

31993L0028

L 179/8

ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV

22.7.1993

SMERNICA KOMISIE 93/28/EHS

zo 4. júna 1993,

ktorou sa mení a dopĺňa príloha I k tretej smernici 72/199/EHS, ktorá stanovuje analytické metódy spoločenstva na úradnú kontrolu krmív

KOMISIA EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho hospodárskeho spoločenstva,

so zreteľom na smernicu Rady 70/373/EHS z 20. júla 1970 o zavedení metód vzorkovania a analýz na úradnú kontrolu krmív v spoločenstve ⁽¹⁾ naposledy zmenenú a doplnenú Aktom o pristúpení Španielska a Portugalska ⁽²⁾, najmä na jej článok 2,

keďže tretia smernica Komisie 72/199/EHS z 27. apríla 1972, ktorá stanovuje analytické metódy spoločenstva na úradnú kontrolu krmív ⁽³⁾ naposledy zmenená a doplnená smernicou 84/4/EHS ⁽⁴⁾, určuje metódu, ktorá sa má používať na stanovovanie dusíkatých látok;

keďže metóda sa musí zmeniť a doplniť tak, aby sa prispôbila vedeckému a technickému pokroku; keďže najmä ustanovenia smernice Rady 80/1107/EHS z 27. novembra 1980 o ochrane pracovníkov pred rizikami spojenými s vystavením účinkom chemických, fyzikálnych a biologických činiteľov pri práci ⁽⁵⁾, zmenenej a doplnenej smernicou 88/642/EHS ⁽⁶⁾, sa musia brať do úvahy, a to najmä tie, ktoré sa týkajú ochrany pred vystavením účinkom ortute a jej zlúčenín;

keďže podľa toho je potrebné odstrániť ortuť a oxid ortuťnatý zo zoznamu katalyzátorov používaných v rámci metódy na stanovenie dusíkatých látok;

keďže opatrenia tejto smernice sú v súlade so stanoviskom Stáleho výboru pre krmivá,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

Príloha I k smernici 72/199/EHS sa týmto mení a dopĺňa v súlade s prílohou k tejto smernici.

Článok 2

Členské štáty uvedú do účinnosti zákony, iné právne predpisy a administratívne opatrenia potrebné na dosiahnutie súladu s touto smernicou do 1. júla 1994. Bezodkladne o tom informujú Komisiu.

Členské štáty uvedú priamo v prijatých ustanoveniach alebo pri ich úradnom uverejnení odkaz na túto smernicu. Podrobnosti o odkaze upravia členské štáty.

Článok 3

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

V Bruseli 4. júna 1993

Za Komisiu

René STEICHEN

člen Komisie

⁽¹⁾ Ú.v. ES L 170, 3.8.1970, s. 2.

⁽²⁾ Ú.v. ES L 302, 15.11.1985, s. 23.

⁽³⁾ Ú.v. ES L 123, 29.5.1972, s. 6.

⁽⁴⁾ Ú.v. ES L 15, 18.1.1984, s. 28.

⁽⁵⁾ Ú.v. ES L 327, 3.12.1980, s. 8.

⁽⁶⁾ Ú.v. ES L 356, 24.12.1988, s. 74.

PRÍLOHA

Časť 2 prílohy I (Stanovenie dusíkatých látok) sa nahrádza takto:

„2. STANOVENIE DUSÍKATÝCH LÁTOK**1. Účel a oblasť**

Táto metóda umožňuje stanoviť obsah dusíkatých látok na základe obsahu dusíka, stanoveného podľa Kjeldahlovej metódy.

2. Podstata metódy

Vzorka sa mineralizuje kyselinou sírovou v prítomnosti katalyzátora. Kyslý roztok sa zalkalizuje roztokom hydroxidu sodného. Amoniak sa oddestiluje a zachytí v odmeranom množstve kyseliny sírovej, ktorej prebytok sa titruje štandardným roztokom hydroxidu sodného.

3. Chemikálie

- 3.1. Síran draselný
- 3.2. Katalyzátor: oxid meďnatý CuO alebo pentahydrát síranu meďnatého, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- 3.3. Granulovaný zinok
- 3.4. Kyselina sírová, $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$
- 3.5. Kyselina sírová $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$
- 3.6. Kyselina sírová $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.7. Indikátor metylčervený; rozpustite 300 mg metylčervene v 100 ml etanolu, $\sigma = 95\text{-}96 \text{ \% (v/v)}$
- 3.8. Roztok hydroxidu sodného (môže sa použiť technicky čistý) $\delta = 40 \text{ g/100 ml (m/v: 40 \%)}$
- 3.9. Roztok hydroxidu sodného $c = 0,25 \text{ ml/l}$
- 3.10. Roztok hydroxidu sodného $c = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.11. Granulovaná pemza premytá kyselinou chlorovodíkovou a vyžíhaná
- 3.12. Acetanilid (bod topenia = $114 \text{ }^\circ\text{C}$, N = 10,36 %)
- 3.13. Sacharóza (bez dusíka).

4. Prístroj

Prístroj vhodný na vykonanie mineralizácie, destilácie a titrácie podľa Kjeldahlovej metódy.

5. Postup**5.1. Mineralizácia**

Navážte 1 g vzorky s presnosťou na 0,001 g a vzorku preneste do mineralizačnej banky. Pridajte 15 g síranu draselného (3.1), vhodné množstvo katalyzátora (3.2) (0,3 až 0,4 g oxidu meďnatého alebo 0,9 až 1,2 g pentahydrátu síranu meďnatého), 25 ml kyseliny sírovej (3.4) a niekoľko granúl pemzy (3.11) a premiešajte. Banku najskôr mierne zahrievajte, ak je potrebné, obsah občas premiešajte, až kým hmota zuholnatie a kým sa prestane tvoriť pena; potom zahrievajte intenzívnejšie, až kým kvapalina nedosiahne trvalý var. Zahrievanie je primerané vtedy, keď vriaca kyselina kondenzuje na stenách banky. Zabráňte prehriatiu stien banky a zachytávaniu organických častíc na nich. Keď sa roztok vyčíri a získa svetlozelenú farbu, pokračujte vo vare ešte ďalšie dve hodiny, potom nechajte vychladnúť.

5.2. Destilácia

Opatrne pridajte dostatočné množstvo vody, aby sa sírany úplne rozpustili. Nechajte vychladnúť a potom pridajte niekoľko granúl zinku (3.3).

Do zachytávacej banky destilačného prístroja pridajte presne odmerané množstvo 25 ml kyseliny sírovej (3.5) alebo (3.6) v závislosti od predpokladaného obsahu dusíka. Pridajte niekoľko kvapiek indikátora metylčervene (3.7).

Pripojte mineralizačnú banku na chladič destilačného prístroja a ponorte koniec chladiča do kvapaliny nachádzajúcej sa v zachytávacej banke do hĺbky najmenej 1 cm (pozri poznámku 8.3). Pomaly nalejte 100 ml roztoku hydroxidu sodného (3.8) do mineralizačnej banky bez straty amoniaku (pozri poznámku 8.1).

Banku zahrievajte až do úplného predestilovania amoniaku.

5.3. *Titrácia*

Titrujte prebytočnú kyselinu sírovú v zachytávacej banke roztokom hydroxidu sodného (3.9) alebo (3.10) v závislosti od koncentrácie použitej kyseliny sírovej, až do dosiahnutia bodu ekvivalencie.

5.4. *Slepý pokus*

Na potvrdenie toho, že chemikálie neobsahujú dusík, vykonajte slepý pokus (mineralizácia, destilácia a titrácia) použitím 1 g sacharózy (3.13) namiesto vzorky.

6. **Výpočet výsledkov**

Obsah dusíkatých látok sa vypočíta podľa nasledovného vzorca:

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

v ktorom,

v_0 = objem (ml) NaOH (3.9 alebo 3.10)
použitého pri slepom pokuse

v_1 = objem (ml) NaOH (3.9 alebo 3.10)
použitého pri titrácii vzorky

c = koncentrácia (mol/l)
hydroxidu sodného (3.9 alebo 3.10)

m = hmotnosť (g) vzorky.

7. **Overovanie metódy**7.1. *Opakovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch paralelných stanovení vykonaných v tej istej vzorke nesmie presiahnuť:

0,2 % v absolútnej hodnote, pre obsahy dusíkatých látok menšie ako 20 %;

1,0 % z vyššej hodnoty, pre obsahy dusíkatých látok od 20 % do 40 %;

0,4 % v absolútnej hodnote, pre obsahy dusíkatých látok väčšie ako 40 %;

7.2. *Správnosť*

Vykonajte analýzu (mineralizácia, destilácia a titrácia) 1,5 až 2,0 g acetanilidu (3.12) v prítomnosti 1 g sacharózy (3.13); na 1 g acetanilidu sa spotrebuje 14,80 ml kyseliny sírovej (3.5). Návratnosť musí byť najmenej 99 %.

8. **Poznámky**

8.1. Prístroj môže byť jednoduchý, poloautomatický alebo automatický. Ak prístroj vyžaduje prenos medzi krokom mineralizácie a destilácie, musí sa vykonať bez strát. Ak banka destilačného prístroja nie je opatrená prikvapkávacím lievikom, hydroxid sodný pridajte bezprostredne pred pripojením banky na chladič, pričom kvapalinu lejte tak, aby pomaly stekala po stene banky.

8.2. Ak mineralizát stuhne, zopakujte stanovenie s použitím väčšieho množstva kyseliny sírovej (3.4), než je určené vyššie.

8.3. U produktov s nízkym obsahom dusíka môže byť podľa potreby objem kyseliny sírovej (3.6) pridávanej do zachytávacej banky zmenšený na 10 alebo 15 ml a doplnený na 25 ml vodou.“
