

31993L0028

L 179/8

JURNALUL OFICIAL AL COMUNITĂȚILOR EUROPENE

22.7.1993

**DIRECTIVA 93/28/CEE A COMISIEI
din 4 iunie 1993**

**de modificare a anexei I la a treia Directivă 72/199/CEE de stabilire a unor metode comunitare de analiză
pentru controlul oficial al furajelor**

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Economice Europene,

având în vedere Directiva 70/373/CEE a Consiliului din 20 iulie 1970 privind introducerea modalităților de prelevare de probe și a metodelor comunitare de analiză pentru controlul oficial al furajelor ⁽¹⁾, astfel cum a fost modificată ultima dată prin actul de aderare a Spaniei și Portugaliei ⁽²⁾, în special articolul 2,

întrucât a treia Directivă 72/199/CEE a Comisiei din 27 aprilie 1972 de stabilire a unor metode comunitare de analiză pentru controlul oficial al furajelor ⁽³⁾, astfel cum a fost modificată ultima dată prin Directiva 84/4/CEE ⁽⁴⁾, precizează metoda care trebuie utilizată pentru determinarea proteinei brute;

întrucât această metodă trebuie modificată pentru a reflecta progresele științifice și tehnice; întrucât trebuie să se țină seama, în special, de dispozițiile Directivei 80/1107/CEE a Consiliului din 27 noiembrie 1980 privind protecția lucrătorilor împotriva riscurilor legate de expunerea la agenți chimici, fizici și biologici la locul de muncă ⁽⁵⁾, astfel cum a fost modificată prin Directiva 88/642/CEE ⁽⁶⁾, în special prin dispozițiile privind prevenirea expunerii la mercur și compușii săi;

întrucât este necesar, prin urmare, să se elimine mercurul și oxidul de mercur din lista de catalizatori utilizați în cadrul metodei de determinare a proteinei brute;

întrucât măsurile prevăzute în prezenta directivă sunt în conformitate cu avizul Comitetului permanent pentru hrana animalelor,

ADOPTĂ PREZENTA DIRECTIVĂ:

Articolul 1

Anexa I la Directiva 72/199/CEE se modifică în conformitate cu anexa la prezenta directivă.

Articolul 2

Statele membre pun în aplicare actele cu putere de lege și actele administrative necesare pentru a se conforma prezentei directive începând cu data de 1 iulie 1994. Statele membre informează de îndată Comisia cu privire la aceasta.

Atunci când statele membre adoptă aceste acte, ele cuprind o trimitere la prezenta directivă sau sunt însoțite de o asemenea trimitere la data publicării lor oficiale. Statele membre stabilesc modalitatea de efectuare a acestei trimiteri.

Articolul 3

Prezenta directivă se adresează statelor membre.

Adoptată la Bruxelles, 4 iunie 1993.

Pentru Comisie

René STEICHEN

Membru al Comisiei

⁽¹⁾ JO L 170, 3.8.1970, p. 2.

⁽²⁾ JO L 302, 15.11.1985, p. 23.

⁽³⁾ JO L 123, 29.5.1972, p. 6.

⁽⁴⁾ JO L 15, 18.1.1984, p. 28.

⁽⁵⁾ JO L 327, 3.12.1980, p. 8.

⁽⁶⁾ JO L 356, 24.12.1988, p. 74.

ANEXĂ

Secțiunea 2 din anexa I (Determinarea proteinei brute) se înlocuiește cu următorul text:

„2. DETERMINAREA PROTEINEI BRUTE**1. Obiectiv și domeniu de aplicare**

Prezenta metodă permite determinarea conținutului de proteină brută din furaje pe baza conținutului de azot, determinat conform metodei Kjeldahl.

2. Principiu

Eșantionul se digestează cu acid sulfuric în prezența unui catalizator. Soluția acidă se alcalinizează cu soluție de hidroxid de sodiu. Amoniacul se distilează și se colectează într-o cantitate măsurată de acid sulfuric, al cărei exces se titrează cu o soluție-etalon de hidroxid de sodiu.

3. Reactivi

- 3.1. Sulfat de potasiu.
- 3.2. Catalizator: oxid de cupru (II) CuO sau sulfat de cupru (II) pentahidrat, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
- 3.3. Zinc granulat.
- 3.4. Acid sulfuric, $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.
- 3.5. Acid sulfuric $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5$ mol/l.
- 3.6. Acid sulfuric $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ mol/l.
- 3.7. Indicator cu roșu de metil: se dizolvă 300 mg de roșu de metil în 100 ml de etanol, $\sigma = 95-96$ % (v/v).
- 3.8. Soluție de hidroxid de sodiu (se poate utiliza calitate tehnică) $\beta = 40$ g/100 ml (m/v: 40 %).
- 3.9. Soluție de hidroxid de sodiu $c = 0,25$ mol/l.
- 3.10. Soluție de hidroxid de sodiu $c = 0,1$ mol/l.
- 3.11. Piatră ponce granulată, spălată în acid clorhidric și calcinată.
- 3.12. Acetanilidă (punct de fuziune = 114 °C, N = 10,36 %).
- 3.13. Zaharoză (fără azot).

4. Aparatură

Aparatură adecvată pentru efectuarea digestiei, distilării și titrării conform procedurii Kjeldahl.

5. Procedură**5.1. Digestie**

Se cântărește, cu o abatere de 0,001 g, 1 g de eșantion și se transferă eșantionul în balonul aparatului de digestie. Se adaugă 15 g de sulfat de potasiu (3.1), o cantitate adecvată de catalizator (3.2) [0,3-0,4 g oxid de cupru (II) sau 0,9-1,2 g sulfat de cupru (II) pentahidrat], 25 ml acid sulfuric (3.4) și câteva granule de piatră ponce (3.11) și se amestecă. Se încălzește balonul la început moderat, agitând din când în când, după caz, până când masa se carbonizează și spuma dispare; apoi se încălzește mai intens până când lichidul fierbe constant. Încălzirea este adecvată dacă acidul fier se condensează pe peretele balonului. Se evită supraîncălzirea pereților și lipirea particulelor organice de pereți. Când soluția devine limpede și de culoare verde deschis, se continuă fierberea timp de încă două ore, apoi se lasă să se răcească.

5.2. Distilare

Se adaugă cu atenție suficientă apă pentru a asigura dizolvarea completă a sulfaților. Se lasă să se răcească și apoi se adaugă câteva granule de zinc (3.3).

Se introduce în balonul de colectare al aparatului de distilare o cantitate măsurată exact de 25 ml de acid sulfuric (3.5) sau (3.6), în funcție de conținutul estimat de azot. Se adaugă câteva picături de indicator cu roșu de metil (3.7).

Se conectează balonul de digestie la condensatorul aparatului de distilare și se scufundă capătul condensatorului în lichidul din balonul de colectare la o adâncime de cel puțin 1 cm (vezi observația 8.3). Se toarnă încet 100 ml soluție de hidroxid de sodiu (3.8) în balonul de digestie fără pierderi de amoniac (vezi observația 8.1).

Se încălzește balonul până la distilarea completă a amoniacului.

5.3. Titrare

Se titrează excesul de acid sulfuric în balonul de colectare cu soluție de hidroxid de sodiu (3.9) sau (3.10), în funcție de concentrația acidului sulfuric utilizat, până se atinge punctul final.

5.4. Test martor

Pentru a confirma faptul că reactivii nu conțin azot, se efectuează un test martor (digestie, distilare și titrare), folosind 1 g de zaharoză (3.13) în locul eșantionului.

6. Calcularea rezultatelor

Conținutul de proteine brute se calculează conform următoarei formule:

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

unde

V_0 = Volumul (ml) de NaOH (3.9 sau 3.10)

folosit la testul martor

V_1 = Volumul (ml) de NaOH (3.9 sau 3.10)

folosit la titrarea eșantionului

c = Concentrația (mol/l) a hidroxidului

de sodiu (3.9 sau 3.10)

m = Masa (g) eșantionului.

7. Verificarea metodei**7.1. Repetabilitate**

Diferența dintre rezultatele a două determinări paralele efectuate pe același eșantion nu trebuie să depășească:

0,2 % în valoare absolută, pentru conținuturile de proteină brută mai mici de 20 %;

1,0 % față de valoarea cea mai ridicată, pentru conținuturile de proteină brută cuprinse între 20 % și 40 %;

0,4 % în valoare absolută, pentru conținuturile de proteină brută de peste 40 %.

7.2. Precizie

Se efectuează analiza (digestie, distilare și titrare) pe 1,5-2,0 g acetanilidă (3.12) în prezența a 1 g zaharoză (3.13); 1 g acetanilidă consumă 14,80 ml acid sulfuric (3.5). Recuperarea trebuie să fie de cel puțin 99 %.

8. Observații

8.1. Aparatura poate fi de tip manual, semiautomat sau automat. Dacă aparatura necesită un transfer între etapele de digestie și distilare, acest transfer trebuie realizat fără pierderi. Dacă balonul aparatului de distilare nu este prevăzut cu o pâlnie cu robinet, se adaugă hidroxidul de sodiu imediat înainte de conectarea balonului la condensator, turnând încet lichidul pe marginea vasului.

8.2. Dacă produsul de digestie se solidifică, se reîncepe determinarea folosind o cantitate mai mare de acid sulfuric (3.4) decât cea prevăzută anterior.

8.3. Pentru produsele cu conținut scăzut de azot, volumul de acid sulfuric (3.6) care trebuie introdus în balonul de colectare poate fi redus, după caz, la 10 sau 15 ml și completat până la 25 ml cu apă."
