

NARIADENIE KOMISIE (ES) č. 900/2008

zo 16. septembra 2008,

ktorým sa ustanovujú metódy analýzy a iné technické ustanovenia nevyhnutné na vykonávanie dovozného režimu pre niektoré tovary vznikajúce spracovaním poľnohospodárskych výrobkov

(kodifikované znenie)

KOMISIA EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho Spoločenstva,

so zreteľom na nariadenie Rady (EHS) č. 2658/87 z 23. júla 1987 o colnej a štatistickej nomenklatúre a o Spoločnom colnom sadzobníku⁽¹⁾, a najmä na jeho článok 9,

keďže:

(1) Nariadenie Komisie (EHS) č. 4154/87 z 22. decembra 1987, ktorým sa ustanovujú metódy analýzy a iné technické ustanovenia nevyhnutné na vykonávanie nariadenia Rady (EHS) č. 3033/80, ktorým sa ustanovujú obchodné opatrenia uplatňované na niektoré tovary vznikajúce spracovaním poľnohospodárskych výrobkov⁽²⁾, bolo podstatným spôsobom zmenené a doplnené⁽³⁾. V záujme jasnosti a prehľadnosti by sa malo toto nariadenie kodifikovať.

(2) V snahe zabezpečiť, aby tovar podľa nariadenia Rady (ES) č. 3448/93 zo 6. decembra 1993 stanovujúceho obchodné opatrenia uplatňované na niektoré tovary vznikajúce spracovaním poľnohospodárskych výrobkov⁽⁴⁾ podliehal pri dovoze jednotnému zaobchádzaniu v rámci Spoločenstva, je potrebné pri definovaní metód analýzy a iných technických ustanovení vziať do úvahy vedecký a technologický vývoj analytických metód.

(3) Opatrenia uvedené v tomto nariadení sú v súlade so stanoviskom Výboru pre colný kódex, sekcie pre colnú a štatistickú nomenklatúru,

PRIJALA TOTO NARIADENIE:

Článok 1

Toto nariadenie ustanovuje metódy analýzy nevyhnutné na uplatňovanie nariadenia (ES) č. 3448/93, pokiaľ ide o dovozy, a nariadenia Komisie (ES) č. 1460/96⁽⁵⁾, alebo pokiaľ metóda analýzy nie je k dispozícii, povahu analytických operácií, ktoré je potrebné vykonať, alebo princíp metódy, ktorá sa má uplatniť.

Článok 2

V súlade s definíciami uvedenými v prílohe III k nariadeniu (ES) č. 1460/96, ktoré sa týkajú obsahu škrobu/glukózy a obsahu

sacharózy/invertného cukru/izoglukózy, a s cieľom uplatňovať prílohy II a III k tomuto nariadeniu sa použijú nižšie uvedené vzorce, postupy a metódy pre obsah škrobu/glukózy a sacharózy/invertného cukru/izoglukózy:

1. Obsah škrobu a glukózy

(vyjadrený ako obsah 100 % bezvodého škrobu v predloženom tovare)

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

ak nie je obsah glukózy nižší ako obsah fruktózy, alebo

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

ak je obsah glukózy nižší ako obsah fruktózy,

kde:

Z = je obsah glukózy stanovený metódou uvedenou v prílohe I k tomuto nariadeniu;

F = je obsah fruktózy stanovený metódou HPLC (vysoko účinnou kvapalinovou chromatografiou);

G = je obsah glukózy stanovený metódou HPLC.

Pokiaľ je v prípade podľa písmena a) deklarovaná prítomnosť hydrolyzátnu laktózy a/alebo sú zistené určité množstvá laktózy a galaktózy, musí byť pred každým ďalším výpočtom od obsahu glukózy (Z) odpočítaný obsah glukózy rovnajúci sa obsahu galaktózy (stanoveného metódou HPLC).

2. Obsah sacharózy, invertného cukru a izoglukózy

(vyjadrený ako obsah sacharózy v predloženom tovare)

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

ak nie je obsah glukózy nižší ako obsah fruktózy;

⁽¹⁾ Ú. v. ES L 256, 7.9.1987, s. 1

⁽²⁾ Ú. v. ES L 392, 31.12.1987, s. 19.

⁽³⁾ Pozri prílohu IV.

⁽⁴⁾ Ú. v. ES L 318, 20.12.1993, s. 18.

⁽⁵⁾ Ú. v. ES L 187, 26.7.1996, s. 18.

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

ak je obsah glukózy nižší ako obsah fruktózy,

kde:

S = je obsah sacharózy stanovený metódou HPLC;

F = je obsah fruktózy stanovený metódou HPLC;

G = je obsah glukózy stanovený metódou HPLC.

Ak je deklarovaná prítomnosť hydrolyzáta laktózy a/alebo sú zistené určité množstvá laktózy a galaktózy, musí byť pred každým ďalším výpočtom od obsahu glukózy (G) odpočítaný obsah glukózy rovnajúci sa obsahu galaktózy (stanovenému metódou HPLC).

3. Obsah mliečnych tukov

a) Pokiaľ nie je v písmene b) stanovené inak, hmotnostný obsah mliečnych tukov v predloženom tovare sa určuje extrakciou s ľahkým petrolejom po hydrolýze s kyselinou hydrochlórovou.

b) Pokiaľ sú v zložení tovaru uvedené aj iné tuky ako mliečne, uplatňuje sa tento postup:

— percento hmotnosti celkových tukov v tovare sa určí tak, ako je uvedené vo vyššie uvedenom písmene a),

— na účely určenia obsahu mliečnych tukov sa použije metóda založená na extrakcii ľahkého petroleja, ktorej predchádza hydrolýza s hydrochlórovou kyselinou a nasleduje plynová chromatografia esterov metylu mastných kyselín. Ak sa zistí prítomnosť mliečnych tukov, ich percentuálny podiel sa vypočíta vynásobením percentuálnej koncentrácie barbiturátov metylu číslom 25, ďalej vynásobením tejto hodnoty celkovým percentuálnym obsahom tuku v hmotnosti výrobku a vydelením číslom 100.

4. Obsah mliečnej bielkoviny

a) Pokiaľ nie je v písmene b) stanovené inak, hmotnostný obsah mliečnej bielkoviny v tovare sa vypočíta tak, že sa vynásobí obsah dusíka (stanoveného Kjeldahlovou metódou) koeficientom 6,38.

b) Pokiaľ sú v zložení tovaru uvedené aj zložky obsahujúce iné ako mliečne bielkoviny, použije sa tento postup:

— celkový obsah dusíka sa stanoví Kjeldahlovou metódou,

— obsah mliečnej bielkoviny sa vypočíta spôsobom uvedeným v písmene a) tak, že sa od celkového obsahu dusíka odpočíta obsah dusíka zodpovedajúci iným ako mliečnym bielkovinám.

Článok 3

Na účely uplatňovania prílohy I k nariadeniu (ES) č. 1460/96 sa použijú tieto metódy a/alebo postupy:

1. na účely zatriedenia tovaru spadajúceho pod kódy KN 0403 10 51 až 0403 10 59, 0403 10 91 až 0403 10 99, 0403 90 71 až 0403 90 79 a 0403 90 91 až 0403 90 99 sa obsah mliečného tuku stanoví metódou uvedenou v článku 2 bode 3 tohto nariadenia;
2. na účely zatriedenia tovaru spadajúceho pod kódy KN 1704 10 11 až 1704 10 99 a 1905 20 10 až 1905 20 90 sa obsah sacharózy vrátane obsahu invertného cukru vyjadreného ako sacharóza stanoví metódou HPLC; invertný cukor vyjadrený ako sacharóza znamená súčet rovnakých množstiev glukózy a fruktózy vynásobený číslom 0,95;
3. na účely zatriedenia tovaru spadajúceho pod kódy KN 1806 10 10 až 1806 10 90 sa obsah sacharózy, invertného cukru a izoglukózy stanoví podľa vzorca, metódy a postupov uvedených v článku 2 bode 2 tohto nariadenia;
4. na účely zatriedenia tovaru spadajúceho pod kódy KN 3505 20 10 až 3505 20 90 sa obsah škrobu, dextrínu alebo iného modifikovaného škrobu stanoví metódou uvedenou v prílohe II k tomuto nariadeniu;
5. na účely zatriedenia tovaru spadajúceho pod kódy KN 3809 10 10 až 3809 10 90 sa škrobové látky stanoví metódou uvedenou v prílohe II k tomuto nariadeniu;
6. na účely zatriedenia tovaru spadajúceho pod kódy KN 1901 90 11 a 1901 90 19 sa vykoná rozlíšenie na základe suchého extraktu určeného vysušením pri teplote $103 \pm 2^\circ\text{C}$ na konštantnú hmotnosť;

7. na účely zatriedenia tovaru spadajúceho pod kódy KN 1902 19 10 a 1902 19 90 sa pre skúšku na prítomnosť múk z mäkkej pšenice a semoliny v cestovinách použije metóda uvedená v prílohe III k tomuto nariadeniu;
8. obsah manitolu a D-glucitolu (sorbitol) v tovare spadajúcom pod kódy KN 2905 44 11 až 2905 44 99 a 3824 60 11 až 3824 60 99 sa stanoví metódou založenou na HPLC.

Článok 4

1. Vypracuje sa skúšobná správa.
2. Skúšobná správa musí zahŕňať tieto údaje:
 - všetky údaje nevyhnutné na identifikáciu vzorky,
 - použitú metódu Spoločenstva a presný odkaz na právny doklad, v ktorom je stanovená, alebo v prípade potreby podrobný odkaz na metódu opisujúcu povahu analytických operácií, ktoré je potrebné vykonať, alebo princíp metódy, ktorý sa má uplatniť, tak ako je uvedené v tomto nariadení,

- všetky činitele, ktoré mohli ovplyvniť výsledky,
- výsledky analýzy s náležitým ohľadom na spôsob, akým sú vyjadrené v použitej metóde, a na prostriedky vyjadrenia vynútené potrebami colných alebo správnych útvarov, ktoré si analýzu vyžiadali.

Článok 5

Nariadenie (EHS) č. 4154/87 sa ruší.

Odkazy na zrušené nariadenie sa považujú za odkazy na toto nariadenie a znejú v súlade s tabuľkou zhody uvedenou v prílohe V.

Článok 6

Toto nariadenie nadobúda účinnosť dvadsiatym dňom po jeho uverejnení v *Úradnom vestníku Európskej únie*.

Toto nariadenie je záväzné v celom rozsahu a priamo uplatniteľné vo všetkých členských štátoch.

V Bruseli 16. septembra 2008

Za Komisiu
predseda
José Manuel BARROSO

PRÍLOHA I

Stanovenie obsahu škrobu a produktov jeho odbúrania vrátane glukózy

1. ÚČEL A OBLASŤ POUŽITIA

a) Metóda umožňuje stanovenie obsahu škrobu, produktov jeho odbúrania vrátane glukózy, ďalej uvádzaných ako „škrob“.

b) Obsah „škrobu“ uvedený v písmene a) sa rovná hodnote E vypočítanej v bode 6 písm. a) tohto nariadenia.

2. PRINCÍP

Vzorka sa rozloží hydroxidom sodným a „škrob“ sa rozštiepi na glukózové jednotky amyloglukosidázou. Stanovenie glukózy sa vykonáva enzymaticky.

3. ČINIDLÁ

(Použite redestilovanú vodu.)

3.1. 0,5 N roztok hydroxidu sodného (0,5 mol/l).

3.2. Minimálne 96 % ľadová kyselina octová.

3.3. Roztok amyloglukosidázy:

Bezprostredne pred použitím rozpustíte približne 10 mg amyloglukosidázy (EC 3.2.1.3.) (60 U na mg) v jednom mililitri vody ⁽¹⁾.

3.4. Triethanolaminový tlmivý roztok:

Rozpusťte 14,0 g triethanolamin hydrochloridu [tris(2-hydroxyethyl)amonium chloridu] a 0,25 g síranu horečnatého ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) v 80 ml vody, pridajte približne 5 ml 5 N roztoku hydroxidu sodného (5 mol/l) a upravte pH na 7,6 pomocou 1 N roztoku hydroxidu sodného (1 mol/l).

Doplňte vodou na 100 ml. Tento tlmivý roztok môže byť uchovávaný pri 4 °C najmenej štyri týždne.

3.5. Roztok NADP (dvojsodnej soli nikotinamid-adenin-dinukleotid fosfátu):

Rozpusťte 60 mg NADP v 6 ml vody. Tento roztok môže byť uchovávaný pri 4 °C najmenej štyri týždne.

3.6. Roztok ATP (dvojsodnej soli adenosin-5-trifosfátu):

Rozpusťte 300 mg ATP, $3\text{H}_2\text{O}$ a 300 mg hydrouhličitanu sodného (NaHCO_3) v 6 ml vody. Tento roztok môže byť uchovávaný pri 4 °C najmenej štyri týždne.

3.7. Suspenzia HK/G6P-DH [hexokinázy (EC 2.7.1.1.) a glukoso-6-fosfát-dehydrogenázy (EC 1.1.1.49.)]:

Pripravte suspenziu 280 U HK a 140 U G6P-DH v 1 ml roztoku síranu amónneho ($\text{C} = 3,2 \text{ mol/l}$). Táto suspenzia môže byť uchovávaná pri 4 °C najmenej jeden rok.

4. ZARIADENIE

4.1. Magnetická miešačka s vodným kúpeľom s teplotou 60 °C.

4.2. Magnetické miešadlá.

4.3. UV spektrometer s optickými kvetami s hrúbkou 1 cm.

4.4. Pipety pre enzymatickú analýzu.

⁽¹⁾ U je medzinárodná jednotka aktivity enzýmu.

5. METÓDA

5.1. **Vzorka sa vyvarí v hydroxide sodnom a „škrob“ sa podrobí enzymatickej hydrolýze**

5.1.1. Hmotnosť vzorky zvolíte podľa predpokladaného obsahu „škrobu“ (obsah „škrobu“ nesmie prekročiť 0,4 g na vzorku) takto:

Predpokladaný obsah „škrobu“ v g/100 g produktu	Približná hmotnosť vzorku v g (p)	Objem odmernej banky v ml	Koeficient zriedenia do 1 litra (f)
> 70	0,35 – 0,4	500	2
20 – 70	max. 0,5	500	2
5 – 20	max. 1	250	4
< 5	max. 2	200	5

5.1.2. Navážte vzorku s presnosťou 0,1 mg.

5.1.3. Pridajte 50 ml 0,5 N roztoku hydroxidu sodného (bod 3.1.) a nepretržite miešajte 30 minút magnetickou miešačkou vo vodnom kúpeli (bod 4.1.) pri 60 °C.

5.1.4. Pridajte niekoľko ml koncentrovanej kyseliny octovej (bod 3.2.) a upravte pH na hodnotu 4,6 až 4,8.

5.1.5. Vložte do vodného kúpeľa s magnetickou miešačkou (bod 4.1.) pri 60 °C, pridajte 1,0 ml roztoku enzýmu (bod 3.3.) a nechajte zmes za stáleho miešania reagovať po dobu 30 minút.

5.1.6. Po ochladení preneste kvantitatívne do odmernej banky (bod 5.1.1.) a doplňte vodou po rysku.

5.1.7. V prípade potreby prefiltrujte cez skladaný filter (pozri poznámku č. 1).

5.2. **Kvantitatívne stanovenie glukózy:**

5.2.1. Skúšobný roztok musí obsahovať 100 až 1 000 mg glukózy na liter, čo zodpovedá hodnote ΔE_{340} medzi 0,1 a 1,0.

Absorbancia skúšobného roztoku v zriedení 1 + 30 vodou nesmie prekročiť 0,4 (merané proti vzduchu) pri 340 nm.

5.2.2. Vyrovnajte tlmivý roztok (bod 3.4.) na okolitú teplotu (20 °C).

5.2.3. Teplota reakčných činidiel aj vzorky musí byť medzi 20 a 25 °C.

5.2.4. Zmerajte absorbanciu pri vlnovej dĺžke 340 nm oproti vzduchu (t. j. bez kyvety v dráhe referenčného zväzku).

5.2.5. Postupujte podľa nasledujúcej pipetovacej tabuľky:

Do kyviet nalejte	Slepý pokus (ml)	Skúška (ml)
Tlmivý roztok (čidlo 3.4.)	1,00	1,00
NADP (čidlo 3.5.)	0,10	0,10
ATP (čidlo 3.6.)	0,10	0,10
Skúšobný roztok (5.1.6. alebo 5.1.7.)	—	0,10
Redestilovaná voda	2,00	1,90

Premiešajte a asi po troch minútach zmerajte absorbanciu roztokov (E_1).

Začnite reakciu pridaním:

HK/G6P.DH (čidlo 3.7.)	0,02	0,02
------------------------	------	------

Premiešajte a nechajte reakciu dobehnúť do konca (približne 15 minút) a zmerajte absorbanciu roztokov (E_2).

Ak sa reakcia po 15 minútach nezastaví, odpočítajte absorbancie v päťminútových intervaloch, dokiaľ sa tempo rastu neustáli. Potom extrapolujte naspäť k dobe prídania suspenzie podľa bodu 3.7. (pozri poznámku č. 2).

- 5.2.6. Vypočítajte rozdiely absorbancií pre slepý pokus a vzorku ($E_2 - E_1$). Odpočítajte rozdiel absorbancií slepého pokusu od rozdielu absorbancií vzorky ($= \Delta E$):

$$\Delta E = \Delta E_{\text{vzorka}} - \Delta E_{\text{slepý}}$$

Tento rozdiel udáva obsah glukózy v skúšobnom roztoku:

Obsah glukózy v skúšobnom roztoku, 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: objem meraného roztoku; 1: hrúbka kvety; 0,1: objem roztoku vzorky; molárna hmotnosť glukózy je 180,16).

- 5.2.7. Ak nie je z akýchkoľvek dôvodov možné vykonať meranie pri 340 nm, možno meranie vykonať pri vlnovej dĺžke 365 nm alebo 334 nm a číslo 6,3 vo vyššie uvedenom vzorci pre Gl je potrebné nahradiť číslom 3,5 alebo 6,18.

6. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

- a) E = obsah „škrobu“ v g/100 g:

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

- b) Z = obsah „glukózy“ v g/100 g:

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

kde:

Gl = glukóza v G/l (5.2.6.);

f = koeficient zriedenia (5.1.1.);

p = hmotnosť vzorky v g;

0,9 = koeficient pre prepočet glukózy na škrob.

Poznámky:

1. Ak nie je možné skúšobný roztok prefiltrovať podľa bodu 5.1.7, treba použiť iné vhodné metódy pre získanie číreho roztoku.
2. Ak dôjde k inhibícii enzýmov, odporúča sa použiť metódu, ktorá zahŕňa „pridanie známych množstiev“ čistého škrobu.

PRÍLOHA II

Stanovenie obsahu škrobov alebo dextrínov alebo iných modifikovaných škrobov v tovare kódov KN 3505 20 10 až 3505 20 90 a obsahu škrobových látok v tovare kódov KN 3809 10 10 až 3809 10 90

I. PRINCÍP

Škrob sa kyslou hydrolyzou premení na redukujúce cukry, ktoré sa stanovia titráciou Fehlingovým roztokom.

II. ZARIADENIE A CHEMIKÁLIE

1. banka s objemom približne 250 ml;
2. odmerná banka s objemom 200 ml;
3. odmerná byreta s objemom 25 ml;
4. kyselina chlorovodíková s hustotou 1,19;
5. roztok hydroxidu draselného;
6. aktívne odfarbovacie uhlie;
7. Fehlingov roztok;
8. roztok metylénovej modrosti (1 %).

III. METÓDA

Do banky s objemom 250 ml vložte vzorku obsahujúcu približne 1 g škrobu. Pridajte 100 ml destilovanej vody a 2 ml kyseliny chlorovodíkovej. Uveďte obsah do varu a zahrievajte ho pod spätným chladičom tri hodiny.

Preneste obsah banky a vody použite na vyplachovanie do odmernej banky s objemom 200 ml. Ochlaďte a temer úplne zneutralizujte roztokom hydroxidu draselného. Doplnite vodou do 200 ml a prefiltrujte cez malé množstvo aktívneho odfarbovacieho uhlia.

Potom roztok nalejte do odmernej byrety a zredukujte 10 ml Fehlingovho roztoku takto:

Do banky s plochým dnom s objemom asi 250 ml nalejte 10 ml Fehlingovho roztoku (5 ml roztoku A a 5 ml roztoku B). Pretrepte do vyčerenia a pridajte 40 ml destilovanej vody a malý kúsok kremeňa alebo pemzy.

Postavte banku na štvorcovú azbestovú dosku s kruhovým otvorom uprostred s približným priemerom 6 cm položenú na kovovej sieťke. Banku zahrievajte tak, aby kvapalina približne po dvoch minútach prešla do varu.

Do vriaceho obsahu pridávajte z byrety postupne roztok cukru, až sa modré zafarbenie Fehlingovho roztoku stane takmer nepostrehnuteľným; potom pridajte 2 alebo 3 kvapky roztoku metylénovej modrosti ako indikátor a dokončíte titráciu pridávaním roztoku cukru po kvapkách, dokiaľ nezmizne modré sfarbenie indikátoru.

Pre väčšiu presnosť titráciu zopakujte za rovnakých podmienok, ale pridajte takmer všetok roztok cukru potrebný na redukciu Fehlingovho roztoku bez prerušenia. Pri tejto druhej titrácii má k redukcii Fehlingovho roztoku dôjsť do troch minút. Udržujte zmes vo vare presne po dobu ďalších dvoch minút a súčasne v priebehu tretej minúty pridávajte po kvapkách činidlo, dokiaľ nezmizne modré zafarbenie.

Hmotnostné percento obsahu škrobu vo vzorke sa stanoví podľa tohto vzorca:

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

kde:

T: množstvo bezvodéj dextrózy v gramoch zodpovedajúce 10 ml Fehlingovho roztoku (5 ml roztoku A a 5 ml roztoku B). Toto množstvo zodpovedá 0,04945 g bezvodéj dextrózy, ak roztok A obsahuje 17,636 g medi na liter;

n: počet mililitrov roztoku cukru spotrebovaného na titráciu;

p: hmotnosť množstva vzorky;

0,95: prepočítací pomer dextrózy na škrob.

IV. PRÍPRAVA FEHLINGOVHO ROZTOKU

Roztok A: V odmernej banke rozpustíte 69,278 g čistého kryštalického síranu meďnatého ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) neobsahujúceho železo v destilovanej vode a doplníte obsah do 1 litru destilovanou vodou. Správna koncentrácia medi musí byť overená kvantitatívnym stanovením medi.

Roztok B: V odmernej banke rozpustíte 100 g hydroxidu sodného a 346 g vínanu sodno-draselného (Seignettove soli) v destilovanej vode a doplníte na objem 1 litru destilovanou vodou.

Oba roztoky A a B musia byť zmiešané v rovnakom pomere bezprostredne pred použitím. Za podmienok uvedených v časti III sa 10 mililitrov Fehlingovho roztoku (5 ml roztoku A a 5 ml roztoku B) úplne zredukuje množstvom 0,04945 g bezvodkej dextrózy.

PRÍLOHA III

Zisťovanie prítomnosti múky z mäkkej pšenice alebo semoliny v makarónoch, špagetách a podobných výrobkoch (cestoviny)

(Young-Gillesova metóda upravená Bernaertsom a Grunerom)

I. PRINCÍP

Extrakt vzorky cestoviny určenej na analýzu sa získa extrakciou nepolárnym rozpúšťadlom.

Tento extrakt sa podrobí chromatografii na tenkej vrstve silikagelu, aby sa oddelili prítomné steroly, ktorých frakcie vytvoria rôzne pásy.

Podľa počtu jasne vyfarbených pásov je možné určiť, či je produkt podrobený skúške vyrobený výlučne z tvrdej pšenice, z mäkkej pšenice alebo z ich zmesi. Je tiež možné stanoviť, či boli pridané vajcia.

II. ZARIADENIE A ČINIDLÁ

1. Homogenizátor alebo mlynček na získanie drti, ktorá prejde normalizovaným sitom s veľkosťou ôk 0,200 mm;
2. normalizované sito s veľkosťou ôk 0,200 mm;
3. odparka s vodným kúpeľom pre odparovanie za zníženého tlaku;
4. sklenená doska, hliníkový plech alebo iná vhodná podložka s rozmermi 20 × 20 cm, povlečená tenkou vrstvou silikagelu. Ak musí byť silikagelová vrstva pripravená, je potrebné použiť zmes silikagelu s (približne) 13 % sádry a naniest zmes vhodným zariadením vo vrstve s hrúbkou 0,25 mm podľa návodu výrobcu;
5. mikropipeta na odmeranie 20 mikrolitrov;
6. nádoba s viečkom vhodná na vyvíjanie chromatogramov;
7. atomizér;
8. petroléter s bodom varu medzi 40 a 60 °C, pred použitím predestilovaný;
9. bezvodý etyléter na analýzu;
10. tetrachlórmetán pre chromatografiu, pred použitím predestilovaný;
11. kyselina fosfomolybdenová na analýzu;
12. 94° etylalkohol.

III. METÓDA

Rozmeľte asi 20 g vzorky na analýzu tak, aby všetka prepadla sitom. Vložte vzorku do Erlenmeyerovej banky a prikryte ju 150 ml petroléteru. Ponechajte stáť za normálnej teploty do ďalšieho dňa. Občas pretrepte.

Potom zmes prefiltrujte na Büchnerovej nálevke opatrenej filtračnou hmotou alebo na sklenenom filtri. Takto získaný číry roztok postupne preneste do 100 ml odmernej banky. Odparte rozpúšťadlo ohrevom banky vo vodnom kúpeli s teplotou 40 °C až 50 °C za zníženého tlaku. Po odparení rozpúšťadla pokračujte v zahrievaní ešte desať minút.

Po vychladnutí banky stanovte hmotnosť extraktu. Zriedte extrakt etyléterom v pomere 1 ml etyléteru na 60 mg extraktu.

Aktivujte tenké vrstvy trojhodinovým ohrevom na 130 °C. Nechajte ich vychladnúť v exsikátore nad silikagelom. Dosky, ktoré nebudete ihneď používať, môžete skladovať v rovnakom exsikátore.

Kvapku po kvapke naneste 20 mikrolitrov číreho roztoku tak, aby sa na vrstve, najlepšie novoaktivovanej, utvoril pás v rovnomernej šírky a dĺžky 3 cm. Nechajte rozpúšťadlo odpariť.

Vyvíjajte chromatogram za normálnej teploty tetrachlórmetánom v chromatografickej nádobe, ktorej steny sú pokryté filtračným papierom namočeným v rovnakom rozpúšťadle. Rozpúšťadlo približne po jednej hodine vystúpi do výšky 18 cm. Vyberte dosku a nechajte rozpúšťadlo voľne odpariť. Pre lepšie oddelenie pásov vykonajte vyvíjanie chromatogramu ešte raz. Rozpúšťadlo nechajte znovu voľne odpariť.

Pokropte tenkú vrstvu silikagelu 20 % roztokom kyseliny fosfomolybdenovej v etylalkohole. Vrstva musí byť sfarbená rovnomernou žltou. Pásky vyvolajte päťminútovým ohrevom pokropenej dosky pri teplote 110 °C.

IV. INTERPRETÁCIA CHROMATOGRAMU

Ak chromatogram ukazuje jediný hlavný, jasne sfarbený pás s hodnotou R_f približne 0,4 až 0,5, bola pre výrobu danej cestoviny použitá tvrdá pšenica. Ak sa však objavia dva hlavné pásy s rovnakým jasom, bola surovinou mäkká pšenica. Zmesi tvrdej pšenice a mäkkej pšenice možno posúdiť vyhodnotením relatívneho jasov oboch pásov.

Ak sa na chromatograme vyskytujú tri pásy (dva pásy vo výške, kde sa majú nachádzať hlavné pásy mäkkej pšenice, a ďalší pás medzi nimi), boli do cestoviny pridané vajcia. Ak je v tomto prípade stredný pás jasnejší ako horný pás, bola použitou surovinou tvrdá pšenica. Ak je však horný pás jasnejší ako pás stredný, bola ako surovina použitá mäkká pšenica.

PRÍLOHA IV

Zrušené nariadenie v znení neskorších zmien a doplnení

Nariadenie Komisie (EHS) č. 4154/87

(Ú. v. ES L 392, 31.12.1987, s. 19).

Nariadenie Komisie (ES) č. 203/98

(Ú. v. ES L 21, 28.1.1998, s. 6).

PRÍLOHA V

Tabuľka zhody

Nariadenie (EHS) č. 4154/87	Toto nariadenie
články 1 až 4	články 1 až 4
článok 5	—
—	článok 5
článok 6	článok 6
prílohy I, II a III	prílohy I, II a III
—	príloha IV
—	príloha V