 ml wody destylowanej oraz niewielką ilość kwarcu lub pumeksu.

Umieścić kolbę na czworokątnej płycie azbestowej z okrągłym otworem o średnicy ok. 6 cm pośrodku, tak aby azbest z kolei spoczywał na kawałku siatki drucianej. Podgrzać kolbę w takiej temperaturze, aby znajdująca się w środku ciecz zaczęła wrzeć po około dwóch minutach.

Z biurety dodawać do wrzącej cieczy stopniowo roztwór cukru do chwili aż błękitny kolor roztworu Fehlinga stanie się trudno dostrzegalny; wówczas dodać 2 do 3 kropel błękitu metylenowego jako wskaźnika i dokończyć miareczkowanie, dodając dalsze ilości roztworu cukru, kropla po kropli, aż zginie błękitny kolor roztworu wskaźnikowego.

W celu uzyskania większej dokładności powtórzyć miareczkowanie zgodnie z tymi samymi warunkami, lecz dodając od razu prawie cały roztwór cukru wymagany do zredukowania roztworu Fehlinga. Podczas drugiego miareczkowania redukcja roztworu Fehlinga powinna nastąpić w ciągu trzech minut. Podtrzymywać wrzenie dokładnie przez kolejne dwie minuty, dodając przez minutę odczynnik kropla po kropli do wrzącego roztworu aż błękitny kolor zniknie.

Wagowy udział procentowy skrobi w próbce jest określany za pomocą następującego wzoru:

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

gdzie:

T: oznacza liczbę gramów bezwodnej dekstrozy odpowiadającą 10 ml roztworu Fehlinga (5 ml roztworu A i 5 ml roztworu B). Miano to odpowiada 0,04945 g bezwodnej dekstrozy, kiedy roztwór A zawiera 17,636 g miedzi na litr;

n: oznacza liczbę ml roztworu cukru użytego do miareczkowania;

p: oznacza wagę próbki;

0,95: oznacza stopień przekształcenia dekstrozy w skrobię.

IV. PRZYGOTOWANIE ROZTWORU FEHLINGA

Roztwór A: W kolbie mierniczej rozpuścić w wodzie destylowanej 69,278 g czystego krystalicznego siarczanu miedzi – odczynnik analityczny ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) – wolnego od żelaza i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 litra. Właściwa moc tego roztworu musi zostać sprawdzona poprzez ilościowe określenie miedzi.

Roztwór B: W kolbie mierniczej rozpuścić w wodzie destylowanej 100 g wodorotlenku sodu i 346 g podwójnego winianu sodowo-potasowego (sól Rochelle'a) i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 litra.

Obydwa roztwory A i B muszą zostać zmieszane w równych ilościach bezpośrednio przed zastosowaniem. 10 ml roztworu Fehlinga (5 ml roztworu A i 5 ml roztworu B) zostaje całkowicie zredukowane, zgodnie z warunkami opisanymi w pkt III, przez 0,04945 g bezwodnej dekstrozy.

ZAŁĄCZNIK III

Wykrywanie zwyczajnej mąki lub mączki pszennej w makaronie, spaghetti i produktach pokrewnych (pasta)

(na podstawie metody Younga i Gillesa, zmodyfikowanej przez Bernaerts i Grunera)

I. ZASADA

Ekstrakt próbki makaronu do analizy jest przygotowywany z wykorzystaniem rozpuszczalnika niepolarnego.

Ekstrakt ten jest poddawany chromatografii na cienkiej warstwie żelu silikonowego, tak aby oddzielić sterole obecne w różnych częściach formy pasma.

Na podstawie liczby jaskrawo kolorowych pasm możliwe jest określenie, czy badany produkt został wyprodukowany wyłącznie z pszenicy durum czy z pszenicy zwyczajnej, ewentualnie z mieszanki obydwu odmian. Możliwe jest także określenie, czy zostały dodane jaja.

II. APARATURA I ODCZYNNIKI

1. Homogenizator lub rozcieracz pozwalający uzyskać granulaty przechodzący przez standardowe sito 0,200 mm.
2. Standardowe sito 0,200 mm.
3. Parownik z kąpielą wodną w celu odparowywania pod zmniejszonym ciśnieniem.
4. Płytki szklane, blaszki aluminiowe lub inna podkładka o rozmiarach 20 cm × 20 cm pokryta cienką warstwą żelu silikonowego. W przypadku konieczności przygotowania warstwy silikonowej zmieszać żel silikonowy z ok. 13 % gipsu i uformować warstwę o grubości 0,25 mm zgodnie z zaleceniami producenta aparatury.
5. Mikropipeta do odmierzenia 20 mikrolitrów.
6. Pojemnik z pokrywą do prowadzenia chromatogramów.
7. Rozpylacz.
8. Eter naftowy o punkcie wrzenia między 40 a 60 °C, ponownie destylowany przed zastosowaniem.
9. Eter etylowy bezwodny do analizy.
10. Tetrachlorometan do chromatografii, ponownie destylowany przed zastosowaniem.
11. Kwas fosfomolibdenowy do analizy.
12. Alkohol etylowy 94°.

III. METODA

Zetrzeć około 20 g próbki do analizy, tak aby całość mogła zostać przesiana przez sito. Umieścić próbkę w kolbie Erlenmeyera i dodać 150 ml eteru naftowego. Pozostawić w temperaturze pokojowej do następnego dnia. Od czasu do czasu wstrząsnąć.

Następnie przefiltrować przez lejek Büchnera z sitkiem lub filtrem spiekany. Stopniowo przenosić tak otrzymany czysty roztwór do kolby mierniczej 100 ml. Odparować rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem, podgrzewając kolbę w kąpeli wodnej w temperaturze 40 °C do 50 °C. Kiedy rozpuszczalnik wyparuje, ogrzewać pod zmniejszonym ciśnieniem przez następne 10 minut.

Po wystudzeniu kolby określić wagę ekstraktu. Rozpuścić ekstrakt w eterze etylowym na bazie 1 ml eteru etylowego na 60 mg ekstraktu.

Uaktywnić cienkie warstwy, podgrzewając je do temp. 130 °C przez trzy godziny. Pozostawić do ostudzenia w eksykatorze zawierającym żel silikonowy. Płytki, które nie zostaną bezpośrednio wykorzystane, mogą zostać przechowane w tym samym eksykatorze.

Wpuścić, kropla po kropli, 20 mikrolitrów czystego roztworu w celu uformowania pasma o stałej szerokości i długości 3 cm, na warstwie najlepiej nowo aktywowanej. Pozostawić rozpuszczalnik do wyparowania.

Przeprowadzić chromatogram w temperaturze pokojowej z tetrachlorometanem przy użyciu pojemnika chromatograficznego, którego ściany pokryte zostały papierem filtrującym zamoczonym w rozpuszczalniku. Po około godzinie rozpuszczalnik osiągnie wysokość 18 cm. Usunąć płytkę i pozostawić rozpuszczalnik do wyparowania. W celu lepszego odseparowania pasm przeprowadzić chromatogram po raz drugi. Ponownie pozostawić rozpuszczalnik otwarty do wyparowania.

Rozpylić cienką warstwę żelu silikonowego z 20-procentowym roztworem kwasu fosfomolibdenowego w alkoholu etylowym. Kolor warstwy musi być jednolicie żółty. Wyzwolić pasma ogrzewając płytkę z rozpylonym żelem w temperaturze 110 °C przez pięć minut.

IV. INTERPRETACJA CHROMATOGRAMU

Jeżeli chromatogram wykazuje pojedyncze główne jaskrawokolorowe pasmo o wartościach R_f 0,4–0,5, do produkcji makaronu zastosowano pszenicę durum. Jeżeli, z drugiej strony, pojawią się dwa główne pasma jednakowo jaskrawe, surowcem użytym do produkcji jest pszenica zwyczajna. Mieszanki pszenicy durum i pszenicy zwyczajnej można określić, porównując względną jaskrawość obydwu pasm.

Jeżeli pojawią się trzy pasma (dwa pasma na wysokości występowania głównego pasma dla pszenicy zwyczajnej oraz jedno dodatkowe pasmo między nimi), do makaronu zostały dodane jaja. W takim przypadku użyta została pszenica durum, jeśli środkowe pasmo jest jaskrawsze od pasma górnego. Z drugiej strony, jeżeli górne pasmo jest jaskrawsze od pasma środkowego, do produkcji użyto pszenicy zwyczajnej.

ZAAŁĄCZNIK IV

Uchylone rozporządzenie i jego zmiana

Rozporządzenie Komisji (EWG) nr 4154/87 (Dz.U. L 392 z 31.12.1987, s. 19).

Rozporządzenie Komisji (WE) nr 203/98 (Dz.U. L 21 z 28.1.1998, s. 6).

ZAAŁĄCZNIK V

Tabela korelacji

| Rozporządzenie (EWG) nr 4154/87 | Niniejsze rozporządzenie |
|---------------------------------|--------------------------|
| Artykuły 1–4 | Artykuły 1–4 |
| Artykuł 5 | — |
| — | Artykuł 5 |
| Artykuł 6 | Artykuł 6 |
| Załączniki I, II i III | Załączniki I, II i III |
| — | Załącznik IV |
| — | Załącznik V |