

393L0028

N:o L 179/8

EUROOPAN YHTEISÖJEN VIRALLINEN LEHTI

22.7.93

KOMISSION DIREKTIIVI 93/28/ETY,

annettu 4 päivänä kesäkuuta 1993,

yhteisön määrittämismenetelmistä rehujen virallista tarkastusta varten annetun kolmannen direktiivin 72/199/ETY liitteen I muuttamisesta

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ON ANTANUT TÄMÄN DIREKTIIVIN:

ottaa huomioon Euroopan talousyhteisön perustamis-

1 artikla

ottaa huomioon yhteisön näytteenotto- ja määrittämismenetelmistä rehujen virallista tarkastusta varten 20 päivänä heinäkuuta 1970 annetun neuvoston direktiivin 70/373/ETY⁽¹⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna Espanjan ja Portugalin liittymisasiakirjalla⁽²⁾, ja erityisesti sen 2 artiklan,

Muutetaan direktiivin 72/199/ETY liite I tämän direktiivin liitteen mukaisesti.

2 artikla

sekä katsoo, että

Jäsenvaltioiden on saatettava tämän direktiivin 1 artiklan noudattamisen edellyttämät lait, asetukset ja hallinnolliset määräykset voimaan viimeistään 1 päivänä heinäkuuta 1994. Niiden on ilmoitettava tästä komissiolle viipymättä.

yhteisön määrittämismenetelmistä rehujen virallista tarkastusta varten 27 päivänä huhtikuuta 1972 annetussa komission kolmannessa direktiivissä 72/199/ETY⁽³⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna direktiivillä 84/4/ETY⁽⁴⁾, säädetään raakavalkuaisen määrityksessä käytettävästä menetelmästä,

Näissä jäsenvaltioiden antamissa säädöksissä on viitattava tähän direktiiviin tai niitä virallisesti julkaistaessa niihin on liitettävä viittaus tähän direktiiviin. Jäsenvaltioiden on säädettävä siitä, miten viittaukset tehdään.

3 artikla

tämä menetelmä olisi mukautettava tieteen ja tekniikan tietämyksen kehitykseen; erityisesti olisi otettava huomioon työntekijöiden suojeleminen vaaroilta, jotka liittyvät altistumiseen kemiallisille, fysikaalisille ja biologisille tekijöille työssä 27 päivänä marraskuuta 1980 annetun neuvoston direktiivin 80/1107/ETY⁽⁵⁾, sellaisena kuin se on muutettuna direktiivillä 88/642/ETY⁽⁶⁾, säännökset ja erityisesti ne toimenpiteet, jotka on toteutettu elohopealle ja elohopean yhdisteille altistumisen estämiseksi,

Tämä direktiivi on osoitettu kaikille jäsenvaltioille.

tämän vuoksi on tarpeen poistaa elohopea ja elohopeaoksidi raakavalkuaisen määrittämismenetelmää sovellettaessa käytettävien katalyysaattoreiden luettelosta, ja

Tehty Brysselissä 4 päivänä kesäkuuta 1993.

Komission puolesta

René STEICHEN

Komission jäsen

tässä direktiivissä säädetty toimenpiteet ovat pysyvän rehuromitean lausunnon mukaiset,

(1) EYVL N:o L 170, 3.8.1970, s. 2

(2) EYVL N:o L 302, 15.11.1985, s. 23

(3) EYVL N:o L 123, 29.5.1972, s. 6

(4) EYVL N:o L 15, 18.1.1984, s. 28

(5) EYVL N:o L 327, 3.12.1980, s. 8

(6) EYVL N:o L 356, 24.12.1988, s. 74

LIITE

Korvataan liitteessä I oleva 2 osa "RAAKAVALKUAISEN MÄÄRITYS" seuraavasti:

"2 RAAKAVALKUAISEN MÄÄRITYS"**1 Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä on mahdollista laskea Kjeldahlin menetelmän mukaan saadusta typpipitoisuudesta rehujen raakavalkuaispitoisuus.

2 Periaate

Näyte hajotetaan rikkihapolla katalysaattorin läsnä ollessa. Hapan liuos tehdään emäksiseksi natriumhydroksidiliuoksella. Vapautunut ammoniakki tislataan ja sidotaan määrättyyn rikkihappomäärään, jonka ylimäärä titrataan natriumhydroksidiliuoksella.

3 Reagenssit

3.1 Kaliumsulfaatti

3.2 Katalysaattori: kupari(II)oksidi CuO, analyysilaatua tai kuparisulfaatti CuSO₄·5H₂O, analyysilaatua.

3.3 Sinkki, rakeinen

3.4 Rikkihappo, ρ₂₀ = 1,84 g/ml

3.5 Rikkihappo c($\frac{1}{2}$ H₂SO₄) = 0,5 mol/l

3.6 Rikkihappo c($\frac{1}{2}$ H₂SO₄) = 0,1 mol/l

3.7 Metyylipunaindikaattori: 300 g metyyliipunaista liuotetaan 100 ml:aan 95 - 96 % etanolia (v/v)

3.8 Natriumhydroksidiliuos (teknisen laadun käyttö mahdollista) = 40 g/100 ml (m/v: 40 %)

3.9 Natriumhydroksidiliuos c = 0,25 mol/l

3.10 Natriumhydroksidiliuos c = 0,1 mol/l

3.11 Hohkakivijyväsiä, suolahapossa pestyjä ja hehkutettuja

3.12 Asetanilidi (sulamispiste = 114 °C, N = 10,36 %)

3.13 Tyytön sakkaroosi

4 Välineistö

Välineet näytteen hajottamista, tislausta ja titrausta varten Kjeldahlin menetelmän mukaan.

5 Suoritus

5.1 Hajotus

Punnitaan 1 g näytettä 1 mg:n tarkkuudella Kjeldahl-kolviin hajotuspoltoa varten. Lisätään 15 g kaliumsulfaattia (3.1), sopiva määrä katalysaattoria (3.2) [0,3 - 0,4 g analyysilaatuista kuparioksidia tai 0,9 - 1,2 g analyysilaatuista kuparisulfaattia], 25 ml rikkihappoa (3.4) ja muutamia hohkakivijyväsiä (3.11) ja sekoitetaan. Kolvia kuumennetaan varovasti tarvittaessa ajoittain ravistellen, kunnes massa on hiltynyt ja kuohu hävinnyt. Tämän jälkeen kuumennetaan voimakkaammin, kunnes neste kiehuu tasaisesti. Kuumennus on sopiva, jos kiehuva happo tiivistyy kolvin seinämiin. Kolvin seinämien ylikuumennusta ja orgaanisen aineksen tarttumista kolvin seinämiin on vältettävä. Kun liuos on muuttunut kirkkaaksi ja kirkkaanvihreäksi, keittämistä jatketaan vielä kahden tunnin ajan. Tämän jälkeen kolvin annetaan jäähtyä.

5.2 Tislaus

Kolviin lisätään varovasti riittävä määrä vettä, jotta sulfaatit liukenisivat täysin. Annetaan jäähtyä ja lisätään muutama sinkkirae (3.3).

Tislauslaitteen keräilyastian lisätään oletetun typpipitoisuuden mukaan tarkalleen 25 ml rikkihappoa (3.5) tai (3.6) ja muutama pisara metyyliipunaindikaattoria (3.7).

Kolvi yhdistetään tisluslaitteen jäädyttäjään ja jäädyttäjän pää upotetaan keräilyastiassa olevaan liuokseen vähintään 1 cm:n syvyyteen (ks. 8.3 Huomautus). Kolviin lasketaan hitaasti 100 ml natriumhydroksidiliuosta (3.8) siten, ettei ammoniakkaa katoa (ks. 8.1 huomautus).

Kolvia kuumennetaan siten, että ammoniakki tislautuu kokonaan.

5.3 *Titraus*

Keräilyastiassa oleva rikkihappoylimäärä titrataan käytetyn rikkihapon normaalisuuden mukaan natriumhydroksidiliuoksella (3.9) tai (3.10), kunnes loppupiste saavutetaan.

5.4 *Sokeakoe*

Reagenssien tyypettömyyden varmistamiseksi suoritetaan sokeakoe (hajotus, tislauk ja titraus) käyttämällä 1 g sakkaroosia (3.13) näytteen sijasta.

6 Tulosten laskeminen

Raakavalkuaispitoisuus lasketaan seuraavalla kaavalla:

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

jossa

V_0 = sokeakokeessa kulunut NaOH (3.9 tai 3.10) määrä (ml)

V_1 = näytteen titrauksessa kulunut NaOH (3.9 tai 3.10) määrä (ml)

c = natriumhydroksidin (3.9 tai 3.10) normaalisuus (mol/l)

m = näytteen massa (g)

7 Menetelmän varmistus

7.1 *Toistettavuus*

Samasta näytteestä suoritettujen kahden rinnakkaismäärityksen tulosten välinen ero ei saa ylittää:

- 0,2 %, absoluuttisena arvona ilmoitettuna, alle 20 % olevien raakavalkuaispitoisuuksien osalta,
- 1,0 %, suhteessa korkeimpaan arvoon, välillä 20 - 40 % olevien raakavalkuaispitoisuuksien osalta,
- 0,4 %, absoluuttisena arvona ilmoitettuna, yli 40 % olevien pitoisuuksien osalta.

7.2 *Tarkkuus*

Määritys (hajotus, tislauk ja titraus) tehdään 1,5 - 2,0 g:lla asetaniidia (3.12) ja 1 g:lla sakkaroosia (3.13); 1 g astaniidia kuluttaa 14,80 ml rikkihappoa (3.5). Saannon on oltava vähintään 99 %.

8 Huomautukset

- 8.1 Voidaan käyttää käsikäyttöistä, puoliautomaattista tai automaattista välineistöä. Jos liuos joudutaan siirtämään astiasta toiseen hajotuksen ja tislauksen välillä, siirto on suoritettava siten, ettei häviötä tapahdu. Jos tislauksilaitteen kolvissa ei ole tiputussuppilaa, lisätään natriumhydroksidi välittömästi ennen kolvin liittämistä jäädyttäjään kaataen liuos hitaasti kolvin seinämää myöten.
- 8.2 Jos hajotettu tuote kiinteytyy, määritys on aloitettava alusta käyttämällä suurempaa määrää rikkihappoa (3.4) kuin edellä on mainittu.
- 8.3 Tyypipitoisuudeltaan alhaisille tuotteille keräilykolvissa olevan rikkihapon (3.6) määrää voidaan vähentää tarvittaessa 10 tai 15 ml:aan ja täyttää 25 ml:ksi vettä lisäämällä."