

ДИРЕКТИВА 93/28/ЕИО НА КОМИСИЯТА

от 4 юни 1993 година

**относно изменение на приложение I към Трета директива 72/199/ЕИО,
относно установяване на методи на Общността за анализ за целите на
официалния контрол на храните за животни**

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската икономическа общност,

като взе предвид Директива 70/373/ЕИО от 20 юли 1970 г. относно въвеждане на методи на Общността за вземане на проби и анализ за официален контрол върху храните за животни¹, последно изменена с Акта за присъединяване на Португалия и Испания², и по-специално член 2 от нея,

като има предвид, че Трета директива 72/199/ЕИО на Комисията от 27 април 1972 г. относно установяване на методи на Общността за анализ за целите на официалния контрол на храните за животни³ последно изменена с Директива 84/4ЕИО⁴, уточнява методите, използвани за определяне на суров белтък;

като има предвид, че методите следва да се изменят, за да отразяват напредъка в научно-техническия прогрес; като има предвид, че по-специално следва да се имат предвид разпоредбите на Директива 80/1107/ЕИО на Съвета от 27 ноември 1980 г. относно защитата на работниците от рискове, свързани с излагане на химични, физични и биологични агенти по време на работа⁵, изменена с Директива 88/642/ЕИО⁶, по-специално тези относно превенцията на излагането на въздействието на живака и неговите съединения;

като има предвид, че следователно е необходимо да се премахне живака и живачния окис от списъка на катализаторите, които се използват при метода за определяне на общите количества суров белтък;

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

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

¹ ОВ L 170, 3. 8.1970 г., стр. 2.

² ОВ L 302, 15.11.1985 г., стр. 23.

³ ОВ L 123, 29.5.1972 г., стр. 6.

⁴ ОВ L 15, 18.1.1984 г., стр. 28.

⁵ ОВ L 327, 3.12.1980 г., стр. 8.

⁶ ОВ L 356, 24.12.1988 г., стр. 74.

Член 1

Приложение I към Директива 72/199/ЕИО, се изменя в съответствие с приложението към настоящата директива.

Член 2

Държавите-членки въвеждат в сила необходимите закони, подзаконови и административни разпоредби, за да се съобразят с настоящата директива, считано от 1 юли 1994 г. Те незабавно информират Комисията за това.

Когато държавите-членки приемат тези разпоредби, в тях се съдържа позоваване на настоящата директива или то се извършва при официалното им публикуване. Условиата и редът на позоваване се определят от държавите-членки.

Член 3

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 4 юни 1993 година.

За Комисията:
René STEICHEN
Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ

Раздел 2 от приложение I (Определяне на общото количество суров белтък) се заменя с:

„2. ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ОБЩОТО КОЛИЧЕСТВО СУРОВ БЕЛТЪК.

1. Цел и обхват - методът дава възможност да се определи общото количество суров белтък в храните за животни на базата на азотно съдържание, определяно по метода на Kjeldahl.

2. Принцип - пробата се изварява със сярна киселина, в присъствие на катализатор. Серният разтвор се алкализирa с разтвор на натриев хидроксид. Амонякът се дестилира и събира в мерно количество сярна киселина, излишъкът от която се титрира със стандартен разтвор на натриев хидроксид.

3. Реагенти:

3.1. Калиев сулфат

3.2. Катализатор: меден оксид (II) или меден сулфат пентахидрат, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

3.3. Гранулиран цинк.

3.4. Сярна киселина, $\rho_{20}=1,84 \text{ g/ml}$.

3.5. Сярна киселина $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0,5 \text{ mol/l}$

3.6. Сярна киселина $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0,1 \text{ mol/l}$

3.7. Метил червен индикатор; разтваря се 300 mg червен метил в 100 ml етанол, $s=95-96 \text{ \% (v/v)}$

3.8. Разтвор на натриев хидроксид (Трябва да се използва техническо качество) $V=40 \text{ g/100 ml (т/в:40 \%)}$.

3.9. Разтвор на натриев хидроксид $c=0,25 \text{ ml/l}$.

3.10. Разтвор на натриев хидроксид $c=0,1 \text{ mol/l}$.

3.11. Гранулиран камък пемза, измит в солна киселина и запален.

3.12. Ацетанилид ($m.p.=114 \text{ }^\circ\text{C}$, $N=10,36 \text{ \%}$)

3.13. Захароза (без азот).

4. Апарат.- подходящ за кипене, дистиляция и титрация, по процедурата на Kjeldahl

5. Процедура

5.1. Кипене - Отмерва се 1 g от пробата с точност 0,001 g и да се прехвърли пробата в колбата на апарата за кипене. Прибавя се 15 g натриев сулфат (3.1), подходящо количество катализатор (3.2) (от 0,3 до 0,4 меден оксид (II) или от 0,9 до 1,2 g меден сулфат пентахидрат II), 25 ml сярна киселина (3.4) и няколко гранули пемзен камък (3.11) и да се разбърка. Колбата се нагрива първоначално бавно, като от време на време се бърка, докато масата се карбонизира и изчезне пяната; след това се нагрива по-интензивно докато течността изцяло закипи. Нагриването е подходящо, ако врящата киселина се кондензира по стените на колбата. Внимава се стените да не прегреят и органични частички да не прилепват към тях. Когато Разтворът се избистри и стане бледозелен, продължава да се вари още два часа, след това се оставя, за да се охлади.

5.2. Дестилация - Внимателно се добавя достатъчно вода, за да се осигури пълно разтваряне на сулфатите. Охлажда се и след това се прибавят няколко гранули цинк. (3.3). Постава се в събирателната колба на апарата за дистиляция точно измерено количество 25 ml сярна киселина (3.5) или (3.6) в зависимост от предполагаемото съдържание на азот. Добавят се няколко капки червен метилов индикатор (3.7). Колбата за кипене се свързва към кондензатора на дистиляционния апарат и се потапя края на кондензатора в течността от събирателната колба на дълбочина поне 1 cm (виж наблюдение 8.3). Бавно се изсипва 100 ml разтвор от натриев хидроксид (3.8) в колбата за кипене, без загуба на амоняк (виж наблюдение 8.1). Колбата се нагрива докато амоняка се диститира.

5.3. Титрация - Излишното количество сярна киселина в събирателната колба се титрира с разтвор от натриев нидроксид (3.9) или (3.10), в зависимост от концентрацията на използваната сярна киселина, докато се достигне крайната точка.

5.4. Контролен тест

В потвърждение на това, че реагентите не съдържат азот, се извършва контролен тест (кипене, дистиляция, титрация) с 1 g захароза (3.13) вместо пробата.

6. Калкулиране на резултатите

Съдържанието на общото количество белтък се извършва по следната формула:

$$(V_0 - V_1) \times c \times 0,014 \times 100 \times 6,25$$

m където,

V₀= обемът (ml) на NaOH (3.9 или 3.10) използван в теста с контролната проба

V₁=обемът (ml) на NaOH (3.9 или 3.10) използван в титрацията на пробата

c =Концентрацията (mol/l) на натриев хидроксид (3.9 или 3.10).

m =Масата (g) на пробата.

7. Сверяване, проверка на метода

7.1. Повторяемост

Разликата между резултатите от двете паралелни определяния, извършвани с една и съща проба не трябва да превишават:

- 0,2 % в абсолютна стойност, за съдържанието на общ белтък по-малко от 20 %
- 1,0 % отнесен към по-високата стойност, за съдържанието на общ белтък от 20 % до 40 %;
- 0,4 % в абсолютна стойност, за съдържанието на общ белтък повече от 40 %.

7.2. Точност

Анализът (кипене, дистиляция, титрация) да се извършва с от 1,5 до 2,0 g ацетанилид (3.12) в присъствието на 1 g захароза (3.13); 1 g ацеталинид консумира 14,80 ml сярна киселина (3.5) Възвращаемостта (оползотворяването) трябва да бъде поне 99 %.

8. Наблюдение

8.1. Апаратът трябва да бъде от ръчен, полуавтоматичен или автоматичен тип. Ако апаратът изисква прехвърляне между стъпките на кипенето и дестилацията, то трансферът трябва да се извърши без загуба. Ако колбата на дистиляционния апарат не е снабдена с капкомерна фунийка, се добавя натриев хидроксид веднага преди свързването на колбата с кондензатора, като течността се изсипва бавно по стените.

8.2. Ако кипящото вещество се втвърди, отново се започва определянето с по-големи количества сярна киселина. (3.4) отколкото е указано по-горе.

8.3. За продукти с ниско съдържание на азот, обемът на сярната киселина (3.6), който трябва да се постави в събирателната колба, може да се намали, ако е необходимо до 10 или 15 ml и да се добави до 25 ml с вода.”