

Veevoeder - Ruw eiwit

INHOUD

1	Principe	3
2	Reagentia	3
3	Apparatuur	3
4	Werkwijze	4
4.1	<i>Ontsluiting</i>	4
4.2	<i>Destillatie</i>	4
4.3	<i>Titratie</i>	4
4.4	<i>Blancoproef</i>	4
5	Berekening van de resultaten	4
6	Referentie	5

1 PRINCIPE

Het gehalte aan ruw eiwit in diervoeders wordt bepaald op basis van het stikstofgehalte volgens de Kjeldahlmethode.

De analyses worden uitgevoerd op het verfijnde monster (< 1 mm) verkregen na monstervoorbehandeling zoals beschreven in BAM/deel 2/02.

Het monster wordt ontsloten met zwavelzuur in aanwezigheid van een katalysator. De zure oplossing wordt met een oplossing van natriumhydroxide basisch gemaakt. De ammoniak wordt overgedestilleerd en opgevangen in een geschikte absorptievloeistof, afhankelijk van de gekozen bepalingstechniek. De bepaling van het ammoniumgehalte kan uitgevoerd worden:

- door terugtitratie met een standaardoplossing van natriumhydroxide;
- volgens NBN EN ISO 11732:2005 Water quality -- Determination of ammonium nitrogen -- Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection;
- volgens ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method;
- volgens ISO 15923-1:2013 Water quality -- Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.

Deze procedure beschrijft de titrimetrische methode.

2 REAGENTIA

- kaliumsulfaat, K_2SO_4 ;
- katalysator: koper(II)oxide (CuO) of koper(II)sulfaatpentahydraat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$). Ook andere voor deze bepaling geschikte commercieel beschikbare katalysatoren zijn toegestaan;
- zinkkorrels;
- zwavelzuur $\rho_{20} = 1,84$ g/ml;
- zwavelzuur $c(H_2SO_4) = 0,5$ mol/l;
- zwavelzuur $c(H_2SO_4) = 0,1$ mol/l;
- methylrood-indicator: 300 mg methylrood oplossen in 100 ml ethanol, $\sigma = 95-96\%$ (v/v);
- natriumhydroxide-oplossing (m/v: 40%), technische kwaliteit is voldoende, $\beta = 40$ g/100 ml (m/v: 40%);
- natriumhydroxide-oplossing, $c = 0,25$ mol/l;
- natriumhydroxide-oplossing, $c = 0,1$ mol/l;
- puimsteenkorrels, met zoutzuur gewassen en gegloeid;
- acetanilide (sm.p. = $114^\circ C$; N = 10,36%);
- saccharose (vrij van stikstof).

3 APPARATUUR

Apparatuur die geschikt is voor het uitvoeren van ontsluiting, destillatie en titratie volgens de Kjeldahlmethode.

4 WERKWIJZE

4.1 ONTSLUITING

Weeg van het monster 1 g af, op 0,001 g nauwkeurig en breng dat in het recipiënt van de ontsluitingsapparatuur. Voeg daaraan 15 g kaliumsulfaat toe, een geschikte hoeveelheid katalysator (0,3 tot 0,4 g koper(II)oxide of 0,9 tot 1,2 g koper(II)sulfaatpentahydraat), 25 ml zwavelzuur (ρ20) en een paar puimsteenkorrels; meng het geheel. Verwarm het recipiënt eerst zacht onder af en toe zwenken, indien nodig, totdat de massa is verkoold en het schuim is verdwenen; verhit vervolgens krachtiger totdat de vloeistof regelmatig kookt. De verwarming is voldoende wanneer het kokende zuur tegen de wand van het recipiënt condenseert. Zorg ervoor dat de wand niet oververhit raakt en dat er geen organische stof aan gaat vastzitten. Kook nog twee uur nadat de oplossing helder en lichtgroen geworden is. Laat afkoelen.

4.2 DESTILLATIE

Voeg genoeg water toe om de sulfaten volledig op te lossen. Laat afkoelen, voeg enkele zinkkorrels toe.

Breng in de opvangkolf van de destillatieapparatuur een nauwkeurig afgemeten hoeveelheid van 25 ml zwavelzuur (0,5 mol/l of 0,1 mol/l), afhankelijk van het verwachte stikstofgehalte. Voeg enkele druppels methylrood toe.

Verbind het ontsluitingsrecipiënt met de koeler van het destillatieapparaat en zorg ervoor dat het uiteinde van de koelbuis zich ten minste 1 cm onder het vloeistofoppervlak in de opvangkolf bevindt. Giet langzaam 100 ml natriumhydroxideoplossing (40%) in het ontsluitingsrecipiënt, zonder ammoniakverlies.

Verwarm het recipiënt totdat alle ammoniak overgedestilleerd is.

4.3 TITRATIE

Titreer de overmaat zwavelzuur in de opvangkolf terug met natriumhydroxide-oplossing (0,25 mol/l of 0,1 mol/l) afhankelijk van de concentratie van het gebruikte zwavelzuur, totdat het eindpunt is bereikt.

4.4 BLANCOPROEF

Voer een blancoproef (ontsluiting, destillatie en titratie) uit met bijvoorbeeld 1 g saccharose in plaats van het monster.

5 BEREKENING VAN DE RESULTATEN

Bereken het gehalte aan ruw eiwit in % op vers monster met behulp van de volgende formule:

$$\frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0,014 \times 100 \times 6,25}{m}$$

waarbij:

V_0 : volume (in ml) NaOH (0,25 mol/l of 0,1 mol/l) verbruikt in de blancoproef;

V_1 : volume (in ml) NaOH (0,25 mol/l of 0,1 mol/l) verbruikt bij de titratie van het monster;

c: concentratie (mol/l) natriumhydroxide (0,25 mol/l of 0,1 mol/l);

m: massa (in g) van het monster.

6 REFERENTIE

- a. VERORDENING (EG) Nr. 152/2009 VAN DE COMMISSIE van 27 januari 2009 tot vaststelling van de bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle van diervoeders, bijlage III, deel C, <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/NL/TXT/PDF/?uri=CELEX:32009R0152&from=nl>
- b. ISO 5983-1 Animal feeding stuffs - Determination of nitrogen content and calculation of crude protein content - Part 1: Kjeldahl method.
- c. NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection.
- d. ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method.
- e. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.
- f. NEN 6604:2007 Water - Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie.