

31993L0028

L 179/8

URADNI LIST EVROPSKIH SKUPNOSTI

22.7.1993

**DIREKTIVA KOMISIJE 93/28/EGS****z dne 4. junija 1993****o spremembi Priloge I k Tretji direktivi 72/199/EGS o določitvi analitskih metod Skupnosti za uradni nadzor krme**

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske gospodarske skupnosti,

ob upoštevanju Direktive Sveta 70/373/EGS z dne 20. julija 1970 o uvedbi metod vzorčenja in analiz metod Skupnosti za uradni nadzor krme <sup>(1)</sup>, kakor je bila nazadnje spremenjena z Aktom o pristopu Španije in Portugalske <sup>(2)</sup>, in zlasti člena 2 Direktive,

ker določa Tretja direktiva Komisije 72/199/EGS z dne 27. aprila 1972 o določitvi analitskih metod Skupnosti za uradni nadzor krme <sup>(3)</sup>, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 84/4/EGS <sup>(4)</sup>, metodo za določanje surovih beljakovin;

ker je treba to metodo spremeniti ob upoštevanju znanstvenega in tehničnega napredka; ker je treba upoštevati predvsem določila Direktive Sveta 80/1107/EGS z dne 27. novembra 1980 o zaščiti delavcev pred tveganji, povezanimi z izpostavljanjem kemičnim, fizikalnim in biološkim dejavnikom pri delu <sup>(5)</sup>, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 88/642/EGS <sup>(6)</sup>, in je zlasti treba upoštevati ukrepe o preprečevanju izpostavljanja živemu srebru in njegovim spojinam;

ker je treba skladno s tem živo srebro in živosrebrov oksid črtati s seznama katalizatorjev, ki se uporabljajo pri metodi določanja surovih beljakovin;

ker so ukrepi, predvideni s to direktivo, v skladu z mnenjem Stalnega odbora za krmo,

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

**Člen 1**

Priloga I k Direktivi 72/199/EGS se spremeni skladno s Prilogo k tej direktivi.

**Člen 2**

Države članice sprejmejo zakone in druge predpise, potrebne za uskladitev s to direktivo, do 1. julija 1994. O tem takoj obvestijo Komisijo.

Države članice se v sprejetih predpisih sklicujejo na to direktivo ali pa sklic nanjo navedejo ob njihovi uradni objavi. Način sklicevanja določijo države članice.

**Člen 3**

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 4. junija 1993

Za Komisijo

René STEICHEN

Član Komisije

<sup>(1)</sup> UL L 170, 3.8.1970, str. 2.

<sup>(2)</sup> UL L 302, 15.11.1985, str. 23.

<sup>(3)</sup> UL L 123, 29.5.1972, str. 6.

<sup>(4)</sup> UL L 15, 18.1.1984, str. 28.

<sup>(5)</sup> UL L 327, 3.12.1980, str. 8.

<sup>(6)</sup> UL L 356, 24.12.1988, str. 74.

## PRILOGA

Oddelek 2 Priloge I (Določanje vsebnosti surovih beljakovin) se nadomesti z:

**„2. DOLOČANJE VSEBNOSTI SUROVIH BELJAKOVIN****1. Namen in področje uporabe**

S to metodo je mogoče določiti vsebnost beljakovin v krmi na podlagi vsebnosti dušika, določenega po Kjeldahlovi metodi.

**2. Princip**

Vzorec razkrojimo z žveplovo kislino v prisotnosti katalizatorja. Kislo raztopino naalkalimo z raztopino natrijevega hidroksida. Amoniak destiliramo in ga lovimo v odmerjeno količino žveplove kisline, katere presežek titriramo s standardno raztopino natrijevega hidroksida.

**3. Reagenti**

- 3.1. Kalijev sulfat.
- 3.2. Katalizator: Bakrov (II) oksid CuO ali bakrov (II) sulfat pentahidrat, CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O
- 3.3. Cink v zrnih.
- 3.4. Žveplova (VI) kislina, ρ<sub>20</sub> = 1,84 g/ml.
- 3.5. Žveplova (VI) kislina c(½H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) = 0,5 mol/l.
- 3.6. Žveplova (VI) kislina c(½H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) = 0,1 mol/l.
- 3.7. Indikator metil rdeče; 300 mg metil rdečega raztopimo v 100 ml etanola, σ = 95-96 % (v/v).
- 3.8. Raztopina natrijevega hidroksida (lahko tehnični) v = 40 g/100 ml (m/v: 40 %).
- 3.9. Raztopina natrijevega hidroksida c = 0,25 mol/l.
- 3.10. Raztopina natrijevega hidroksida c = 0,1 mol/l.
- 3.11. Zdrobljen plovec, opran v klorovodikovi kislini in prežaren.
- 3.12. Acetanilid (tališče = 114 °C, N = 10,36 %)
- 3.13. Saharoza (brez dušika).

**4. Oprema**

Aparatura, primerna na izvajanje razklopa, destilacije in titracije po Kjeldahlovi metodi.

**5. Postopek****5.1. Razklop**

Natehtamo 1 g vzorca s točnostjo 0,001 g in ga prenesemo v bučko aparature za razklop. Dodamo 15 g kalijevega sulfata (3.1), ustrezno količino katalizatorja (3.2) (od 0,3 do 0,4 g bakrovega (II) oksida ali od 0,9 do 1,2 g bakrovega (II) sulfata pentahidrata), 25 ml žveplove (VI) kisline (3.4) in nekaj zrn plovca (3.11) ter vse skupaj premešamo. Bučko najprej zmerno segrevamo in jo od časa do časa obrnemo, dokler masa ne zogljeni in pena ne izgine; nato jo močnejše segrevamo do enakomernega vrenja tekočine. Segrevanje je ustrezno, če se kislina, ki vre, kondenzira na stenah bučke. Pazimo, da se stene bučke ne pregrejejo in da se organski delci ne sprimejo nanje. Ko se raztopina zbistri in obarva rahlo zeleno, pustimo, da vre še dve uri, nato pa pustimo, da se ohladi.

**5.2. Destilacija**

Previdno dodamo toliko vode, da se sulfati povsem raztopijo. Pustimo, da se ohladi, in nato dodamo nekaj zrn cinka (3.3).

V zbirno bučko naprave za destilacijo odmerimo točno 25 ml žveplove (VI) kisline (3.5) ali (3.6), odvisno od pričakovane vsebnosti dušika. Nato dodamo nekaj kapljic indikatorja metil rdečega (3.7).

Bučko za razklop povežemo s kondenzatorjem aparature za destilacijo in potopimo konec kondenzatorja v tekočino v zbirni bučki vsaj do globine 1 cm (glej opombo 8.3). V bučko za razklop počasi vlijemo 100 ml raztopine natrijevega hidroksida (3.8) tako, da ne pride do izgube amonija (glej opombo 8.1).

Bučko segrevamo do popolne destilacije amonija.

5.3. *Titracija*

Presežek žveplove kisline v zbirni bučki titriramo do ekvivalentne točke z raztopino natrijevega hidroksida (3.9) ali (3.10), odvisno od koncentracije uporabljene žveplove (VI) kisline.

5.4. *Slepi preskus*

Da reagenti ne vsebujejo dušika, se prepričamo s slepim preskusom (razklop, destilacija in titracija), v katerem namesto vzorca uporabimo 1 g saharoze (3.13).

6. **Izračun rezultatov**

Pri čemer je

$$\frac{(V_0 - V_1) \text{ text}}{m}$$

text

$V_0$  = volumen (ml)

NaOH (3.9 ali 3.10), uporabljen pri slepem preskusu.

$V_1$  = volumen (ml) NaOH (3.9 ali 3.10),

uporabljen pri titraciji vzorca.

$c$  = koncentracija (mol/l)

natrijevega hidroksida (3.9 ali 3.10).

$m$  = masa (g) vzorca.

7. **Preverjanje metode**7.1. *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določitev, izvedenih na istem vzorcu, ne sme presežati:

0,2 % absolutne vrednosti za vsebnosti surovih beljakovin pod 20 %;

1,0 % relativno glede na višjo vrednost za vsebnosti surovih beljakovin od 20 % do 40 %;

0,4 % absolutne vrednosti za vsebnosti surovih beljakovin nad 40 %.

7.2. *Točnost*

Analizo (razklop, destilacija, titracija) izvedemo z 1,5 do 2,0 g acetanilida (3.12) ob navzočnosti 1 g saharoze (3.13); 1 g acetanilida porabi 14,80 ml žveplove kisline (3.5). Izkoristek mora biti najmanj 99 %.

8. **Opombe**

8.1. Aparatura je lahko ročna, polavtomatska ali avtomatska. Če je pri aparaturi med razklopom in destilacijo potreben prenos, ga moramo izvesti brez kakršne koli izgube. Če bučka aparature za destilacijo ni opremljena s kapalnim lijakom, dodamo natrijev hidroksid tik pred povezavo bučke s kondenzatorjem, pri čemer tekočino vlivamo počasi ob steni bučke.

8.2. Če se vsebina v bučki strjuje, začnemo znova, vendar uporabimo večjo količino žveplove kisline (3.4), kakor je navedeno zgoraj.

8.3. Pri proizvodih z nizko vsebnostjo dušika lahko volumen žveplove kisline (3.6), ki jo moramo dodati v zbirno bučko, po potrebi zmanjšamo na 10 ali 15 ml in dopolnimo bučko do 25 ml z vodo."