

RICHTLINIE 93/28/EWG DER KOMMISSION

vom 4. Juni 1993

zur Änderung von Anhang I der dritten Richtlinie 72/199/EWG zur Festlegung gemeinschaftlicher Analysemethoden für die amtliche Untersuchung von FuttermittelnDIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN
GEMEINSCHAFTEN —gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen
Wirtschaftsgemeinschaft,gestützt auf die Richtlinie 70/373/EWG des Rates vom
20. Juli 1970 über die Einführung gemeinschaftlicher
Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die
amtliche Untersuchung von Futtermitteln ⁽¹⁾, zuletzt geän-
dert durch die Akte über den Beitritt Spaniens und Portu-
gals ⁽²⁾, insbesondere auf Artikel 2,

in Erwägung nachstehender Gründe :

Die dritte Richtlinie 72/199/EWG der Kommission vom
27. April 1972 zur Festlegung gemeinschaftlicher Analy-
semethoden für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln ⁽³⁾, zuletzt geändert durch die Richtlinie
84/4/EWG ⁽⁴⁾, schreibt die Methode zur Bestimmung von
Rohprotein vor.Es empfiehlt sich, diese Methode den neuesten wissen-
schaftlichen und technischen Erkenntnissen anzupassen.
Insbesondere ist es ratsam, die Bestimmungen der Richt-
linie 80/1107/EWG des Rates vom 27. November 1980
zum Schutz der Arbeitnehmer vor der Gefährdung durch
chemische, physikalische und biologische Arbeitsstoffe
bei der Arbeit ⁽⁵⁾, geändert durch die Richtlinie
88/642/EWG ⁽⁶⁾, und vor allem die Schutzmaßnahmen
gegen die Belastung mit Quecksilber und seinen Verbindungen zu berücksichtigen.Daher ist es notwendig, Quecksilber und Quecksilberoxid
von der Liste der Katalysatoren zu streichen, die bei der
Bestimmung von Rohprotein verwendet werden dürfen.Die in dieser Richtlinie vorgesehenen Maßnahmen
entsprechen der Stellungnahme des Ständigen Futtermittel-
telausschusses —

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN :

*Artikel 1*Der Anhang I in der Richtlinie 72/199/EWG wird
entsprechend dem Anhang der vorliegenden Richtlinie
geändert.*Artikel 2*Die Mitgliedstaaten erlassen die erforderlichen Rechts-
und Verwaltungsvorschriften, um den Bestimmungen des
Artikels 1 spätestens am 1. Juli 1994 nachzukommen. Sie
setzen die Kommission unverzüglich davon in Kenntnis.Wenn die Mitgliedstaaten die Vorschriften nach Absatz 1
erlassen, nehmen sie in diesen Vorschriften selbst oder
durch einen Hinweis bei der amtlichen Veröffentlichung
auf diese Richtlinie Bezug. Die Mitgliedstaaten regeln die
Einzelheiten dieser Bezugnahme.*Artikel 3*

Diese Richtlinie ist an alle Mitgliedstaaten gerichtet.

Brüssel, den 4. Juni 1993

Für die Kommission

René STEICHEN

Mitglied der Kommission⁽¹⁾ ABl. Nr. L 170 vom 3. 8. 1970, S. 2.⁽²⁾ ABl. Nr. L 302 vom 15. 11. 1985, S. 23.⁽³⁾ ABl. Nr. L 123 vom 29. 5. 1972, S. 6.⁽⁴⁾ ABl. Nr. L 15 vom 18. 1. 1984, S. 28.⁽⁵⁾ ABl. Nr. L 327 vom 3. 12. 1980, S. 8.⁽⁶⁾ ABl. Nr. L 356 vom 24. 12. 1988, S. 74.

ANHANG

Anhang I Nummer 2 „BESTIMMUNG VON ROHPROTEIN“ erhält folgende Fassung:

„2. BESTIMMUNG VON ROHPROTEIN**1. Zweck und Anwendungsbereich**

Diese Methode dient der Bestimmung des Rohproteingehalts von Futtermitteln anhand des nach Kjeldahl ermittelten Stickstoffgehalts.

2. Prinzip

Die Probe wird mit Schwefelsäure in Anwesenheit eines Katalysators aufgeschlossen. Die saure Lösung wird mit Natronlauge alkalisiert. Das freigesetzte Ammoniak wird in eine Vorlage überdestilliert, die eine bestimmte Menge Schwefelsäure enthält, deren Überschuß mit einer Natronlauge-Standardlösung titriert wird.

3. Reagenzien**3.1. Kaliumsulfat.****3.2. Katalysator: Kupfer(II)-oxid CuO oder Kupfer(II)-sulfat-Pentahydrat $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$.****3.3. Zink, gekörnt.****3.4. Schwefelsäure, $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.****3.5. Schwefelsäure, $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5$ mol/l.****3.6. Schwefelsäure, $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ mol/l.****3.7. Methylrot-Indikator: 300 mg Methylrot werden in 100 ml Ethanol ($\sigma = 95 - 96 \%$) gelöst.****3.8. Natronlauge $\delta = 40$ g/100 ml (m/V: 40 %).****3.9. Natronlauge $c = 0,25$ mol/l.****3.10. Natronlauge $c = 0,1$ mol/l.****3.11. Bimsstein gekörnt, mit Salzsäure gewaschen und gegläht.****3.12. Acetanilid (Schmp. = 114°C , N = 10,36 %).****3.13. Saccharose (stickstofffrei).****4. Geräte**

Aufschluß-, Destillations- und Titrationsapparat nach Kjeldahl.

5. Ausführung**5.1. Aufschluß**

1 g der Probe wird auf 0,001 g genau eingewogen und in den Kolben des Aufschlußapparats überführt. Es werden 15 g Kaliumsulfat (3.1), eine geeignete Menge Katalysator (3.2) (0,3 bis 0,4 g Kupfer(II)-oxid oder 0,9 bis 1,2 g Kupfersulfat), 25 ml Schwefelsäure (3.4) und einige Bimssteinkörnchen (3.11) zugesetzt, und der Kolbeninhalt wird gemischt. Der Kolben wird, wenn notwendig, unter regelmäßigem Schwenken zunächst mäßig erhitzt, bis die Substanz verkohlt ist und das Schäumen aufgehört hat; sodann wird die Flüssigkeit stärker erhitzt und gleichmäßig am Sieden gehalten. Bei korrekter Erhitzung kondensiert die siedende Säure auf der Kolbenwand. Ein Überhitzen der Kolbenwände und Ansetzen organischer Partikel ist zu vermeiden. Sobald die Lösung klar ist und sich hellgrün färbt, wird sie noch weitere 2 Stunden am Sieden gehalten und danach abkühlen gelassen.

5.2. Destillation

Es wird vorsichtig soviel Wasser zugegeben, daß die Sulfate vollständig gelöst werden. Man läßt abkühlen; sodann werden einige Zinkkörner (3.3) zugesetzt.

In den Auffangkolben des Destillationsapparates werden je nach dem zu erwartenden Stickstoffgehalt genau 25 ml Schwefelsäure (3.5 oder 3.6) gebracht und einige Tropfen Methylrot-Indikator (3.7) hinzugefügt.

Der Aufschlußkolben wird mit dem Kühler des Destillationsapparats verbunden und das Ende des Kühlers mindestens 1 cm tief in die Flüssigkeit des Auffangkolbens gesenkt (siehe Bemerkung 8.3). Dann werden 100 ml Natronlauge (3.8) langsam in den Aufschlußkolben eingefüllt, wobei kein Ammoniak entweichen darf (siehe Bemerkung 8.1).

Der Kolben wird solange erhitzt bis alles Ammoniak überdestilliert ist.

5.3. Titration

Der Schwefelsäureüberschuß im Auffangkolben wird je nach Konzentration der verwendeten Schwefelsäure mit Natronlauge (3.9 oder 3.10) bis zum Endpunkt titriert.

5.4. Blindversuch

Zur Feststellung, ob die Reagenzien stickstofffrei sind, wird ein Blindversuch (Aufschluß, Destillation und Titration) mit 1 g Saccharose (3.13) anstelle der Probe durchgeführt.

6. Berechnung der Ergebnisse

Der Rohproteingehalt errechnet sich nach folgender Formel:

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

Hierin bedeuten:

V_0 = Volumen (ml) der bei der Titration des Blindversuchs (5.4) verbrauchten Natronlauge (3.9 oder 3.10).

V_1 = Volumen (ml) der bei der Titration (5.3) verbrauchten Natronlauge (3.9 oder 3.10).

c = Konzentration (mol/l) der Natronlauge (3.9 oder 3.10).

m = Masse der Probe in Gramm.

7. Zuverlässigkeit der Methode**7.1. Wiederholbarkeit**

Der Unterschied der Ergebnisse von zwei Parallelbestimmungen darf bei ein und derselben Probe folgende Werte nicht überschreiten:

- 0,2 % absolut bei Gehalten von weniger als 20 % Rohprotein,
- 1,0 % relativ vom höheren Ergebnis bei Gehalten von 20 % bis 40 % Rohprotein,
- 0,4 % absolut bei Gehalten von mehr als 40 % Rohprotein.

7.2. Richtigkeit

Die Analyse (Aufschluß, Destillation und Titration) wird mit 1,5 bis 2,0 g Acetanilid (3.12) in Gegenwart von 1 g Saccharose (3.13) durchgeführt; 1 g Acetanilid verbraucht 14,80 ml Schwefelsäure (3.5). Die Wiederfindung muß mindestens 99 % betragen.

8. Bemerkungen

- 8.1. Es können manuelle, halbautomatische oder automatische Geräte verwendet werden. Bei Geräten, die ein Umfüllen zwischen Aufschluß und Destillation erfordern, ist darauf zu achten, daß dies verlustlos geschieht. Verfügt der Destillationsapparat nicht über einen Tropftrichter, so erfolgt die Zugabe der Natronlauge unmittelbar vor dem Anschließen des Kolbens an den Kühler; die Flüssigkeit ist in diesem Fall langsam an den Kolbenwänden entlanglaufen zu lassen.
- 8.2. Kommt es während des Aufschlusses zur Verfestigung der Mischung, ist mit der Bestimmung von vorn zu beginnen und eine größere als die obengenannte Menge an Schwefelsäure (3.4) zu verwenden.
- 8.3. Bei stickstoffarmen Proben kann die in den Auffangkolben einzufüllende Menge Schwefelsäure (3.6) gegebenenfalls auf 10 oder 15 ml verringert und mit Wasser auf 25 ml aufgefüllt werden.