II

(Actos cuya publicación no es una condición para su aplicabilidad)

COMISIÓN

DIRECTIVA 92/89/CEE DE LA COMISIÓN

de 3 de noviembre de 1992

por la que se modifica el Anexo I de la cuarta Directiva 73/46/CEE por la que se determinan métodos de análisis comunitarios para el control oficial de los alimentos para animales

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Vista la Directiva 70/373/CEE del Consejo, de 20 de julio de 1970, relativa a la introducción de métodos para la toma de muestras y de métodos de análisis comunitarios para el control oficial de la alimentación animal (1), modificada en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 3768/85 (2), y, en particular, su artículo 2,

Considerando que la cuarta Directiva 73/46/CEE de la Comisión (3), modificada por la Directiva 81/680/CEE (4), prescribe el método que debe utilizarse para la determinación de la fibra bruta;

Considerando que conviene adaptar dicho método a la evolución de los conocimientos científicos y técnicos; que es conveniente, en particular, tener en cuenta las disposiciones de la Directiva 80/1107/CEE del Consejo, de 27 de noviembre de 1980, sobre la protección de los trabajadores contra los riesgos relacionados con la exposición a agentes químicos, físicos y biológicos durante el trabajo (5), cuya última modificación la constituye la Directiva 88/642/CEE (6), y, en particular, las medidas adoptadas para prevenir la exposición al amianto;

Considerando que es, por tanto, necesario sustituir el empleo de amianto por filtros de vidrio sinterizados al proceder a las operaciones de filtrado;

Considerando que las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité permanente de la alimentación animal,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Artículo 1

El Anexo I de la Directiva 73/46/CEE será modificado de conformidad con el Anexo de la presente Directiva.

Artículo 2

Los Estados miembros adoptarán las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para cumplir la presente Directiva, a más tardar, el 1 de octubre de 1993. Informarán inmediatamente de ello a la Comisión.

Cuando los Estados miembros adopten dichas disposiciones, éstas harán referencia a la presente Directiva o irán acompañadas de dicha referencia en su publicación oficial. Los Estados miembros establecerán las modalidades de la mencionada referencia.

Artículo 3

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 3 de noviembre de 1992.

Por la Comisión

Ray MAC SHARRY

Miembro de la Comisión

(1) DO nº L 170 de 3. 8. 1970, p. 2.
(2) DO nº L 362 de 31. 12. 1985, p. 8.
(3) DO nº L 83 de 30. 3. 1973, p. 21.
(4) DO nº L 246 de 29. 8. 1981, p. 32.
(5) DO nº L 327 de 3. 12. 1980, p. 8.
(6) DO nº L 356 de 24. 12. 1988, p. 74.

ANEXO

El texto del Anexo I, punto 3 « Determinación de fibra bruta » se sustituye por el texto siguiente :

« **DETERMINACIÓN DE LA FIBRA BRUTA**

1. **Objeto y campo de aplicación**

Este método permite determinar en los piensos las substancias orgánicas libres de grasas e insolubles en medio ácido y alcalino, convencionalmente denominadas fibra bruta.

2. **Principio**

La muestra, en su caso desengrasada, se trata sucesivamente con soluciones en ebullición de ácido sulfúrico e hidróxido de potasio, de concentraciones determinadas. Se separa el residuo por filtración mediante filtro de vidrio sinterizado, se lava, se seca, se pesa y se calcina a una temperatura comprendida entre 475 y 500 °C. La pérdida de peso debida a la calcinación corresponde a la fibra bruta de la muestra de ensayo.

3. **Reactivos**

3.1. Ácido sulfúrico, c = 0,13 mol/l.

3.2. Agente antiespumante (por ejemplo, n-octanol).

3.3. Coadyuvante de filtración Celite 545 o equivalente, calentado a 500 °C durante cuatro horas (véase 8.6).

3.4. Acetona.

3.5. Éter de petróleo ligero — intervalo de ebullición 40-60 °C.

3.6. Ácido clorhídrico, c = 0,5 mol/l.

3.7. Solución de hidróxido de potasio, c = 0,23 mol/l.

4. **Aparatos**

4.1. Aparatos de calentamiento para la digestión con ácido sulfúrico o solución de hidróxido de potasio, equipado con un soporte para el crisol filtrante (4.2) y con un tubo de salida provisto de un grifo para hacer el vacío y evacuar el líquido y, en su caso, con aire comprimido para aplicar contrapresión. Cada día, antes de su utilización, calentarlo previamente con agua hirviendo durante cinco minutos.

4.2. Crisol filtrante de vidrio, de 50 ml, con una placa filtrante de vidrio sinterizado fundido, de porosidad comprendida entre 40 y 90 µm. Antes de utilizarlo por primera vez, calentar a 500 °C durante algunos minutos y enfriar (8.6).

4.3. Columna resistente a la ebullición, de 270 ml como mínimo, con condensador de reflujo.

4.4. Estufa de secado con termostato.

4.5. Horno de mufla, con termostato.

4.6. Aparato de extracción en frío, compuesto por un soporte para el crisol filtrante (4.2) y un tubo de descarga provisto de un grifo para hacer vacío y evacuar el líquido.

4.7. Juntas de conexión para unir el aparato de calentamiento (4.1), el crisol (4.2) y la columna (4.3) y conectar el extractor de frío (4.6) y el crisol.

5. **Procedimiento**

Pesar 1 g de muestra con una aproximación de 1 mg, en su caso previa preparación (véase 8.1, 8.2 y 8.3), y ponerlo en un crisol (4.2) y añadir un gramo de coadyuvante de filtración (3.3).

Acoplar el aparato de calentamiento (4.1) y el crisol filtrante (4.2), y unir a continuación la columna (4.3) y el crisol. Poner en el vaso 150 ml de ácido sulfúrico (3.1) calentado previamente hasta el punto de ebullición y añadir algunas gotas de antiespumante (3.2) en caso necesario. Llevar el líquido a ebullición en 5 ± 2 minutos y dejar hervir enérgicamente durante 30 minutos exactos.

Abrir el grifo del tubo de descarga (4.1) y filtrar al vacío el ácido sulfúrico a través del crisol filtrante. Lavar tres veces al vacío el residuo del crisol filtrante utilizando 30 ml de agua hirviendo cada vez. Después de cada lavado, secar el residuo del filtro de aspiración.

Cerrar el grifo de salida y añadir a la columna 150 ml de solución de hidróxido de potasio (3.7) hirviendo. Añadir unas gotas de antiespumante (3.2). Llevar el líquido a ebullición en 5 ± 2 minutos y dejar hervir enérgicamente durante 30 minutos exactos. Filtrar el residuo y lavar tal como se ha indicado para el tratamiento con ácido sulfúrico.

Después del último lavado, secar el residuo por aspiración, desconectar el crisol y su contenido y conectarlo al extractor de frío (4.6). Aplicar vacío y lavar tres veces el residuo, en el crisol utilizando 25 ml de acetona cada vez, secándolo por aspiración después de cada lavado.

Secar el crisol filtrante a 130 °C en la estufa hasta alcanzar un peso constante. Después de cada secado, enfriar en el desecador y pesar rápidamente. Colocar a continuación el crisol en el horno de mufla y calcinar el contenido a una temperatura comprendida entre 475 y 500 °C durante 30 minutos como mínimo.

Después de cada calcinación, enfriar, primero en el horno y después en el desecador, antes de pesar.

Realizar una prueba en blanco sin la muestra. La pérdida de peso debida a la calcinación no debe exceder de 4 mg.

6. **Cálculo de los resultados**

El contenido de fibra bruta en porcentaje de la muestra se expresa por la fórmula:

$$\frac{(b-c) \times 100}{a}$$

a = masa de la muestra en g,

b = pérdida de masa por calcinación del residuo de la muestra después de secar a 130 °C,

c = pérdida de masa por calcinación del residuo de la prueba en blanco después de secar a 130 °C.

7. **Repetibilidad**

La diferencia entre dos determinaciones paralelas llevadas a cabo en la misma muestra no deben exceder:

— 0,3 en valor absoluto para contenidos de fibra bruta inferiores al 10 %,

— el 3 % relativo al resultado más alto, para contenidos de fibra bruta iguales o superiores al 10 %.

8. **Observaciones**

8.1. Los piensos con un contenido de grasa bruta superior al 10 % deben desengrasarse con éter de petróleo (3.5) antes de efectuar su análisis. Conectar el crisol filtrante (4.2), con la muestra previamente pesada, al extractor de frío (4.6) y lavar tres veces al vacío utilizando 30 ml de éter de petróleo (3.5) cada vez. Secar la muestra por aspiración, conectar el crisol con su contenido al aparato de calentamiento (4.1) y continuar con arreglo al punto 5.

8.2. Los piensos que contengan grasas que no puedan extraerse directamente con éter de petróleo (3.5) deben desengrasarse con arreglo al punto 8.1 y someterse a un nuevo desengrasado después de haber sido tratados con ácido en ebullición.

Después del tratamiento con ácido en ebullición y del lavado, unir el crisol y su contenido al extractor de frío (4.6), lavar tres veces utilizando 30 ml de acetona cada vez y lavar a continuación otras tres veces utilizando 30 ml de éter de petróleo cada vez. Secar el filtro por aspiración y continuar el análisis con arreglo al punto 5, comenzando con el tratamiento con hidróxido de potasio.

8.3. Si los piensos contienen más de un 5 % de carbonatos, expresados en carbonato de calcio, conectar el crisol (4.2), con la muestra pesada, al aparato de calentamiento (4.1). Lavar la muestra tres veces con 30 ml de ácido clorhídrico (3.6). Después de cada adición, dejar reposar la muestra durante un minuto aproximadamente antes de filtrar. Lavar una vez con 30 ml de agua y seguir a continuación con arreglo al punto 5.

8.4. Si se utiliza una batería de aparatos (varios crisoles unidos al mismo aparato de calentamiento), no deben realizarse dos determinaciones de la misma muestra en la misma serie.

8.5. Si, después de la ebullición, resulta difícil filtrar las soluciones ácidas y alcalinas, introducir aire comprimido por el tubo de descarga del aparato de calentamiento y seguir filtrando a continuación.

8.6. Con objeto de alargar la duración de los crisoles filtrantes de vidrio, conviene que la temperatura de calcinación no supere los 500 °C. Asimismo, deben evitarse los cambios térmicos bruscos en los ciclos de calentamiento y enfriamiento.»