

## ВТОРА ДИРЕКТИВА НА КОМИСИЯТА

от 18 ноември 1971 година

относно установяване на методи на Общността за анализ за целите на  
официалния контрол на храните за животни

(71/393/ЕИО)

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската икономическа общност,

като взе предвид Директивата на Съвета от 20 юли 1970 г.<sup>1</sup> относно въвеждането на методи на Общността за вземане на проби и анализ за целите на официалния контрол на храните за животни и по-специално член 2 от нея,

като има предвид, че упоменатата директива изисква официалният контрол на храни за животни да се провежда, като се прилагат методи на Общността за вземане на проби и анализ, с цел проверка за спазването на изискванията на законовите, подзаконовите и административните разпоредби относно качеството и състава на храните за животни;

като има предвид, че Директива № 71/250/ЕИО на Комисията от 15 юни 1971 г.<sup>2</sup> вече установи редица методи на Общността за анализ; като има предвид, че вследствие напредъка на работата оттогава е препоръчително приемането на втори набор от методи;

като има предвид, че предвидените в настоящата директива мерки са в съответствие със становището на Постоянния комитет по храните за животни,

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

### *Член 1*

Държавите-членки изискват анализите за целите на официалния контрол на храните за животни по отношение на тяхното съдържание на влага, летливи азотни основи, общо съдържание на фосфор и съдържание на непреработени масла и мазнини да се провеждат в съответствие с методите, описани в приложението към настоящата директива.

Общите разпоредби, съдържащи се в част I (Въведение) от приложението към Първа директива № 71/250/ЕИО на Комисията от 15 юни 1971 г. за установяване на методи на Общността за анализ за целите на официалния контрол на храните за

<sup>1</sup> ОВ L 170, 3.8.1970 г., стр. 2.

<sup>2</sup> ОВ L 155, 12.7.1971 г., стр. 13.

животни, се прилагат за методите, описани в приложението към настоящата директива.

*Член 2*

Държавите-членки въвеждат в сила законовите, подзаконови или административни разпоредби, необходими, за да се съобразят с настоящата директива, не по-късно от 1 януари 1973 г. Те незабавно уведомяват Комисията за това.

*Член 3*

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 18 ноември 1971 година.

*За Комисията:*  
**Franco M. MALFATTI**  
*Председател*

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### I. ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА ВЛАГА

#### 1. Цел и обхват

Този метод дава възможност да се определи съдържанието на влага в храните за животни. Той не обхваща анализа на млечни продукти, използвани като прости храни за животни, анализа на минерални вещества и на смеси, състоящи се главно от минерални вещества, както и анализа на маслодайни семена и плодове, дефинирани в Регламент № 136/66/ЕИО на Съвета <sup>3</sup> от 22 септември 1966 г. относно създаването на обща организация на пазара за масла и мазнини. Определянето на съдържанието на влага в маслодайните семена и плодове е описано в приложение III към Регламент (ЕИО) № 1470/68 на Комисията <sup>4</sup> от 23 септември 1968 г. относно вземането и редуцирането на проби и определянето съдържанието на мазнини, примеси и влага в маслодайните семена.

#### 2. Принцип

Пробата се изсушава при специфично указани условия, които могат да варират в зависимост от вида храна за животни. Загубата в теглото се определя посредством претегляне. При работа с твърди храни за животни, които имат високо съдържание на влага, е необходимо да се извърши предварително сушене.

#### 3. Уреди

3.1 Мелница от неабсорбиращ влага материал, която е лесна за почистване, позволява бързо, равномерно раздробяване без забележимо загряване, предотвратява контакта с външния въздух, доколкото това е възможно, и отговаря на изискванията, определени в 4.1.1 и 4.1.2 (напр. микромелници с чукче или с водно охлаждане, сглобяеми конусовидни мелници, мелници с ниски обороти или мелници със зъбни колела).

3.2 Аналитична везна с точност до 0,5 mg.

3.3 Сухи съдове от некородиращ метал или от стъкло, с капаци, осигуряващи херметично затваряне; работна повърхност, позволяваща разстилане на контролната проба около 0,3 г/кв.см.

3.4 Електрическа изотермична пещ ( $\pm 1$  °C) с подходяща вентилация и осигуряваща бързо регулиране на температурата <sup>5</sup> (3).

---

<sup>3</sup> ОВ 127, 30.9.1966 г., стр. 3025/66

<sup>4</sup> ОВ 239, 28.9.1968 г., стр. 2.

<sup>5</sup> За сушенето на зърнени култури, брашно, булгур и грис пещта следва да бъде с такъв термичен капацитет, че когато бъде настроена на 131 °C, да се връща към тази температура за по-малко от 45

3.5 Регулируема електрическа вакуумна пещ, оборудвана с маслена помпа и/или с механизъм за вкарване на горещ сух въздух, или с изсушаващ агент (напр. калциев окис).

3.6 Ексикатор с дебела перфорирана метална или порцеланова плоча, съдържащ ефективен изсушаващ агент.

#### **4. Процедура**

Забележка: Описаните в този раздел операции следва да се извършват незабавно след отварянето на опаковките с проби. Провежда се най-малко двукратен анализ.

##### 4.1. Подготовка

4.1.1. Храни за животни, различни от изредените в 4.1.2 и 4.1.3.

Вземат се най-малко 50 g от пробата. При необходимост това количество се раздробява или разделя така, че да се избегне промяна в съдържанието на влага (виж б).

4.1.2. Зърнени култури и булгур

Вземат се най-малко 50 g от пробата. Смилат се на ситни частици, от които поне 50 % могат да минат през 0,5-милиметрово мрежесто сито и от които най-много 10 % не могат да преминат през сито с кръгли отвори с диаметър 1 мм.

4.1.3. Фуражи в течно или пастообразно състояние и храни за животни, състоящи се предимно от масла и мазнини.

Вземат се около 25 g от пробата, претеглят се с точност до 10 mg, добавя се съответното количество безводен пясък, претеглено с точност до 10 mg, и се разбърква до получаването на хомогенен продукт.

##### 4.2. Сушене

4.2.1. Фуражи, различни от посочените в 4.2.2 и 4.2.3

Теглото на съд с капак (3.3) се установява с точност до 0,5 mg. В тарирания съд се поставят около 5 g от пробата, претеглени с точност до 1 mg, и се разстилат равномерно. Съдът, без капака, се поставя в предварително загрятата до 103°C пещ. За да се предотврати нежелателното спадане на температурата, съдът се поставя в пещта възможно най-бързо. Пробата се оставя да съхне четири часа, считано от времето на връщане на температурата на 103 °С. Капакът се поставя върху съда,

---

минути след поставянето в нея на максималния брой контролни проби за едновременно сушене. Вентилацията трябва да бъде такава, че разликата между резултатите от двучасово сушене на максималния брой проби на обикновена пшеница и резултатите от четиричасовото им сушене да бъде по-малка от 0,15 %. За сушене на зърнени култури, брашно, булгур, грис.

последният се изважда от печта, оставя се да изстива 30-45 минути в ексикатора (3.6) и се претегля с точност до 1 mg.

За храни за животни, състоящи се предимно от масла и мазнини, пробите се сушат 30 минути по-дълго при температура 130 °С. Разликата между резултатите, отчетени при двете претегляния, не бива да надвишава 0,1 % влага.

#### 4.2.2. Зърнени култури, брашно, булгур и грис

Теглото на съд с капак (3.3) се установява с точност до 0,5 mg. В тариания съд се поставят около 5 g от пробата, претеглени с точност до 1 mg, и се разстилат равномерно. Съдът, без капака, се поставя в предварително загрятата до 130°C пещ. За да се предотврати нежелателното спадане на температурата, съдът се поставя в пещта възможно най-бързо. Пробата се оставя да съхне два часа, считано от времето на връщане на температурата на 130 °С. Капакът се поставя върху съда, последният се изважда от печта, оставя се да изстива 30-45 минути в ексикатора (3.6) и се претегля с точност до 1 mg.

4.2.3. Комбинирани храни за животни, съдържащи повече от 4 % захароза или лактоза: храни за животни, като плодове на рожков, хидролизирани зърнени продукти, малцови семена, парченца изсушено цвекло, рибни и захарни разтворими компоненти; комбинирани храни за животни, съдържащи повече от 25 % минерални соли, включително вода от кристализация.

Съдът с капак (3.3) се претегля с точност до 0,5 mg. В тариания съд се поставят около 5 g от пробата, претеглени с точност до 1 mg, и се разстилат равномерно. Съдът, без капака, се поставя в предварително загрятата от 80 °С до 85 °С вакуумна пещ (3.5). За да се предотврати нежелателното спадане на температурата, съдът се поставя във пещта възможно най-бързо.

Налягането се увеличава до 100 Torr и пробата се оставя да се суши четири часа при това налягане - или на поток горещ, сух въздух, или посредством изсушаващ агент (около 300 g за 20 проби). Във втория случай вакуумната помпа се изключва, когато се достигне предписаното налягане. Времето на сушене се отчита от момента на връщане на температурата във пещта на 80 °С – 85 °С. Налягането във пещта внимателно се понижава и изравнява с атмосферното. Пещта се отваря, капакът незабавно се слага върху съда, последният се изважда от печта, оставя се да изстива 30 – 45 минути в ексикатора (3.6) и се претегля с точност до 1 mg. След това се суши още 30 минути във вакуумната пещ при температура 80 °С – 85 °С и отново се претегля. Разликата между стойностите, получени от двете претегляния, не бива да надвишава 0,1 % влага.

### 4.3. Предварително сушене

#### 4.3.1. Фуражи, различни от посочените в 4.3.2

Твърди храни за животни с високо съдържание на влага, което затруднява раздробяването, трябва да се подлагат на предварително сушене по следния начин:

50 g нераздробена проба с претеглят с точност до 10 mg (компресирани или слепени храни за животни при необходимост могат да бъдат грубо разделени) в подходящ съд (напр. алуминиева плоча с размери 20 x 12 cm и височина на ръба 0,5 cm). Пробата се оставя да съхне в пещ при температура 60 °C – 70 °C, докато съдържанието на влага спадне до 8 % - 12 %. Пробата се изважда от пещта, оставя се да изстива без капак в лабораторията един час и след това се претегля с точност до 10 mg. Незабавно след това се раздробява, както е указано в 4.1.1, и се изсушава, както е указано в 4.2.1 или 4.2.3, в зависимост от вида храна за животни.

#### 4.3.2. Зърнени култури

Зърно със съдържание на влага над 17 % трябва да се подложи на предварително сушене по следния начин:

50 g несмляно зърно се претеглят с точност до 10 mg в подходящ съд (напр. алуминиева плоча с размери 20 x 12 cm и височина на ръба 0,5 cm). Пробата се оставя да съхне 5-7 минути в пещ при температура 130 °C. Изважда се от пещта, оставя се да изстива без капак в лабораторията два часа и след това се претегля с точност до 10 mg. Незабавно след това се смилва, както е указано в 4.1.2, и се изсушава, както е указано в 4.2.2.

### 5. Изчисляване на резултатите

Съдържанието на влага като процент от пробата се изчислява по следните формули:

#### 5.1 Изсушаване без предварително сушене

$$(E - m) \times \frac{100}{E}$$

където:

E = първоначална маса на контролната проба в грама

m = маса на сухата контролна проба в грама.

#### 5.2. Изсушаване с предварително сушене

$$\left[ \frac{(M' - m \cdot M)}{M'} + E - M \right] \times \frac{100}{E} = 100 \left( 1 - \frac{Mm}{EM'} \right)$$

където:

$E$  = първоначална маса на контролната проба в грама,

$M$  = маса на контролната проба след предварителното сушене в грама,

$M'$  = маса на контролната проба след раздробяване/смилане в грама

$m$  = маса на сухата контролна проба в грама.

### 5.3. Повторяемост

Разликата между резултатите от две паралелни измервания, проведени върху една и съща проба, не бива да надвишава 0,2 % влага.

## 6. Забележки

В случай, че се наложи раздробяване, и ако това промени съдържанието на влага в продукта, резултатите от анализа на компонентите на храни за животни следва да бъдат коригирани въз основа съдържанието на влага на пробата в първоначалното ѝ състояние.

## II. ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА ЛЕТЛИВИ АЗОТНИ ОСНОВИ

### A. МИКРОДИФУЗИЯ

#### 1. Цел и обхват

Този метод дава възможност да се определи съдържанието в храните за животни на летливи азотни основи под формата на амоняк.

#### 2. Принцип

Пробата се извлича с вода и разтворът се избистря и филтрира. Летливите азотни основи се извличат чрез микродифузия, като се използва калиев карбонат, събират се в разтвор на борна киселина и се титруват със сярна киселина.

#### 3. Реагенти

3.1. 20 % (т/о) разтвор на трихлорооцетна киселина.

3.2. Индикатор: 33 mg бромокрезолово зелено и 65 mg метилово червено се разтварят в 100 ml 95 %-96 % (о/о) етанол.

3.3. Разтвор на борна киселина: в градуирана колба от 1 l 10 g борна киселина . ч.з.а. се разтварят в 200 ml 95 %-96 % етанол и 700 ml вода. Добавят се 10 ml индикатор (3.2). Разбърква се и ако е необходимо, цветът на разтвора се коригира до получаване на светло червено, като са добавя разтвор на натриев хидроокис. 1

ml от този разтвор свързва максимум 300  $\mu\text{g}$   $\text{NH}_3$ .

3.4. Наситен разтвор на калиев карбонат: 100 g калиев карбонат ч.з.а. се разтварят в 100 ml вряща вода. Остава се да изстине и се филтрира.

3.5 Сярна киселина 0,02 N.

#### **4. Уреди**

4.1. Смесител (барабанен): приблизително 35 – 40 об./мин.

4.2. Стъклени или пластмасови съдове на Конуей (виж диаграмата).

4.3. Микробюрети, градуирани на 1/100 ml.

#### **5. Процедура**

10 g от пробата се претеглят с точност до 1 mg и заедно със 100 ml вода се поставят в градуирана колба от 200 ml. Разбъркват се в смесителя около 30 минути. Добавят се 50 ml разтвор на трихлорооцетна киселина (3.1), обемът се допълва с вода, съдържанието силно се разклаща и се филтрира през нагънат филтър.

С помощта на пипета 1 ml разтвор на борна киселина (3.3) се вкарва в централната част на съда на Конуей, а 1 ml от филтратата на пробата се вкарва във венеца на съда. Частично се покрива със смазания капак. 1 ml от наситения разтвор на калиев карбонат (3.4) бързо се вкарва във венеца и съдът се затваря херметически с капака. След това той се завърта върху хоризонтална плоскост така, че двата реагента да се смесят. Остава се да инкубира най-малко за четири часа при стайна температура или за един час при температура 40 °C.

С помощта на микробюрета (4.3) летливите основи в разтвора на борна киселина се титруват със сярна киселина 0,02 N (3.5).

Провежда се контролен опит посредством същата процедура, но без проба за анализ.

#### **6. Изчисляване на резултатите**

1 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,02 N съответства на 0,34 mg амоняк.

Резултатът се представя като процент от пробата.

Повторяемост

Разликата между резултатите от две паралелни измервания, проведени върху една и съща проба, не бива да надвишава:



10 % в относителна стойност за съдържание на амоняк под 1,0 %;

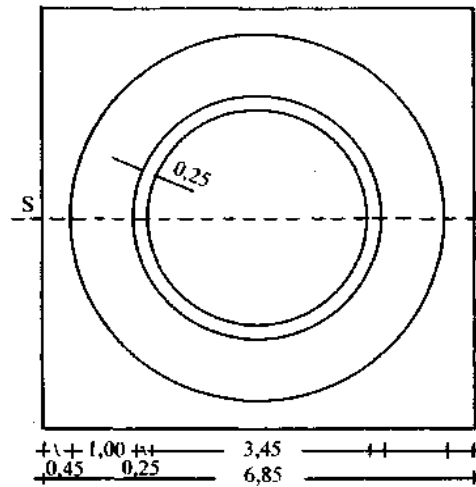
0,1 % в абсолютна стойност за съдържание на амоняк 1,0 % или повече;

### **7. Забележки**

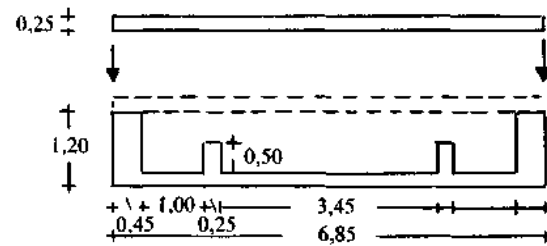
При условие, че съдържанието на амоняк в пробата надвишава 0,6 %, първоначалният филтрат се разрежда.

# СЪД НА КОНУЕЙ

Скала 1:1

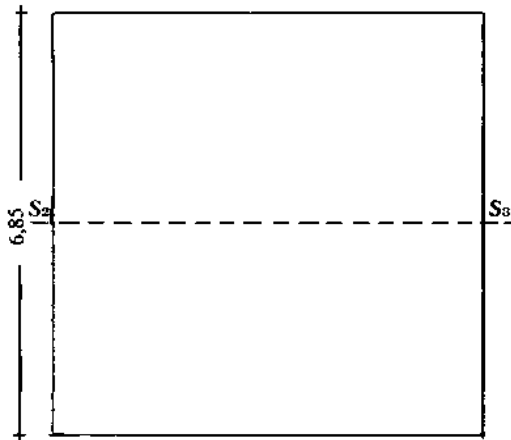


Изглед на съда отгоре



Напечно сечение на капакa  $S_2 - S_3$

Напечно сечение на съда  $S - S_1$



Изглед на капакa от шлифовано стъкло отгоре

## Б. ЧРЕЗ ДЕСТИЛАЦИЯ

### 1. Цел и обхват

Този метод дава възможност да се определи съдържанието на летливи азотни основи под формата на амоняк в рибено брашно, което на практика не съдържа урея. Той е приложим само тогава, когато съдържанието на амоняк е по-ниско от 0,25 %.

### 2. Принцип

Пробата се извлича с вода и разтворът се избистря и филтрира. Летливите азотни основи се извличат в точката на кипене чрез добавяне на магнезиев окис и се събират в точно определено количество сярна киселина, излишъкът от която се ретитрува с разтвор на натриев хидроокис.

### 3. Реагенти

- 3.1. 20 % (т/о) разтвор на трихлорооцетна киселина.
- 3.2. Магнезиев окис ч.з.а.
- 3.3. Антипенителна емулсия (напр. силикон).
- 3.4. Сярна киселина 0,1 N.
- 3.5. Разтвор на натриев хидроокис 0,1 N.
- 3.6. 0,3 % (т/о) разтвор на метилово червено в 95 %-/96 % етанол.

### 4. Уреди:

- 4.1. Смесител (барабанен): приблизително 35 - 40 об./мин.
- 4.2. Апарат за дестилация тип Кйелдал.

### 5. Процедура

10 g от пробата се претеглят с точност до 1 mg и заедно със 100 ml вода се поставят в градуирана колба от 200 ml. Разбъркват се в смесителя за около 30 минути. Добавят се 50 ml разтвор на трихлорооцетна киселина (3.1), обемът се допълва с вода, съдържанието силно се разклаща и се филтрира през нагънат филтър.

Взема се количество избистрен филтрат, подходящо за предполагаемото съдържание на летливи азотни основи (100 ml обикновено са достатъчни).

Разрежда се до 200 ml и се добавят 2 g магнезиев оксид (3.2) и няколко капки антипенителна емулсия (3.3). Разтворът трябва да бъде алкален при проба с лакмусова хартия; в противен случай се добавя магнезиев оксид (3.2). Около 150 ml от разтвора се дестилират в Кйелдал апарата и дестилатът се събира в ерленмайерова колба, съдържаща точно измерено количество (25 до 50 ml) сярна киселина 0,1 N (3.4). По време на дестилацията следва да се избягва прекомерното загряване на стените. Разтворът на сярна киселина се оставя да кипи две минути, след което се охлажда и излишъкът от сярна киселина се ретитрува с разтвора на натриев хидроокис 0,1 N (3.5) при наличието на индикатора от метилово червено (3.6).

Провежда се контролен опит по същата процедура, но без проба за анализ.

## **6. Изчисляване на резултатите**

1 ml  $H_2SO_4$  0,1 N съответства на 1,7 mg амоняк.

Резултатът се представя като процент от пробата.

Повторяемост

Разликата между резултатите от две паралелни измервания, проведени върху една и съща проба, не бива да надвишава в относителна стойност 10 % амоняк.

## **III. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ОБЩОТО КОЛИЧЕСТВО ФОСФОР**

### **ФОТОМЕТРИЧЕН МЕТОД**

#### **1. Цел и обхват**

Този метод дава възможност да се определи общото съдържание на фосфор в храните за животни. Той е особено подходящ за анализ на продукти с ниско съдържание на фосфор. В някои случаи (при богати на фосфор продукти) може да се използва гравиметричен метод.

#### **2. Принцип**

Пробата се минерализира посредством сухо горене (за органични храни за животни) или киселинно разтваряне (за минерални смеси и течни храни за животни), след което се поставя в киселинен разтвор. Разтворът се обработва с молибденово-ванадатен реагент. Оптичната плътност на така образувания жълт разтвор се измерва със спектрофотометър при 430 nm.

#### **3. Реагенти**

3.1. Калциев карбонат ч.з.а..

3.2. Солна киселина ч.з.а., d: 1,1 (приблизително 6 N).

3.3. Азотна киселина ч.з.а., d: 1,045.

3.4. Азотна киселина ч.з.а., d: 1,38 - 1,42.

3.5. Сярна киселина ч.з.а., d: 1,84.

3.6. Молибденово-ванадатен реагент: В градуирана колба от 1 l се смесват 200 ml разтвор на амониев хептамолибдат (3.6.1), 200 ml разтвор на амониев монованадат (3.6.2) и 134 ml азотна киселина (3.4). Обемът се допълва с вода.

3.6.1. Разтвор на амониев хептамолибдат: в гореща вода се разтварят 100 g амониев хептамолибдат ч.з.а.  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ . Добавят се 10 ml амоняк (d: 0,91) и обемът се допълва до 1 l с вода.

3.6.2. Разтвор на амониев монованадат: 2,35 g амониев монованадат ч.з.а.  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  се разтварят в 400 ml гореща вода. При постоянно бъркане бавно се добавят 20 ml разрежена азотна киселина (7 ml  $\text{HNO}_3$  (3.4) + 13 ml  $\text{H}_2\text{O}$ ) и обемът се допълва до 1 l с вода.

3.7. Стандартен разтвор от 1 mg фосфор на ml: 4,387 g калиев двуводорен фосфат ч.з.а.  $\text{K}_2\text{HPO}_4$  се разтварят във вода. Обемът се допълва до 1 l с вода.

#### **4. Уреди**

4.1. Кварцови или порцеланови тигли за опепеляване.

4.2. Електрическа муфелна пещ с термостат, настроен на 550 °C.

4.3. Колба тип Кйелдал с обем 250 ml.

4.4. Градуирани колби и прецизни пипети.

4.5. Спектрофотометър.

4.6. Епруветки с приблизителен диаметър 16 mm и запушалки, степенувани до диаметър 14,5 mm; вместимост: 25 - 30 ml.

#### **5. Процедура**

5.1. Приготвяне на разтвора

Според вида проба разтворът се приготвя по начина, указан в 5.1.1 или 5.1.2.

### 5.1.1. Обикновена процедура

1 g или повече от пробата се претеглят с точност до 1 mg. Контролната проба се поставя в колба тип Кйелдал, добавят се 20 ml сярна киселина (3.5), колбата се разклаща с цел веществото напълно да се импрегнира с киселина и да се предотврати полепването по стените ѝ; сместа се загрява и се поддържа да кипи в продължение на 10 минути. Остава се да изстине леко, добавят се 2 ml азотна киселина (3.4), леко се нагрива, остава се да изстине леко, добавя се още малко азотна киселина (3.4) и отново се довежда до точката на кипене. Тази процедура се повтаря до получаване на безцветен разтвор. Последният се охлажда, добавя се малко вода, течността се прелива в градуирана колба с обем 500 ml, като Кйелдаловата колба се изплаква с гореща вода. Остава се да изстине, след което обемът се допълва с вода и разтворът се хомогенизира и филтрира.

5.1.2. Проби, съдържащи органични вещества и свободни от калций и магнезиеви двуводородни фосфати.

Около 2,5 g от пробата се претеглят с точност до 1 mg в съд за опепеляване. Контролната проба се бърка до пълно смесване с 1 g калциев карбонат (3.1). Опепелява се в пещта при температура  $550^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  до получаване на бяла или сива пепел (малко количество въглен не е от значение). Пепелта се пресипва в мензура с обем 250 ml. Добавят се 20 ml вода и солна киселина (3.2), докато престане отделянето на газ. Добавят се още 10 ml солна киселина (3.2). Мензурата се поставя на пясъчна баня и се оставя съдържанието ѝ да се сгъстява чрез изпарение, докато изсъхне, така че силицият да стане неразтворим. Остатъкът се разтваря отново в 10 ml азотна киселина (3.3) и се оставя да кипи на пясъчната баня 5 минути без да се изпарява до изсъхване. Течността се прелива в градуирана колба с обем 500 ml, като мензурата се изплаква няколко пъти с гореща вода. Остава се да изстине, след което обемът се допълва с вода и течността се хомогенизира и филтрира.

5.2. Получаване на оцветяването и измерване на оптичната плътност.

Аликвотна част от филтратата, получен по 5.1.1 или 5.1.2, се разрежда до получаване на фосфорна концентрация, не по-висока от 40 mg/ml. 10 ml от този разтвор се поставят в епруветка (4.6), след което се добавят 10 ml молибденово-ванадатен реагент (3.6). Сместа се хомогенизира и се оставя да престои най-малко 10 минути на температура  $20^{\circ}\text{C}$ . Оптичната плътност се измерва в спектрофотометър при 430 nm спрямо разтвор, получен чрез добавяне на 10 ml от молибденово-ванадатния реагент (3.6) към 10 ml вода.

5.3. Калибровъчна крива

От стандартния разтвор (3.7) се приготвят разтвори, съдържащи съответно 5, 10, 20, 30 и 40 mg фосфор на ml. Вземат се по 10 ml от всеки от тези разтвори и към тях се добавят по 10 ml молибденово-ванадатен реагент (3.6). Хомогенизират се и се оставят да престоят най-малко 10 минути на температура  $20^{\circ}\text{C}$ . Измерва се

оптичната плътност, както е указано в 5.2.

Калибровъчната крива се очертава, като различните стойности на оптична плътност се нанасят спрямо съответните количества фосфор. За концентрации между 0 - 40 mg/ml кривата е линейна.

## **6. Изчисляване на резултатите**

Количеството фосфор в контролната проба се определя с помощта на калибровъчната крива.

Резултатът се представя като процент от пробата.

### **Повторяемост**

Разликата между резултатите от две паралелни измервания, проведени върху една и съща проба, не бива да надвишава:

3 % в относителна стойност за съдържание на фосфор под 5 %;

0,15 % в абсолютна стойност за съдържание на фосфор от 5 % или повече.

## **IV. ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪДЪРЖАНИЕТО НА НЕПРЕРАБОТЕНИ МАСЛА И МАЗНИНИ**

### **1. Цел и обхват**

Този метод дава възможност да се определи общото съдържание на непреработени масла и мазнини в храните за животни. Той не включва анализа на маслодайните семена и плодове, определен в Регламент 136/66/ЕИО на Съвета от 22 септември 1966 г. Определянето на съдържанието на мазнини в тези продукти е описано в приложение V към Регламент (ЕИО) № 1470/68 на Комисията от 23 септември 1968 г.

Може да се използва един от два метода в зависимост от вида храна за животни.

1.1. Метод А (извличане с етер): приложим за всички храни за животни, с изключение на посочените в 1.2.

1.2. Метод Б: приложим за онези храни за животни, при които е невъзможно пълно извличане на маслата и мазнините с диетилов етер без предварителна хидролиза, за храни за животни от животински произход, глутени, изсушен картофен пулп, изсушени утайки и отпадъци от варене и дестилиране, сушена мая, отпадъци от тестени изделия, хляб и готвени храни, млечни продукти и храни за животни с високо съдържание на такива продукти (поне 40 %), както и комбинирани храни за животни, обогатени с мазнини.

## 2. Принцип

2.1. Метод А: Маслата и мазнините се извличат с диетилов етер. Разтворителят се дестилира, след което остатъкът се изсушава и претегля.

2.2. Метод Б: Пробата се хидролизира със солна киселина, докато е гореща. Разтворът се охлажда и филтрира. Остатъкът се измива и изсушава, след което се извлича с диетилов етер по метод А.

## 3. Реагенти

3.1. Безводен диетилов етер,  $d: 0,720$ , точка на кипене:  $34,5^{\circ}\text{C}$ , фактически свободен от прекиси.

3.2. Безводен натриев сулфат ч.з.а.

3.3. Солна киселина 3N.

3.4. Филтриратор, напр. Кизелгур, Хифло-суперсел.

3.5. Въглероден тетрахлорид ч.з.а.

## 4. Уреди

4.1. Екстрактор тип Соклет или еквивалентен уред.

4.2. Защитен от експлодиране уред за загряване с температурен контрол.

4.3. Вакуумна пещ за сушене (с налягане, по-ниско от 100 Torr).

## 5. Процедура

5.1. Метод А: (виж 7.1)

5 g от пробата се претеглят с точност до 1 mg и се смесват с 2-3 g (или повече, при необходимост) безводен натриев сулфат (3.2). Сместа се поставя в екстракционна гилза, свободна от масла и мазнини, и се покрива със свободен от мазнини памучен тампон. (Смесването може да се извърши в гилзата.)

Гилзата се поставя в екстрактора (4.1) и се извършва екстракция (извличане) с диетилов етер (3.1) в продължение на шест часа. Ако се използва екстрактор тип Соклет, нагриването се регулира с оглед получаване на поне 15 източвания на час. Етерният екстракт се събира в суха, претеглена колба, съдържаща парчета пемза<sup>6</sup>.

---

<sup>6</sup> Ако е необходимо маслото или мазнината да бъдат подложени на последващи тестове за качество, парчетата пемза се заместват със стъклени мъниста.



Етерът се дестилира и остатъкът от изпаряването се суши във вакуумната пещ за сушене (4.3) в продължение на час и половина при температура 75°C. Охлажда се в ексикатора, след което се претегля. Отново се суши в продължение на 30 минути, за да се гарантира, че теглото на маслото и мазнината е постоянно (загубата на тегло трябва да бъде по-малка от 1 mg).

## 5.2. Метод Б

2,5 g от пробата се претеглят с точност до 1 mg (виж 7.2) и се поставят в мензура с обем 400 ml или в колба тип Ерленмайер с обем 300 ml. Добавят се 100 ml солна киселина 3 N (3.3) и парчета пемза. Мензурата се покрива с часовниково стъкло или към ерленмайеровата колба се прикрепва кондензатор за отливаните количества. Сместа се загрява до лек кипеж на слаб огън и се оставя така в продължение на един час, като не се позволява на продукта да полепва по стените на съда.

Когато маслото или мазнината следва да преминат през последващи тестове за качество, елементите на пемзата се заменят със стъклени мъниста. Съдържанието се охлажда, добавя се количество филтратор (3.4), достатъчно, за да се предотврати загубата на масло или мазнина по време на филтрирането. Сместа се филтрира през навлажнена, свободна от мазнини двойна филтърна хартия. Остатъкът се измива със студена вода до прекратяване на киселинната реакция. Проверява се дали филтратът не съдържа масла или мазнини. Тяхното наличие във филтратата указва, че преди извършването на хидролиза пробата следва да се извлече с диетилов етер по метода, указан в 5.1.

Двойната филтърна хартия, съдържаща сухия остатък, се поставя върху часовниково стъкло и се суши в продължение на час и половина във пещта при температура 95 °C – 98 °C.

Двойната филтърна хартия и сухият остатък се поставят в екстракционна гилза, прави се извличане с диетилов етер и се процедира съобразно втори абзац на 5.1.

## 6. Изчисляване на резултатите

Резултатът се представя като процент от пробата.

### Повторяемост

Разликата между резултатите от две паралелни измервания, проведени върху една и съща проба, не бива да надвишава 0,3 % масло или мазнина.

## 7. Забележки

7.1 За продукти с високо съдържание на масла и мазнини, които трудно се

раздробяват или са неподходящи за извличане на хомогенна редуцирана контролна проба, се процедира, както следва: 20 g от пробата се претеглят с точност до 1 mg и се смесват с 10 g или повече безводен натриев сулфат (3.2). Извлича се с диетилов етер (3.1), както е указано в 5.1. Полученият екстракт се допълва до обем 500 ml с въглероден тетрахлорид (3.5) и сместа се хомогенизира. Вземат се 50 ml от разтвора и се поставят в малка, суха претеглена колба, съдържаща парчета пемза<sup>7</sup>. Разтворителят се дестилира и се изсушава, след което се процедира, както е указано в последния параграф на 5.1. Разтворителят се елиминира от екстрактния остатък в гилзата и остатъкът се раздробява на частици с размер 1 mm. Продуктът се поставя обратно в екстракционната гилза (не се добавя натриев сулфат), извлича се с диетилов етер, след което се процедира, както е указано във втори и трети параграфи на 5.1.

Резултатът се изчислява като процент от пробата, като се взема предвид алиquotната част, употребена при първото извличане. Използва се следната формула:

$$(10 a + b) \times 5 ,$$

където:

a = етерен екстракт от алиquotната част след първото извличане в грама;

b = етерен екстракт след второто извличане в грама.

7.2. За продукти с ниско съдържание на масла и мазнини контролната проба може да се увеличи на 5 g.

---

<sup>7</sup> Ако е необходимо маслото или мазнината да бъдат подложени на последващи тестове за качество, парчетата пемза се заместват със стъклени мъниста.