371L0393

20.12.71 EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS OFFICIELLA TIDNING Nr L 279/7

KOMMISSIONENS ANDRA DIREKTIV

av den 18 november 1971

om gemenskapsmetoder för analys vid den officiella foderkontrollen

(71/393/EEG)

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR ANTAGIT DETTA DIREKTIV

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska ekonomiska gemenskapen,

med beaktande av rådets direktiv av den 20 juli 1970([1]) om införande av gemenskapsmetoder för provtagning och analys vid den officiella foderkontrollen, särskilt artikel 2 i detta, och

med beaktande av följande:

I det ovan nämnda direktivet krävs att den officiella foderkontrollen skall ske med gemenskapsmetoder för provtagning och analys i syfte att kontrollera att fodret uppfyller de krav på kvalitet och sammansättning som fastlagts i bestämmelser i lagar och andra författningar.

I kommissionens direktiv 71/250/EEG av den 15 juni 1971([2]) har redan ett antal gemenskapsmetoder för analys fastställts. Det arbete som därefter utförts motiverar att en andra sammanställning av metoder nu antas.

De åtgärder som beslutas om i detta direktiv är förenliga med Ständiga foderkommitténs yttrande.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Medlemsstaterna skall kräva att analyser vid den officiella foderkontrollen i fråga om vattenhalt, flyktiga kväveföreningar, total fosfor, råoljor och råfetter utförs med de metoder som beskrivs i bilagan till detta direktiv.

De allmänna bestämmelser som återfinns i del 1 (Inledning) av bilagan till kommissionens första direktiv 71/250/EEG av den 15 juni 1971 om gemenskapsmetoder för analys vid den officiella foderkontrollen skall tillämpas på de metoder som beskrivs i bilagan till det här direktivet.

Artikel 2

Medlemsstaterna skall sätta i kraft de lagar och andra författningar som är nödvändiga för att följa detta direktiv senast den 1 januari 1973. De skall genast underrätta kommissionen om detta.

Artikel 3

Detta direktiv riktar sig till medlemsstaterna.

Utfärdat i Bryssel den 18 november 1971.

På kommissionens vägnar

Franco M. MALFATTI

Ordförande

([1]) EGT nr L 170, 3.8.1970, s. 2.
([2]) EGT nr L 155, 12.7.1971, s. 13.

BILAGA

I. BESTÄMNING AV VATTENHALT

1. Syfte och räckvidd

Med denna metod kan vattenhalten i foder bestämmas. Den kan inte tillämpas vid analys av mjölkprodukter som används som oblandat foder, analys av mineralämnen och blandningar som till större delen består av mineralämnen eller analys av oljehaltiga frön och frukter enligt definitionen i rådets förordning nr 136/66/EEG(1) av den 22 september 1966 om den gemensamma organisationen av marknaden för oljor och fetter.

Bestämning av vattenhalten i oljehaltiga frön och frukter beskrivs i bilaga 3 till kommissionens förordning (EEG) nr 1470/68(2) av den 23 september 1968 om provtagning och reduktion av prover och om bestämning av oljehalt, föroreningar och fukt i oljefröer.

2. Princip

Provet torkas på det sätt som anges för det aktuella foderslaget. Massaförlusten bestäms genom vägning. Då det gäller fast foder med hög vattenhalt är det nödvändigt att utföra en förberedande torkning.

3. Utrustning

3.1 Kross av ej vattenabsorberande material som skall vara lätt att rengöra, tillåta snabb och jämn krossning utan nämnvärd värmeutveckling, så långt möjligt förhindra kontakt med omgivande luft och motsvara de krav som anges i 4.1.1 och 4.1.2 (t.ex. mikrokrossar med hammare eller vattenkylning, utfällbara trattkvarnar, låghastighets- eller kugghjulskrossar).

3.2 Analysvåg med en noggrannhet av 0,5 mg.

3.3 Torra behållare av metall som inte fräts eller av glas och med lock som medger lufttät förslutning. Arbetsytan skall göra det möjligt att sprida ut provet med cirka 0,3 g/cm^2.

3.4 Elektrisk isotermisk ugn (± 1 °C) med tillfredsställande ventilation och möjlighet till snabb temperaturändring(3).

3.5 Reglerbar elektrisk vakuumugn med oljepump och antingen en mekanism för tillförsel av varm, torkad luft eller ett torkmedel (t.ex. kalciumoxid).

3.6 Exsickator med tjock perforerad metall- eller porslinsplatta och med ett effektivt torkmedel.

4. Utförande

OBS! De operationer som beskrivs i detta avsnitt måste utföras omedelbart efter det att provförpackningarna öppnats. Minst två parallella analyser måste utföras.

---

(1) EGT nr 172, 30.9.1966, s. 3025/66.
(2) EGT nr L 239, 28.9.1968, s. 2.
(3) För torkning av spannmål, mjöl och gröpe måste ugnen ha en sådan värmekapacitet att den, om den förinställts på 13 °C, återtar denna temperatur på mindre än 45 minuter efter det att ett maximalt antal prov har placerats i den för samtidig torkning. Ventilationen måste vara sådan att om så många prov av vanligt vete som ryms i den torkas under två timmar, resultatet skiljer sig med mindre än 0,15 % från det som erhålls efter fyra timmars torkning.

4.1 *Preparering*

4.1.1 *Andra foder än sådana som behandlas i 4.1.2 och 4.1.3*

Ta minst 50 g av provet. Krossa eller sönderdela, om detta är nödvändigt, så att varje skillnad i vattenhalt undviks (se 6).

4.1.2 *Spannmål och gröpe*

Ta minst 50 g av provet. Mal till partiklar som till minst 50 % passerar genom en sikt med en maskvidd av 0,5 mm och som lämnar högst 10 % återstod på en rundmaskig sikt med en maskvidd av 1 mm.

4.1.3 *Foder i flytande form eller pastaform samt foder som till större delen består av oljor och fetter*

Ta cirka 25 g av provet, väg upp med en noggrannhet av 10 mg, tillsätt lämplig mängd vattenfri sand som vägts med en noggrannhet av 10 mg och blanda tills en homogen massa erhålls.

4.2 *Torkning*

4.2.1 *Andra foder än sådana som behandlas i 4.2.2 och 4.2.3*

Väg en behållare (3.3) med lock med en noggrannhet av 0,5 mg. Väg upp cirka 5 g av provet med en noggrannhet av 1 mg i den vägda behållaren och fördela det jämnt. Placera behållaren utan lock i ugnen som förvärmts till 103 °C. Sätt in behållaren i ugnen så snabbt som möjligt så att ugnstemperaturen inte sjunker alltför mycket. Låt torka under fyra timmar räknat från det att ugnstemperaturen åter stigit till 103 °C. Sätt på nytt locket på behållaren, ta ut denna ur ugnen, låt svalna under 30–45 minuter i exsickatorn (3.6) och väg med en noggrannhet av 1 mg.

Foder som till större delen består av oljor och fetter skall torka i ugnen under ytterligare 30 minuter vid 103 °C. Skillnaden i vattenhalt mellan de båda vägningarna får inte överstiga 0,1 %.

4.2.2 *Spannmål, mjöl och gröpe*

Väg en behållare (3.3) med lock med en noggrannhet av 0,5 mg. Väg upp cirka 5 g av det krossade provet med en noggrannhet av 1 mg i den vägda behållaren och fördela det jämnt. Placera behållaren utan lock i ugnen som förvärmts till 130 °C. Sätt in behållaren i ugnen så snabbt som möjligt så att ugnstemperaturen inte sjunker alltför mycket. Låt torka under två timmar räknat från det att ugnstemperaturen åter stigit till 130 °C. Sätt på nytt locket på behållaren, ta ut denna ur ugnen, låt svalna under 30–45 minuter i exsickatorn (3.6) och väg med en noggrannhet av 1 mg.

4.2.3 *Foderblandningar som innehåller mer än 4 % sackaros eller laktos; oblandade foder som t.ex. johannesbrödsfrön, hydrolyserade spannmålsprodukter, torkad betsnitsel, fiskavrens och melass; foderblandningar som innehåller mer än 25 % mineralsalter inklusive kristallvatten*

Väg en behållare (3.3) med lock med en noggrannhet av 0,5 mg. Väg upp cirka 5 g av provet med en noggrannhet av 1 mg i den vägda behållaren och fördela det jämnt. Placera behållaren utan lock i vakuumugnen (3.5) som förvärmts till mellan 80

och 85 °C. Sätt in behållaren i ugnen så snabbt som möjligt så att ugnstemperaturen inte sjunker alltför mycket.

Ställ in trycket på 100 torr och låt torka vid detta tryck under fyra timmar, antingen med en torr varmluftsström eller med hjälp av torkmedel (cirka 300 g till 20 prov). Om det senare alternativet väljs skall vakuumpumpen frånkopplas när det föreskrivna trycket har uppnåtts. Räkna torkningstiden från det att ugnstemperaturen åter har uppnått 80–85 °C. Återställ försiktigt det atmosfäriska trycket i ugnen. Öppna ugnen, sätt omedelbart lock på behållaren, ta ut den ur ugnen, låt svalna under 30–45 minuter i exsickatorn (3.6) och väg med en noggrannhet av 1 mg. Låt torka ytterligare 30 minuterä i vakuumugnen vid 80–85 °C och väg på nytt. Skillnaden i vattenhalt mellan de båda vägningarna får inte överstiga 0,1 %.

4.3 *Förberedande torkning*

4.3.1 *Andra foder än sådana som behandlas i 4.3.2*

Fasta foder med hög vattenhalt som försvårar krossning måste ges en förberedande torkning på följande sätt:

Väg upp 50 g *okrossat* prov med en noggrannhet av 10 mg (pellets och briketter kan delas grovt om så är nödvändigt) i en lämplig behållare (t.ex. en 20 x 12 cm aluminiumplåt med 0,5 cm upphöjd kant). Låt torka i ugn vid 60–70 °C tills vattenhalten har reducerats till mellan 8 och 12 %. Ta ut provet ur ugnen, låt svalna utan lock i laboratoriet under en timme och väg med en noggrannhet av 10 mg. Krossa provet omedelbart enligt 4.1.1 och torka enligt 4.2.1 eller 4.2.3 beroende på fodrets art.

4.3.2 *Spannmål*

Korn med en vattenhalt på över 17 % måste ges en förberedande torkning på följande sätt:

Väg upp 50 g *omalda* korn med en noggrannhet av 10 mg i en lämplig behållare (t.ex. en 20 x 12 cm aluminiumplåt med 0,5 cm upphöjd kant). Låt torka i ugn under 5–7 minuter vid 130 °C. Ta ut provet ur ugnen, låt svalna utan lock i laboratoriet under två timmar och väg med en noggrannhet av 10 mg. Mal omedelbart enligt 4.1.2 och torka enligt 4.2.2.

5. Resultatberäkning

Vattenhalten i procent av provet beräknas med följande formler:

5.1 *Torkning utan förberedande torkning*

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

där: E = provets ursprungliga massa i gram.

m = det torkade provets massa i gram.

5.2 *Torkning med förberedande torkning*

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

där: E = provets ursprungliga massa i gram.

M = provets massa i gram efter förberedande torkning.

M' = provets massa i gram efter krossning eller malning.

m = det torkade provets massa i gram.

5.3 *Repeterbarhet*

Skillnaden i vattenhalt mellan resultaten av två bestämningar som utförs parallellt på samma prov får inte överstiga 0,2 %.

6. **Anmärkning**

Om det visar sig nödvändigt att krossa provet och detta medför en iakttagbar förändring av vattenhalten, måste resultaten av analyserna av beståndsdelarna i fodret korrigeras på grundval av provets vattenhalt i ursprungligt skick.

II. BESTÄMNING AV FLYKTIGA KVÄVEFÖRENINGAR

A. MIKRODIFFUSION

1. **Syfte och räckvidd**

Med denna metod kan halten flyktiga kväveföreningar, uttryckt som ammoniak, bestämmas i foder.

2. **Princip**

Provet extraheras med vatten och lösningen klargörs och filtreras. De flyktiga kväveföreningarna förflyttas genom mikrodiffusion med kaliumkarbonatlösning, insamlas i borsyrelösning och titreras med svavelsyra.

3. **Reagens**

3.1 20-procentig triklorättiksyrelösning (vikt/volym).

3.2 Indikator: lös 33 mg bromkresolgrönt och 65 mg metylrött i 100 ml 95–96-procentig etanol (volym/volym).

3.3 Borsyrelösning: lös 10 g borsyra pa i en enliters mätkolv med 200 ml 95–96-procentig etanol (volym/volym) och 700 ml vatten. Tillsätt 10 ml indikator (3.2). Blanda och ändra, om så är nödvändigt, lösningens färg till ljusrött genom att tillsätta natriumhydroxidlösning. 1 ml av denna lösning fixerar maximalt 300 μg NH_3.

3.4 Mättad kaliumkarbonatlösning: lös 100 g kaliumkarbonat pa i 100 ml kokande vatten. Låt svalna och filtrera.

3.5 Svavelsyra 0,02 N.

4. **Utrustning**

4.1 Blandare (tumlare): cirka 35–40 varv i minuten.

4.2 Conwayceller av glas eller plast (se diagram).

4.3 Mikrobyretter graderade i 1/100 ml.

5. **Utförande**

Väg upp 10 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och överför det tillsammans med 100 ml vatten till en 200 ml mätkolv. Blanda i tumlaren under 30 minuter. Tillsätt 50 ml triklorättiksyrelösning (3.1), fyll på vatten till full volym, skaka om kraftigt och filtrera genom ett korrugerat filter.

Fyll med pipett 1 ml borsyrelösning (3.3) i den centrala delen av Conwaycellen och 1 ml av provfiltratet i cellens krona. Täck delvis med det infettade locket. Droppa snabbt 1 ml mättad kaliumkarbonatlösning (3.4) i kronan och tillslut locket lufttätt. Vrid cellen med försiktig horisontell rotation så att de två reagensen blandas. Låt inkubera antingen vid rumstemperatur under minst fyra timmar eller vid 40 °C under en timme.

Titrera med hjälp av en mikrobyrett (4.3) de flyktiga baserna i borsyrelösningen med svavelsyra 0,02 N (3.5).

Utför ett *blankprov* med samma metod men med uteslutande av analysprovet.

6. **Resultatberäkning**

1 ml H_2SO_4 0,02 N motsvarar 0,34 mg ammoniak.

Uttryck resultatet i procent av provet.

Repeterbarhet

Skillnaden mellan två parallella bestämningar som utförs på samma prov får inte överstiga

10 % i relativvärde för ammoniakhalter under 1,0 %,

0,1 % i absolutvärde för ammoniakhalter på 1,0 % eller högre.

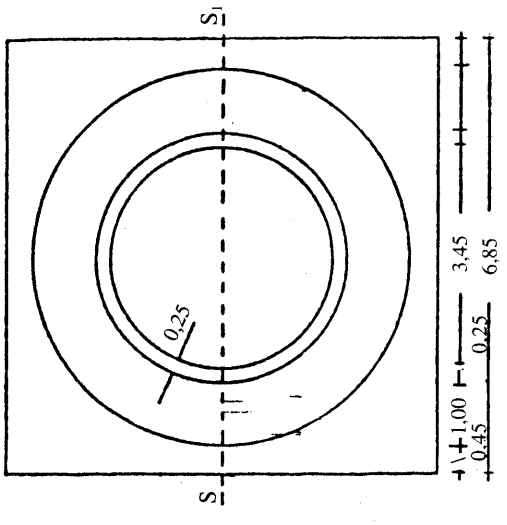
7. **Anmärkning**

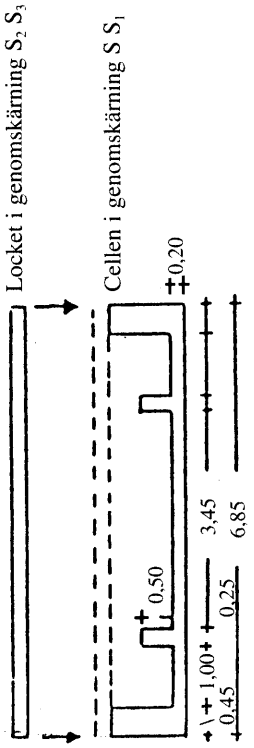
Om provets ammoniakhalt överstiger 0,6 % skall det ursprungliga filtratet spädas ut.

CONWAYCELL

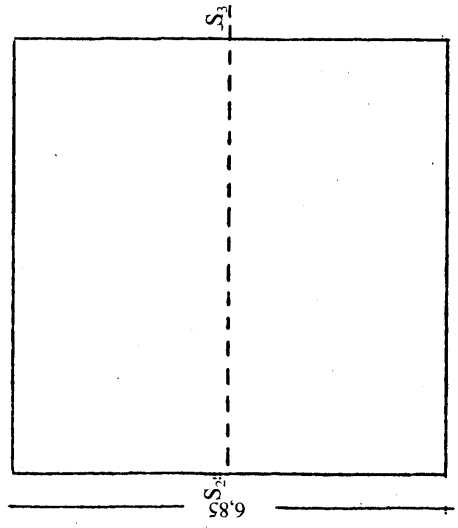
Skala 1:1

Cellen sedd framifrån





Locket, i matterat glas, sett framifrån



B. GENOM DESTILLATION

1. **Syfte och räckvidd**

Med denna metod kan halten flyktiga kväveföreningar, uttryckt som ammoniak, bestämmas i fiskmjöl som är i det närmaste ureafritt. Den kan endast användas vid ammoniakhalter under 0,25 %.

2. **Princip**

Provet extraheras med vatten och lösningen klargörs och filtreras. De flyktiga kväveföreningarna frigörs vid kokpunkten genom tillsats av magnesiumoxid och samlas in i en bestämd mängd svavelsyra. Överskottet svavelsyra återtitreras med natriumhydroxidlösning.

3. **Reagens**

3.1 20-procentig triklorättiksyrelösning (vikt/volym).

3.2 Magnesiumoxid pa.

3.3 Skumhämmande emulsion (t.ex. silikon).

3.4 Svavelsyra 0,1 N.

3.5 Natriumhydroxidlösning 0,1 N.

3.6 0,3-procentig metylröttlösning (vikt/volym) i 95–96-procentig etanol (volym/volym).

4. **Utrustning**

4.1 Blandare (tumlare): cirka 35–40 varv i minuten.

4.2 Destillationsapparat av Kjeldahltyp.

5. **Utförande**

Väg upp 10 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och placera det tillsammans med 100 ml vatten i en 200 ml mätkolv. Blanda i tumlaren under 30 minuter. Tillsätt 50 ml triklorättiksyrelösning (3.1), fyll på vatten till full volym, skaka om kraftigt och filtrera genom ett korrugerat filter.

Ta en mängd klart filtrat som är lämplig för den antagna halten flyktiga kväveföreningar (100 ml är vanligen lämpligt). Späd till 200 ml och tillsätt 2 g magnesiumoxid (3.2) och några droppar skumhämmande emulsion (3.3). Lösningen skall ge basisk reaktion på lackmuspapper; om så inte är fallet tillsätts något magnesiumoxid (3.2). Destillera cirka 150 ml av lösningen i Kjeldahlapparaten och överför destillatet till en Erlenmayerkolv som innehåller en noggrant uppmätt volym (25–50 ml) svavelsyra 0,1 N (3.4). Undvik att sidorna blir överhettade under destillationen. Koka svavelsyrelösningen under två minuter, kyl den och återtitrera överskottet svavelsyra med natriumhydroxidlösningen 0,1 N (3.5) och tillsammans med metylröttindikatorn (3.6).

Utför ett *blankprov* med samma metod men med uteslutande av analysprovet.

6. **Resultatberäkning** 1 ml H_2SO_4 0,1 N motsvarar 1,7 mg ammoniak.

Uttryck resultatet i procent av provet.

Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten av två parallella bestämningar som utförs på samma prov får inte överstiga 10 % ammoniak (relativvärde).

III. BESTÄMNING AV TOTAL FOSFOR

Fotometrisk metod

1. **Syfte och räckvidd**

Med denna metod kan halten total fosfor bestämmas i foder. Metoden är särskilt lämplig för analys av produkter med låg fosforhalt. I vissa fall (fosforrika produkter) kan en gravimetrisk metod användas.

2. **Princip**

Provet mineraliseras antingen genom torrförbränning (i fråga om organiska foder) eller genom förbränning med syra (i fråga om mineralföreningar och flytande foder) och läggs i en syralösning. Lösningen behandlas med molybdovanadatreagens. Den optiska densiteten hos den gula lösning som då bildas mäts i spektrofotometer vid 430 nm.

3. **Reagens**

3.1 Kalciumkarbonat pa.

3.2 Saltsyra pa, d: 1,1 (cirka 6 N).

3.3 Salpetersyra pa, d: 1,045.

3.4 Salpetersyra pa, d: 1,38–1,42.

3.5 Svavelsyra pa, d: 1,84..

3.6 Molybdovanadatreagens: blanda 200 ml ammoniumheptamolybdatlösning (3.6.1), 200 ml ammoniumvanadatlösning (3.6.2) och 134 ml salpetersyra (3.4) i en enliters mätkolv. Fyll på vatten till full volym.

3.6.1 Ammoniumheptamolybdatlösning: lös upp 100 g ammoniumheptamolybdat pa, $(NH_4)_6$ Mo-O_{24}.4 H_2O, i varmvatten. Tillsätt 10 ml ammoniak (d: 0,91) och fyll på vatten till en liter.

3.6.2 Ammoniumvanadatlösning: lös upp 2,35 g ammoniumvanadat pa, NH_4VO_3, i 400 ml varmvatten. Tillsätt långsamt under ständig omrörning 20 ml utspädd salpetersyra (7 ml HNO_3 (3.4) + 13 ml H_2O) och fyll på vatten till en liter.

3.7 Standardfosforlösning 1 mg/ml: lös upp 4,387 g kaliumdivätefosfat pa KH_2PO_4 i vatten. Fyll på vatten till en liter.

4. **Utrustning**

4.1 Föraskningsdeglar av kisel eller porslin.

4.2 Elektrisk muffelugn med termostaten inställd på 550 °C.

4.3 250 ml Kjeldahlkolv.

4.4 Mätkolvar och precisionspipetter.

4.5 Spektrofotometer.

4.6 Provrör, cirka 16 mm i diameter, med proppar, 14,5 mm i diameter; rymd: 25–30 ml.

5. **Utförande**

5.1 *Beredning av lösningen*

Lösningen bereds enligt 5.1.1 eller 5.1.2 beroende på provets art.

5.1.1 *Vanlig metod*

Väg upp 1 g eller mer av provet med en noggrannhet av 1 mg. Lägg provet i en Kjeldahlkolv, tillsätt 20 ml svavelsyra (3.5), skaka om så att substansen helt impregneras med syra och så att den inte fastnar vid kolvens väggar, upphetta och behåll vid kokpunkten under 10 minuter. Låt svalna något, tillsätt 2 ml salpetersyra (3.4), upphetta försiktigt, låt svalna något, tillsätt litet mer salpetersyra (3.4) och upphetta åter till kokpunkten. Upprepa detta förfarande tills en färglös lösning erhålls. Kyl, tillsätt litet vatten och häll över vätskan i en 500 ml mätkolv varvid Kjeldahlkolven sköljs med varmvatten. Låt svalna, fyll på vatten till full volym, homogenisera och filtrera.

5.1.2 *Prov som innehåller organiska ämnen och som är fria från kalcium- och magnesiumdivätefosfat*

Väg upp cirka 2,5 g av provet i en föraskningsdegel med en noggrannhet av 1 mg. Blanda provet fullständigt med 1 g kalciumkarbonat (3.1). Föraska i ugnen vid 550 °C ± 5 °C tills en vit eller grå aska erhålls (visst inslag av träkol har ingen betydelse).

Flytta askan till en 250 ml bägare. Tillsätt 20 ml vatten och saltsyra (3.2) tills skumningen upphör. Tillsätt ytterligare 10 ml saltsyra (3.2). Placera bägaren i sandbad och indunsta fullständigt så att kiseln blir olöslig. Lös åter upp återstoden i 10 ml salpetersyra (3.3) och koka på sandbadet under fem minuter utan fullständig indunstning. Häll över vätskan i en 500 ml mätkolv genom att upprepade gånger skölja bägaren med varmvatten. Låt svalna, fyll på vatten till full volym, homogenisera och filtrera.

5.2 *Färgutveckling och mätning av optisk täthet*

Späd ut en del av det filtrat som erhållits enligt 5.1.1 eller 5.1.2 så att en fosforhalt av högst 40 µg/ml erhålls. Häll 10 ml av denna lösning i ett provrör (4.6) och tillsätt 10 ml molybdovanadatreagens (3.6). Homogenisera och låt stå i minst 10 minuter vid 20 °C. Mät den optiska tätheten i spektrofotometer vid 430 mm mot en lösning av 10 ml molybdovanadatreagens (3.6) i 10 ml vatten.

5.3 *Kalibreringskurva*

Av standardlösningen (3.7) bereds lösningar som innehåller 5, 10, 20, 30 respektive 40 µg fosfor per ml. Ta 10 ml av var och en av dessa lösningar och tillsätt 10 ml molybdovanadatreagens (3.6). Homogenisera och låt stå i minst 10 minuter vid 20 °C. Mät den optiska tätheten enligt anvisningarna i 5.2.

Rita kalibreringskurvan genom att markera de optiska tätheterna vid motsvarande kvantitet fosfor. Vid koncentrationer mellan 0 och 40 µg/ml är kurvan lineär.

6. **Resultatberäkning**

Bestäm mängden fosfor i provet med hjälp av kalibreringskurvan.

Uttryck resultatet i procent av provet.

Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten av två parallella bestämningar som utförs på samma prov får inte överstiga

3 % (relativvärde) vid fosforhalter under 5 %,

0,15 % (absolutvärde) vid fosforhalter på 5 % eller mer.

IV. BESTÄMNING AV RÅOLJOR OCH RÅFETTER

1. Syfte och räckvidd

Med denna metod kan halten råoljor och råfetter bestämmas i foder. Metoden täcker inte den analys av oljehaltiga frön och frukter som definieras i rådets förordning 136/66/EEG av den 22 september 1966. Bestämningen av oljehalten i sådana produkter beskrivs i bilaga 5 till kommissionens förordning (EEG) nr 1470/68 av den 23 september 1968.

Beroende på fodrets art används en av följande två metoder:

1.1 *Metod A* (extraktion med eter): tillämpas på alla foder utom sådana som nämns i 1.2.

1.2 *Metod B:* tillämpas på foder vilkas oljor och fetter inte kan extraheras fullständigt med dietyleter utan föregående hydrolys, foder av animaliskt ursprung, gluten, torkat potatismos, torkad bottensats och torkat avfall från bryggerier och destillerier, torkad jäst, avfall från kex, bröd och färdiglagad mat, mjölkprodukter och foder som till stor del (minst 40 %) består av sådana produkter samt fettberikade foderblandningar.

2. Princip

2.1 *Metod A:* Oljorna och fetterna extraheras med dietyleter. Lösningsmedlet destilleras och återstoden torkas och vägs.

2.2 *Metod B:* Det varma provet hydrolyseras med saltsyra. Lösningen kyls och filtreras. Återstoden sköljs och torkas samt extraheras med dietyleter enligt metod A.

3. Reagens

3.1 Vattenfri dietyleter, d: 0,720, kokpunkt 34,5 °C, i det närmaste peroxidfri.

3.2 Vattenfritt natriumsulfat pa.

3.3 Saltsyra 3 N.

3.4 Filtermedel, t.ex. kiselgur, Hyflo-supercel.

3.5 Koltetraklorid pa.

4. Utrustning

4.1 Soxhletutrustning eller motsvarande.

4.2 Explosionssäker upphettningsutrustning med temperaturkontroll.

4.3 Vakuumtorkugn (mindre än 100 torr).

5. Utförande

5.1 *Metod A:* (se 7.1)

Väg upp 5 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och blanda med 2–3 g (eller mer, om så är nödvändigt) vattenfritt natriumsulfat (3.2). Lägg blandningen i en extraktionshylsa som är fri från oljor och fetter och täck med en tuss fettfri bomull. (Blandningen kan utföras i hylsan.)

Placera hylsan i extraktionsutrustningen (4.1) och extrahera med dietyleter (3.1) under sex timmar. Om utrustning av Soxhlettyp används skall värmen regleras så att minst 15 förångningar per timme erhålls. Samla eterextraktet i en torr, vägd kolv med pimpstensskärvor([1]).

([1]) Om oljan eller fettet skall genomgå därpå följande kvalitetstester ersätts pimpstensskärvorna med glaspärlor.

Destillera etern och torka återstoden efter förångningen under en och en halv timme i vakuumtorkugnen (4.3) vid 75 °C. Kyl i en exsickator och väg. Torka återigen under 30 minuter för att kontrollera att oljans och fettets vikt förblir konstant (viktförlusten måste vara mindre än 1 mg).

5.2 *Metod B:*

Väg upp 2,5 g av provet med en noggrannhet av 1 mg (se 7.2) och placera det i en 400 ml bägare eller en 300 ml Erlenmayerkolv. Tillsätt 100 ml saltsyra 3 N (3.3) och pimpstensskärvor. Täck bägaren med ett klockglas eller anslut en återloppskylare till Erlenmayerkolven. Koka upp blandningen lätt över svag låga eller på kokplatta och behåll den där under en timme. Se till att produkten inte fastnar på behållarens innerväggar.

Kyl och tillsätt så mycket filtermedel (3.4) att inte någon olja eller något fett förloras under filtreringen. Filtrera genom fuktat, fettfritt, dubbelt filtrerpapper. Skölj återstoden i kallt vatten tills syrareaktionen upphör. Kontrollera att filtratet inte innehåller olja eller fett. Skulle så vara fallet, betyder det att provet måste extraheras med dietyleter enligt den metod som anges i 5.1 före hydrolys.

Placera det dubbla filtrerpapperet som innehåller återstoden på ett klockglas och torka i ugnen vid 95–98 °C under en och en halv timme.

Placera det dubbla filtrerpapperet och den torkade återstoden i en extraktionshylsa, extrahera med dietyleter och fortsätt enligt anvisningarna i 5.1 andra stycket.

6. **Resultatberäkning**

Uttryck resultatet i procent av provet.

Repeterbarhet

Skillnaden mellan två parallella bestämningar som utförs på samma prov får inte överstiga 0,3 % olja eller fett.

7. **Anmärkningar**

7.1 Om produkterna har hög olje- och fetthalt och är svåra att krossa eller om det inte går att avskilja ett homogent prov för analys, används följande metod: Väg upp 20 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och blanda med 10 g eller mer vattenfritt natriumsulfat (3.2). Extrahera med dietyleter (3.1) enligt anvisningarna i 5.1. Tillsätt koltetraklorid (3.5) till det erhållna extraktet till en sammanlagd volym av 500 ml och homogenisera. Ta 50 ml av lösningen och häll den i en torr och vägd liten kolv som innehåller pimpstensskärvor([1]). Destillera lösningsmedlet, torka och fortsätt enligt anvisningarna i 5.1 sista stycket. Avlägsna lösningsmedlet från den återstod som finns kvar i hylsan efter extraktionen och krossa detta till 1 mm stora partiklar. Placera åter produkten i extraktionshylsan (tillsätt inte natriumsulfat), extrahera med dietyleter och fortsätt enligt anvisningarna i 5.1 andra och tredje stycket.

Beräkna resultatet i procent av provet med utnyttjande av den del som användes vid den första extraktionen och med följande formel:

$$(10\ a + b) \cdot 5$$

där

a = eterextrakt i gram av analysprovet efter första extraktionen,

b = eterextrakt i gram efter andra extraktionen.

7.2 Om produkterna har låg olje- och fetthalt, kan analysprovet utökas till 5 g.

([1]) Om oljan eller fettet skall genomgå därpå följande kvalitetstester ersätts pimpstensskärvorna med glaspärlor.