

31993L0028

L 179/8

ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ

22.7.1993

SMĚRNICE KOMISE 93/28/EHS**ze dne 4. června 1993,****kterou se mění příloha I třetí směrnice 72/199/EHS, kterou se stanoví analytické metody Společenství pro úřední kontrolu krmiv**

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského hospodářského společenství,

s ohledem na směrnici Rady 70/373/EHS ze dne 20. července 1970, kterou se zavádějí metody odběru vzorků a analýzy Společenství pro úřední kontrolu krmiv⁽¹⁾, naposledy pozměněnou Aktem o přistoupení Španělska a Portugalska⁽²⁾, a zejména na článek 2 uvedené směrnice,

vzhledem k tomu, že třetí směrnice Komise 72/199/EHS ze dne 27. dubna 1972, kterou se stanoví analytické metody Společenství pro úřední kontrolu krmiv⁽³⁾, naposledy pozměněná směrnicí 84/4/EHS⁽⁴⁾, stanoví metodu, která má být používána pro stanovení dusíkatých látek;

vzhledem k tomu, že by metoda měla být přizpůsobena tak, aby odrážela nejnovější vědecký a technický vývoj; že by měl být brán zřetel zejména na ustanovení směrnice Rady 80/1107/EHS ze dne 27. listopadu 1980 o ochraně pracovníků před riziky spojenými s expozicí chemickým, fyzikálním a biologickým činitelům při práci⁽⁵⁾, ve znění směrnice 88/642/EHS⁽⁶⁾, a zejména na ustanovení týkající se zamezení expozice rtuti a jejím sloučeninám;

vzhledem k tomu, že je proto nezbytné odstranit rtuť a oxid rtuťnatý ze seznamu katalyzátorů používaných v metodě stanovení dusíkatých látek;

vzhledem k tomu, že opatření této směrnice jsou v souladu se stanoviskem Stálého výboru pro krmiva,

PŘIJALA TUTO SMĚRNICI:

Článek 1

Příloha I směrnice 72/199/EHS se tímto mění v souladu s přílohou této směrnice.

Článek 2

Členské státy uvedou v účinnost právní a správní předpisy nezbytné pro dosažení souladu s touto směrnicí nejpozději do 1. července 1994. Neprodleně o nich uvědomí Komisi.

Tato opatření přijatá členskými státy musí obsahovat odkaz na tuto směrnici nebo musí být takový odkaz učiněn při jejich úředním vyhlášení. Způsob odkazu si stanoví členské státy.

Článek 3

Tato směrnice je určena členskými státy.

V Bruselu dne 4. června 1993.

Za Komisi

René STEICHEN

člen Komise

⁽¹⁾ Úř. věst. L 170, 3.8.1970, s. 2.

⁽²⁾ Úř. věst. L 302, 15.11.1985, s. 23.

⁽³⁾ Úř. věst. L 123, 29.5.1972, s. 6.

⁽⁴⁾ Úř. věst. L 15, 18.1.1984, s. 28.

⁽⁵⁾ Úř. věst. L 327, 3.12.1980, s. 8.

⁽⁶⁾ Úř. věst. L 356, 24.12.1988, s. 74.

PŘÍLOHA

Oddíl 2 přílohy I (Stanovení dusíkatých látek) se nahrazuje tímto:

„2. STANOVENÍ DUSÍKATÝCH LÁTEK**1. Účel a oblast použití**

Tato metoda umožňuje stanovit obsah dusíkatých látek v krmivu na základě obsahu dusíku, stanoveného podle Kjeldahlovy metody.

2. Princip

Vzorek je za přítomnosti katalyzátoru mineralizován kyselinou sírovou. Kyselý roztok je alkalizován roztokem hydroxidu sodného. Čpavek je destilován a jímán v odměřeném množství kyseliny sírové, jejíž přebytek je titrován standardním roztokem hydroxidu sodného.

3. Činidla

- 3.1 Síran draselný.
- 3.2 Katalyzátor: oxid měďnatý (II) CuO nebo pentahydrát síranu měďnatého (II), $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
- 3.3 Granulovaný zinek.
- 3.4 Kyselina sírová, $p_{20} = 1,84$ g/ml.
- 3.5 Kyselina sírová, $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5$ mol/l.
- 3.6 Kyselina sírová, $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ mol/l.
- 3.7 Indikátor methylová červeň: rozpusťte 300 mg methyl červene v 100 ml etanolu, $\delta = 95-96$ % (objemově).
- 3.8 Roztok hydroxidu sodného (může být použit technický) $\delta = 40$ g/100 ml (m/v: 40 %).
- 3.9 Roztok hydroxidu sodného $c = 0,25$ mol/l.
- 3.10 Roztok hydroxidu sodného $c = 0,1$ mol/l.
- 3.11 Granulovaná pemza, promytá v kyselině chlorovodíkové a zpopelněná.
- 3.12 Acetanilid (b.t. = 114 °C, N = 10,36 %)
- 3.13 Sacharóza (bez dusíku).

4. Přístroje a pomůcky

Přístroje vhodné pro provedení mineralizace, destilace a titrace podle Kjeldahlovy metody.

5. Postup**5.1 Mineralizace**

Odvažte, s přesností na 0,001 g, 1 g vzorku a přeneste jej do mineralizační baňky. Přidejte 15 g síranu draselného (3.1), a přiměřené množství katalyzátoru (3.2) (0,3 až 0,4 g oxidu měďnatého (II) nebo 0,9 až 1,2 g pentahydrátu síranu měďnatého (II), 25 ml kyseliny sírové (3.4) a několik granulí pemzy (3.11) a promíchejte. Zahřívejte láhev nejprve mírně za občasného kroužení, pokud nutno, dokud hmota nezkarbonizuje a pěna nezmizí; potom zahřívejte intenzivněji, dokud kapalina nevrve rovnoměrně. Ohřev je adekvátní, když vroucí kapalina kondenzuje na stěně baňky. Chraňte boky před přehřátím a před přilnutím organických částic k nim. Když se roztok stane čirým a světle zeleným, pokračujte ve varu po další dvě hodiny, potom nechejte vychladnout.

5.2 Destilace

Přidejte opatrně dostatek vody k zajištění úplného rozpuštění sulfátů. Nechejte vychladnout a potom přidejte několik granulí zinku (3.3).

Dejte do baňky destilačního přístroje přesně odměřené množství 25 ml kyseliny sírové (3.5) nebo (3.6) v závislosti na předpokládaném obsahu dusíku. Přidejte několik kapek indikátoru methyl červeň (3.7).

Spojte baňku s přestupníkem destilačního přístroje a ponořte konec přestupníku do kapaliny obsažené v titrační baňce do hloubky nejméně 1 cm (viz poznámky (8.3). Pomalu vlijte 100 ml roztoku hydroxidu sodného (3.8) do baňky bez ztráty čpavku (viz poznámky 8.1).

Zahřívejte láhev, dokud se čpavek nevydestiluje.

5.3 *Titrace*

Titrujte přebytek kyseliny sírové v titrační baňce roztokem hydroxidu sodného (3.9) nebo (3.10) v závislosti na koncentraci použité kyseliny sírové, dokud není dosažen konečný bod.

5.4 *Slepý pokus*

Pro ověření, že reagentie neobsahují dusík, proveďte slepý pokus (mineralizaci, destilaci a titraci) za použití sacharózy (3.13) místo vzorku.

6. **Výpočet výsledků**

Obsah dusíkatých látek se vypočítá podle následující rovnice:

$$\frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0,014 \times 100 \times 6,25}{m}$$

kde:

V_0 = Objem NaOH (3.9 nebo 3.10)
použitého ve slepém pokusu (ml).

V_1 = Objem NaOH (3.9 nebo 3.10)
použitého při titraci vzorku (ml).

c = Koncentrace (mol/l)
hydroxidu sodného (3.9 nebo 3.10).

m = Hmotnost vzorku (g).

7. **Ověření metody**7.1 *Opakovatelnost*

Rozdíl mezi výsledky dvou paralelních stanovení provedených u stejného vzorku nesmí překročit:

0,2 % v absolutní hodnotě u obsahů dusíkatých látek nižších než 20 %;

1,0 % vzhledem k vyšší hodnotě, pro obsahy dusíkatých látek od 20 % do 40 %;

0,4 % v absolutní hodnotě u obsahů dusíkatých látek vyšších než 40 %.

7.2 *Přesnost*

Proveďte analýzu (mineralizaci, destilaci a titraci) u 1,5 až 2,0 g acetanilidu (3.12) za přítomnosti 1 g sacharózy (3.13); 1 g acetanilidu spotřebuje 14,80 ml kyseliny sírové (3.5). Výtěžek musí být nejméně 99 %.

8. **Poznámky**

8.1 Přístroje mohou být manuální, poloautomatické nebo automatické. Pokud přístroj vyžaduje přenos mezi kroky mineralizace a destilace, musí být tento přenos proveden beze ztrát. Pokud není baňka destilačního přístroje vybavena dávkovací nálevkou, přidejte hydroxid sodný ihned před spojením baňky s přestupníkem, pomalým nalitím po stěně.

8.2 Pokud výluh ztuhne, začněte stanovení za použití většího množství kyseliny sírové (3.4), než jaké je uvedeno dříve.

8.3 U produktů s nízkým obsahem dusíku, může být objem kyseliny sírové (3.6), přidáný do baňky, pokud je to nutné, snížen na 10 až 15 ml a doplněn na 25 ml vodou."