

Afdeling Algemene Chemie 1985-03-28
RAPPORT 85.27 Pr.nr. 505.2090

Onderwerp: Bepaling van het gehalte aan
 ruwe celstof in diervoeders.

Bijlagen: 4.

Verzendlijst: directeur, direktie VKA, sektorhoofd, afdeling AC (4x),
 medewerkers, projektbeheer, projekteider, circulatie,
 dr J.M. van der Meer (IVVO), prof. dr K. Ranfft (Techn.
 Universität München).

Project: Normalisatie/harmonisatie van onderzoekmethoden voor diervoeders.

Onderwerp: Bepaling van het gehalte aan ruwe celstof in diervoeders.

Bijlagen: 4.

Doel:

Onderzoek naar een alternatief voor de EEG-methode voor de bepaling van het gehalte aan ruwe celstof in diervoeders.

Samenvatting:

In het kader van de EEG-Werkgroep "Committee of Experts on Methods of Analysis for Feedingstuffs" wordt onderzoek verricht om te komen tot een onderzoekmethode welke kan dienen als vervanger voor de huidige EEG-methode L83-3, voor de bepaling van het gehalte aan ruwe celstof in diervoeders. Deze laatste methode is in nagenoeg alle EEG-landen niet meer acceptabel, vanwege het gebruik van asbest als filtermateriaal.

In het kader van een ringonderzoek is bij 5 monsters diervoeder het gehalte aan ruwe celstof bepaald met de EEG-methode L83-3 en de methode Tecator EG 2354/VI/82E, met reaktietijden van 25 en 30 minuten. Ter eigen informatie is besloten om de monsters eveneens te onderzoeken met de veelvuldig door het RIKILT toegepaste methoden NEN 3327 en Fibertec. Tevens zijn enkele analysecondities van de methode Tecator EG 2354/VI/82E (temperatuur reagentia, temperatuur apparaat en reaktietijd) bestudeerd.

Conclusie:

1. Vergelijking van de resultaten van EEG-methode L83-3 met die van de methode Tecator EG 2354/VI/82E laat zien, dat er geen wezenlijke verschillen tussen deze resultaten bestaan indien bij de laatste methode een reaktietijd van 25 minuten wordt toegepast.
2. Bij de methode Tecator EG 2354/VI/82E blijken een aantal analysecondities een duidelijke invloed te hebben op het verkregen gehalte aan ruwe celstof; dit geldt voor de reaktietijd, de temperatuur van de toegevoegde reagentia en de bedrijfstemperatuur van het gebruikte apparaat. Deze condities dienen dan ook gestandaardiseerd te zijn.
3. Vergelijking van de resultaten van de EEG-methode L83-3 met de op het RIKILT veelvuldig toegepaste methoden NEN 3327 en Fibertec geeft het volgende beeld: de resultaten van de methoden EEG L83-3 en NEN 3327 liggen op eenzelfde niveau. De methode Fibertec geeft voor 3 van de 5 onderzochte monsters beduidend lagere gehalten aan ruwe celstof.

Verantwoordelijk: drs N.G. van der Veen *AV*
Samenstellers : H.H.M. van de Worp, J.J.M. Driessen
Medewerkers : H. Bannink, R. Bovens, R. Coors, K. Strating
Projectleider : H.H.M. van de Worp *jel*

Inleiding:

Door de EEG-werkgroep "Committee of Experts on Methods of Analysis for Feedingstuffs" wordt al een aantal jaren onderzoek verricht om te komen tot een onderzoeksmethode welke kan dienen als vervanger voor de huidige EEG-methode L83-3, voor de bepaling van het gehalte aan ruw celstof in diervoeders (bijlage 1). Deze laatste methode is in nagenoeg alle EEG-landen niet meer acceptabel, vanwege het gebruik van asbest als filtermateriaal.

In een aantal ringonderzoeken zijn alternatieve methoden vergeleken met de EEG-methode L83-3, echter tot nu toe zonder bevredigend resultaat.

Sinds 1982 wordt bij deze ringonderzoeken ook de door Denemarken voorgestelde methode Tecator EG 2354/VI/82E betrokken (bijlage 4). Uit eerste ringonderzoeken bleek deze methode in het algemeen iets lagere resultaten te leveren dan de EEG-methode L83-3. Opmerkelijk lagere resultaten werden geconstateerd bij druivenpulp-, kokos- en palmpitprodukten.

De Duitse delegatie binnen de werkgroep heeft bij eigen experimenten vastgesteld, dat verkorting van de kooktijd bij de methode Tecator EG 2354/VI/82E leidt tot iets hogere resultaten. Het vermoeden werd geuit, dat een kortere kooktijd mogelijk ook de grote verschillen voor druivenpulp-, kokos- en palmpitprodukten goeddeels zou kunnen opheffen. In mei 1984 is dan ook door de werkgroep besloten om in een ringonderzoek de EEG-methode L83-3 te vergelijken met de methode Tecator EG 2354/VI/82E, waarbij voor deze laatste methode verschillende kooktijden dienen te worden toegepast.

Ter eigen informatie is besloten om de bij dit ringonderzoek betrokken monsters eveneens te onderzoeken met de veelvuldig door het RIKILT toegepaste methoden NEN 3327 en Fibertec (bijlagen 2 en 3).

Tevens zijn enkele analysecondities van de methode Tecator EG 2354/VI/82E (reagentiatemperatuur, bedrijfstemperatuur, apparaat en reaktietijd) bestudeerd.

2. Monstermateriaal

Door prof. dr K. Ranfft, werkzaam aan de Bayer Hauptversuchsanstalt für Landwirtschaft in Freising/Weißenstephan, zijn 5 monsters diervoeder voor onderzoek verzonden naar de deelnemers aan het ringonderzoek. Het betreft de volgende monsters:

monster 1: mengvoeder voor melkkoeien

monster 2: palmpitmeel

monster 3: kokosmeel

monster 4: mengvoeder voor varkens

monster 5: mengvoeder voor varkens.

3. Methoden van onderzoek

De 5 monsters zijn onderzocht met de volgende analysemethoden:

1. Methode EEG L83-3 (zie bijlage 1).

Bepaling van ruwe celstof.

Deze methode zal verder in dit rapport worden aangeduid als "methode EEG".

2. Methode NEN 3327 (zie bijlage 2).

Bepaling van het gehalte aan ruwe celstof volgens de zand-methode.

Deze methode zal verder in dit rapport worden aangeduid als "methode NEN".

3. Methode Fibertec (zie bijlage 3).

Bepaling van het gehalte aan ruwe celstof m.b.v. de Fibertec.

Deze methode zal verder in dit rapport worden aangeduid als "methode Fibertec".

4. Methode Tecator EG 2354/VI/82E (zie bijlage 4).

Determination of crude fibre, using glass filter crucibles for the filtering operations.

Deze methode zal verder in dit rapport worden aangeduid als "methode Tecator".

In afwijking echter van hetgeen in bijlage 4 staat vermeld is geen kooktijd van 30 minuten aangehouden. In de werkgroep is afgesproken de (reactie)tijd in te laten gaan op het moment van toevoeging van de hete reagentia.

In het kader van het ringonderzoek dienden reaktietijden te worden aangehouden van 25 en 30 minuten. Ter eigen informatie is een aantal analyses uitgevoerd met reaktietijden van 15 minuten en 45 minuten.

4. Benodigde apparatuur

De onder hoofdstuk 3 genoemde methoden EEG en NEN kunnen worden uitgevoerd met de normale laboratoriumapparatuur.

Voor de bepaling van het gehalte aan ruwe celstof volgens de methoden Fibertec en Tecator is gebruik gemaakt van het Fibertec System 1 van de firma Tecator, te weten de Heat-extractor 1010 en de Cold-extractor 1021 (zie figuur 1).

5. Resultaten en discussie

De afzonderlijke resultaten zijn opgenomen in de tabellen 1 tot en met 6 en zijn grafisch weergegeven in de figuren 2 tot en met 8.

5.1 Invloed reagentiatemperatuur bij methode Tecator

De bij deze methode gebruikte apparatuur heeft de mogelijkheid de temperatuur van de toe te voegen reagentia te variëren. Er zijn een aantal analyses uitgevoerd, waarbij de temperatuur varieerde van 84°C tot 91°C.

Bij een reagentiatemperatuur van 84°C kan het tot meer dan 10 minuten duren voordat de monsteroplossing kookt. Bij een reagentiatemperatuur van 91°C is de monsteroplossing juist binnen de in het voorschrift voorgeschreven 5 minuten aan de kook. Deze temperatuur dient dan ook als minimum te worden aangehouden.

De gevonden resultaten staan vermeld in tabel 1. In figuur 2 zijn de resultaten verkregen bij de reaktietijd van 30 minuten, grafisch weergegeven als functie van de reagentiatemperatuur. Een reaktietemperatuur van 25 minuten geeft hetzelfde beeld (tabel 1).

Het blijkt, dat een lagere reagentiatemperatuur in het algemeen leidt tot hogere gehalten aan ruwe celstof, hetgeen vooral bij de monsters 1, 2 en 3 duidelijk te zien is.

5.2 Invloed apparatuurtemperatuur bij methode Tecator

Bij het onderzoek van de monsters werd geconstateerd, dat bij een gelijke reagentiatemperatuur er duidelijk verschil was in de tijd die verliep voordat de monsteroplossing aan de kook was.

Bij nader onderzoek bleek het van belang te zijn of de analyse werd uitgevoerd met een koud apparaat of dat met het apparaat vlak ervoor reeds een serie analyses was uitgevoerd en het apparaat daardoor warm(er) was.

Een aantal monsters is na elkaar geanalyseerd met zowel een koud als een warm apparaat, echter met een gelijke reagentiatemperatuur van 91°C. Het onderzoek is uitgevoerd met reaktietijden van 25 en 30 minuten.

De resultaten staan vermeld in tabel 2.

Het blijkt, dat er een duidelijke invloed is van de temperatuur van het apparaat op het gehalte aan ruwe celstof. Deze invloed blijkt groter naarmate de reaktietijd korter is en het gehalte aan ruwe celstof hoger is.

Bij een reaktietijd van 25 minuten zijn de resultaten bij deze onderzochte monsters met een koud apparaat gemiddeld ca. 0,6% hoger; bij een reaktietijd van 30 minuten zijn de resultaten gemiddeld ca. 0,4% hoger.

Aangezien bij seriematig onderzoek van monsters de apparatuur uitsluitend bij de eerste serie koud is, is het noodzakelijk de apparatuur in dit geval volledig op bedrijfstemperatuur te brengen. Dit kan gebeuren door b.v. ca. 5 minuten te koken met water.

5.3 Invloed reaktietijd bij methode Tecator

Onder de reaktietijd wordt bij deze methode verstaan de tijd dat de heet toegevoegde reagentia de gelegenheid hebben om te reageren met het monstermateriaal.

Naast de ten behoeve van de ringtest toegepaste reaktietijden van 25 en 30 minuten is elk monster eveneens onderzocht met reaktietijden van 15 en 45 minuten. Hierbij is de reagentiatemperatuur konstant gehouden en de apparatuur op bedrijfstemperatuur geweest.

De resultaten staan vermeld in tabel 3. In figuur 3 zijn deze resultaten grafisch weergegeven, waarbij per monster het gemiddelde gehalte aan ruwe celstof is aangegeven bij de toegepaste reaktietijd.

Uit deze resultaten blijkt, dat bij een toename van de reaktietijd het gehalte aan ruwe celstof afneemt. Bij de monsters 2 en 3 wordt bij 45 minuten nog slechts ca. 60% teruggevonden van het gehalte aan ruwe celstof, gevonden bij een reaktietijd van 15 minuten; bij de monsters 1, 4 en 5 is dit percentage ca. 80%.

De Duitse bevindingen op dit punt worden dus bevestigd.

5.4 Vergelijking methode EEG met methode Tecator

De met de beide methoden gevonden resultaten staan in tabel 4 resp. tabel 3. In de figuren 4 tot en met 8 zijn deze resultaten en hun gemiddelden, per monster grafisch weergegeven.

De bevindingen uit vorige ringonderzoeken, dat bij een kooktijd van 30 minuten bij de methode Tecator lagere gehalten worden verkregen t.o.v. de methode EEG, worden in die zin bevestigd dat ook bij een reaktietijd van 30 minuten bij de methode Tecator de resultaten nog steeds lager zijn.

Verkorting van de reaktietijd tot 25 minuten levert voor de methode Tecator resultaten op, die niet wezenlijk verschillen van die verkregen met de methode EEG.

Opmerkelijk is het, dat zelfs de vrij grote verschillen in gehalten bij de monsters 2 en 3, die optreden tussen de methoden EEG en Tecator, te niet worden gedaan door deze verkorting van de reaktietijd.

5.5 Vergelijking methode EEG met de methoden NEN en Fibertec

De met de afzonderlijke methoden verkregen resultaten staan vermeld in de tabellen 4, 5 en 6.

In de figuren 4 tot en met 8 zijn deze resultaten en hun gemiddelden, per monster grafisch weergegeven.

Het blijkt, dat de resultaten van de methoden EEG en NEN op eenzelfde niveau liggen. De resultaten verkregen met de methode Fibertec zijn in het algemeen beduidend lager dan de resultaten van de beide andere methoden.

6. Conclusies

1. Vergelijking van de resultaten van de methode EEG met die van de methode Tecator laat zien, dat er geen wezenlijke verschillen tussen deze resultaten bestaan indien bij de laatste methode een reactietijd van 25 minuten wordt toegepast.
2. Vergelijking van de resultaten van de methode EEG met de op het RIKILT veelvuldig toegepaste methoden NEN en Fibertec geeft het volgende beeld: de resultaten van de methoden EEG en NEN liggen op eenzelfde niveau. De methode Fibertec geeft voor 3 van de 5 onderzochte monsters beduidend lagere gehalten aan ruwe celstof.
3. Bij de methode Tecator blijkt de reactietijd een duidelijke invloed te hebben op het verkregen gehalte aan ruwe celstof.
Verkorting van de reactietijd leidt in het algemeen tot hogere resultaten.
4. Bij de methode Tecator blijkt een duidelijke invloed van de temperatuur van de toegevoegde reagentia.
Een reagentiatemperatuur lager dan 91°C zal in het algemeen leiden tot hogere gehalten aan ruwe celstof.
5. Bij de methode Tecator blijkt een duidelijke invloed van de bedrijfstemperatuur van het gebruikte apparaat, bij toepassing van een Fibertec System 1 van de firma Tecator.
Met een koud apparaat worden in het algemeen hogere waarden verkregen dan met een apparaat waarmee kort ervoor een serie analyses is uitgevoerd.
Het is derhalve noodzakelijk de apparatuur volledig op bedrijfstemperatuur te brengen.

Tabel 1. Invloed temperatuur reagentia op het gehalte aan ruwe celstof (%)
bij methode Tecator EG 2354/VI/82E (reaktietijd 30 minuten).

Mons. nr.	Temp. reag. 84°C			Temp. reagentia 88°C				Temperatuur reagentia 91°C					
	1	2	gem.	1	2	3	gem.	1	2	3	4	5	gem.
1	14,8	14,6	14,7	14,1	13,8	14,3	14,1	14,1	13,8	14,0	14,0	14,1	14,0
2	16,0	16,6	16,3	15,0	14,6	15,0	14,9	15,0	14,6	14,9	14,4	14,5	14,7
3	23,4	22,6	23,0	22,4	21,7	23,2	22,4	22,4	21,7	22,2	21,9	21,7	22,0
4	8,9	8,8	8,8	8,6	8,6	8,9	8,7	8,6	8,6	8,9	8,8	9,0	8,8
5	5,4	5,3	5,4	5,4	5,2	5,5	5,4	5,4	5,2	5,4	5,3	5,3	5,4

Vervolg tabel 1. Invloed temperatuur reagentia op het gehalte aan ruwe celstof (%)
bij methode Tecator EG 2354/VI/82E (reaktietijd 25 minuten).

Mons. nr.	Temp. reag. 84°C			Temperatuur reagentia 91°C					
	1	2	gem.	1	2	3	4	5	gem.
1	15,5	14,8	15,2	14,8	14,4	14,2	14,6	14,5	14,5
2	18,7	16,7	17,8	16,9	16,3	15,6	16,3	16,2	16,3
3	26,6	23,6	25,1	24,2	23,4	24,4	23,5	24,2	23,9
4	9,4	8,9	9,2	9,4	8,9	9,0	9,0	8,6	9,0
5	5,5	5,5	5,4	5,5	5,4	5,3	5,3	5,4	5,4

Tabel 2. Invloed temperatuur apparaat op het gehalte aan ruwe celstof (%)
bij methode Tecator EG 2354/VI/82E (reagentiatemperatuur 91°C).

Mons. nr.	Reaktietijd in minuten	Koud app. 1	Warm app. 2	Vershil in % ruwe celstof 1-2
1	25	15,5	14,8	+0,7
	30	14,2	13,8	+0,4
2	25	18,7	16,9	+1,8
	30	15,0	14,6	+0,4
3	25	24,2	23,4	+0,8
	30	22,8	21,7	+1,1
4	25	9,4	8,9	+0,5
	30	8,8	8,6	+0,2
5	25	5,4	5,4	0,0
	30	5,4	5,3	+0,1

Tabel 3. Resultaten methode Tecator EG 2354/VI/82E, in % ruwe celstof

Mons. nr.	Reaktietijd 15 min.			Reaktietijd 25 minuten					
	1	2	gem.	1	2	3	4	5	gem.
1	16,5	16,9	16,7	14,8	14,4	14,2	14,6	14,5	14,5
2	19,5	21,0	20,2	16,9	16,3	15,6	16,3	16,2	16,3
3	28,7	30,8	29,8	24,2	23,4	24,4	23,5	24,2	23,9
4	9,4	9,6	9,5	9,4	8,9	9,0	9,0	8,6	9,0
5	6,1	6,2	6,2	5,5	5,4	5,3	5,3	5,4	5,4

Mons. nr.	Reaktietijd 30 minuten						Reaktietijd 45 min.		
	1	2	3	4	5	gem.	1	2	gem.
1	14,1	13,8	14,0	14,0	14,1	14,0	12,2	12,5	12,4
2	15,0	14,6	14,9	14,4	14,5	14,7	10,7	11,8	11,2
3	22,4	21,7	22,2	21,9	21,7	22,0	18,6	18,2	18,4
4	8,6	8,6	8,9	8,8	9,0	8,8	8,3	8,0	8,2
5	5,4	5,2	5,4	5,3	5,5	5,4	5,0	5,2	5,1

Tabel 4. Resultaten methode EEG L83-3, in % ruwe celstof

Monster nummer	Analyse 1	Analyse 2	Analyse 3	Analyse 4	Gemiddelde
1	14,4	15,2	14,5	14,2	14,6
2	16,2	16,6	16,2	15,5	16,1
3	23,7	23,9	24,1	23,8	23,9
4	8,6	9,4	8,8	8,8	8,9
5	5,1	5,5	5,1	5,3	5,2

Tabel 5. Resultaten methode NEN 3327, in % ruwe celstof

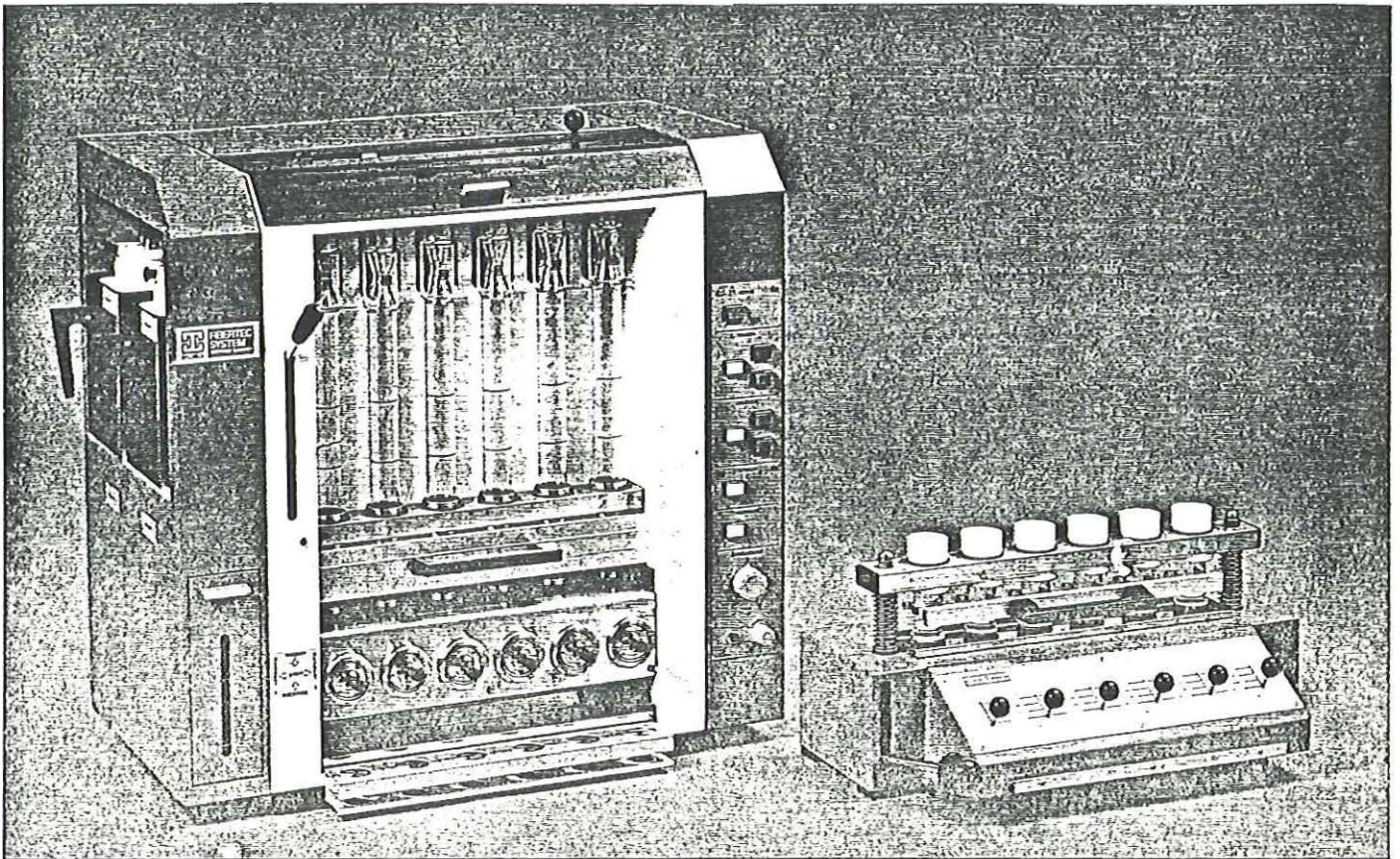
Monster nummer	Analyse 1	Analyse 2	Gemiddelde
1	14,3	14,0	14,2
2	16,1	15,8	16,0
3	23,0	23,6	23,3
4	8,4	8,4	8,4
5	5,3	5,4	5,4

Tabel 6. Resultaten methode Fibertec, in % ruwe celstof

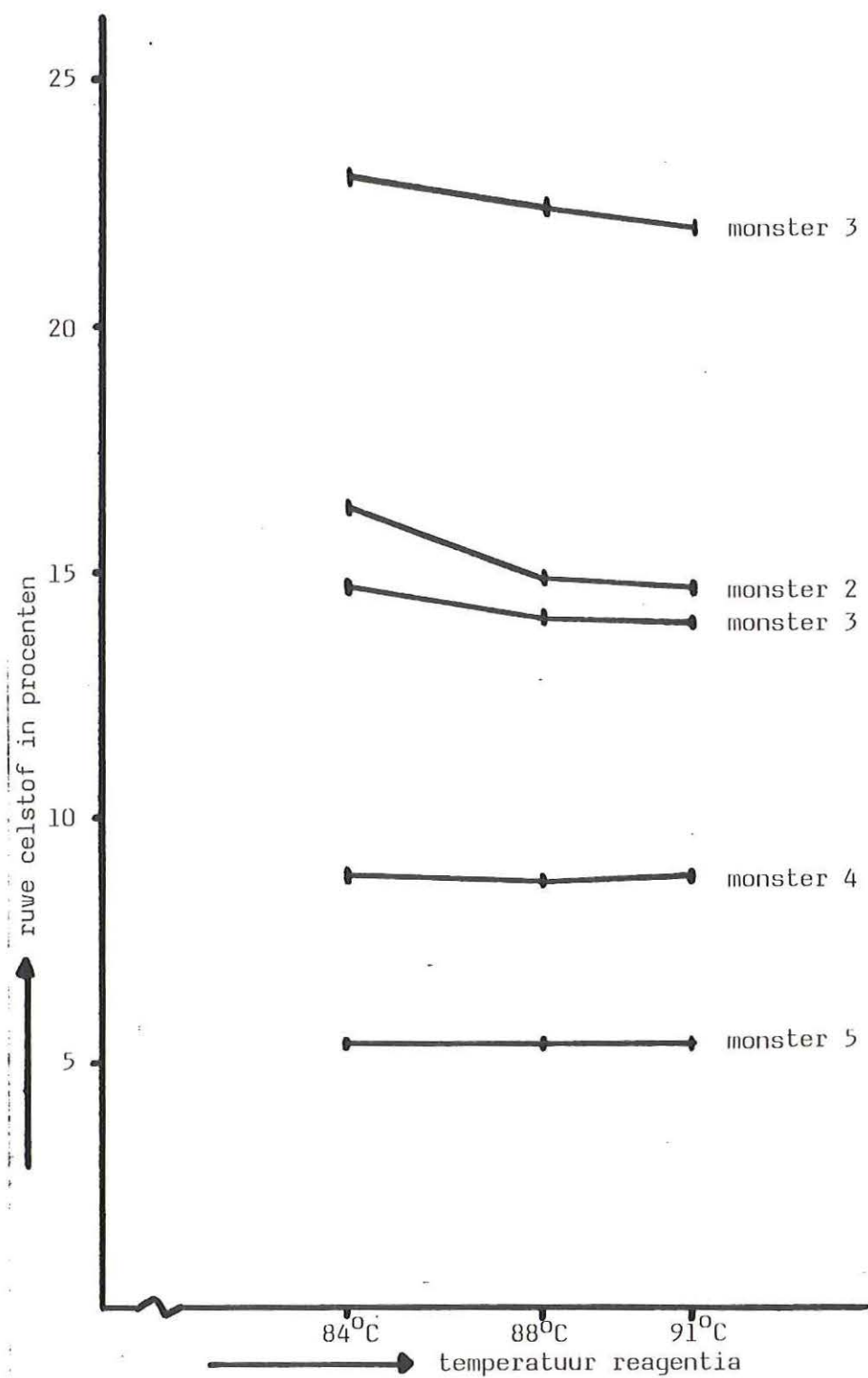
Monster nummer	Analyse 1	Analyse 2	Gemiddelde
1	12,9	13,3	13,1
2	12,7	13,0	12,9
3	19,9	20,7	20,3
4	8,0	8,2	8,1
5	5,0	5,2	5,1

Figuur 1. Fibertec System 1 van Tecator met de Heat-extractor 1010 (links) en de Cold-extractor 1021 (rechts).

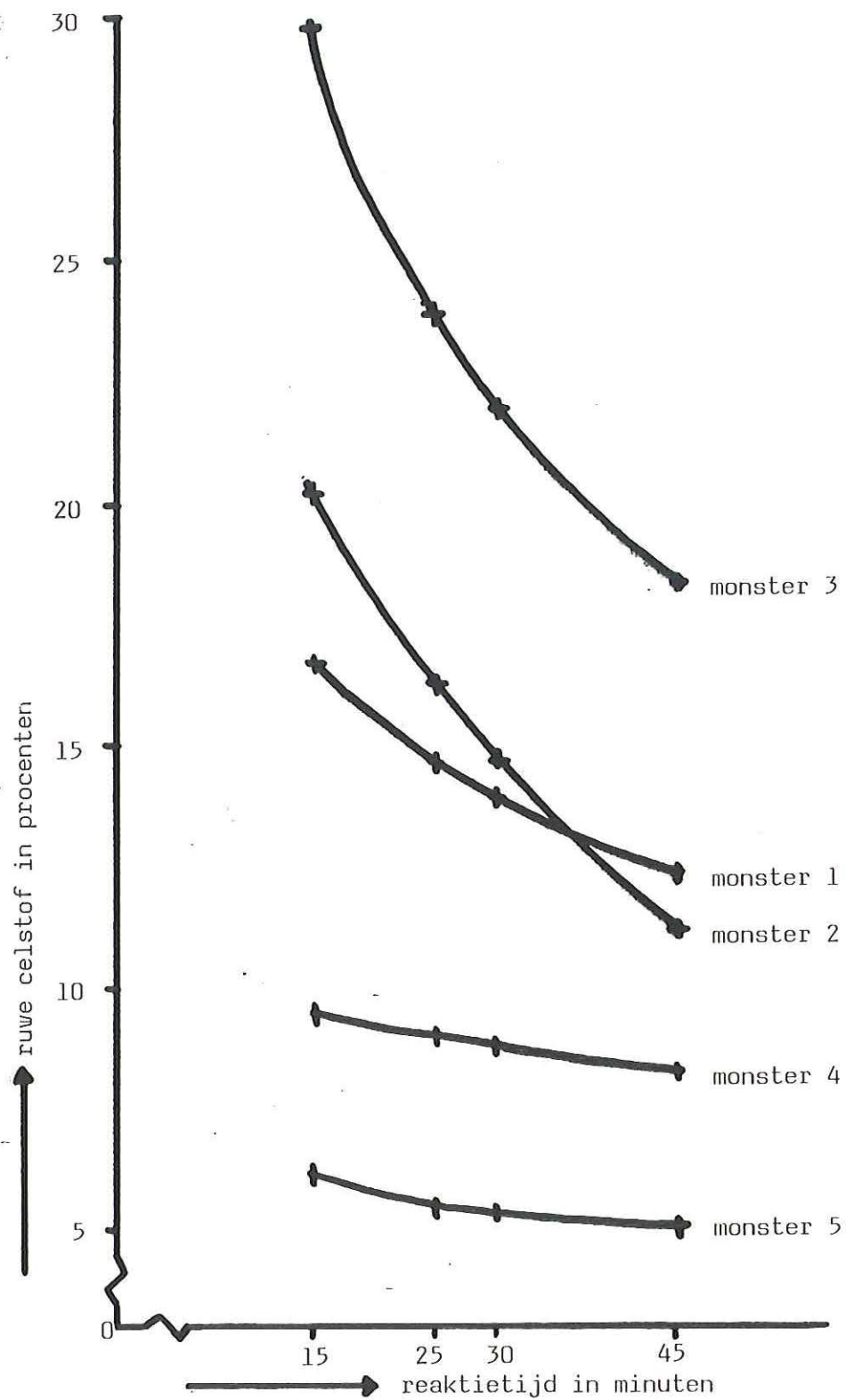
tecator **FIBERTEC[®]** **SYSTEM I**



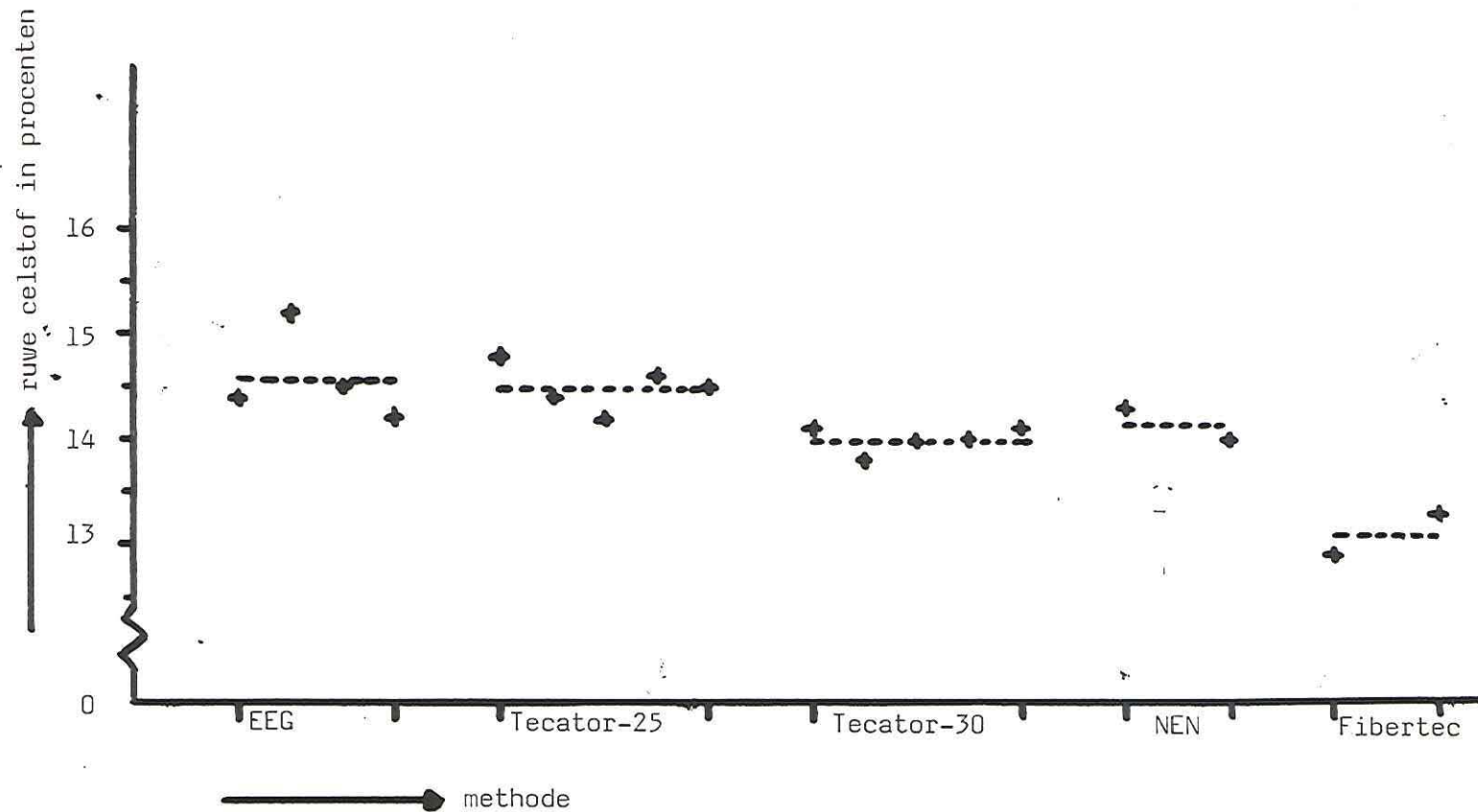
Semi-automated Extraction System for determination of Crude Fibre, Acid and Neutral Detergent Fibre, Dietary Fibre, Hemicellulose, Lignin and related parameters in plant materials, compound feed etc.



Figuur 2. Invloed temperatuur reagentia op gehalte van ruwe celstof bij methode EG 2354/VI/82E (reaktietijd 30 minuten)

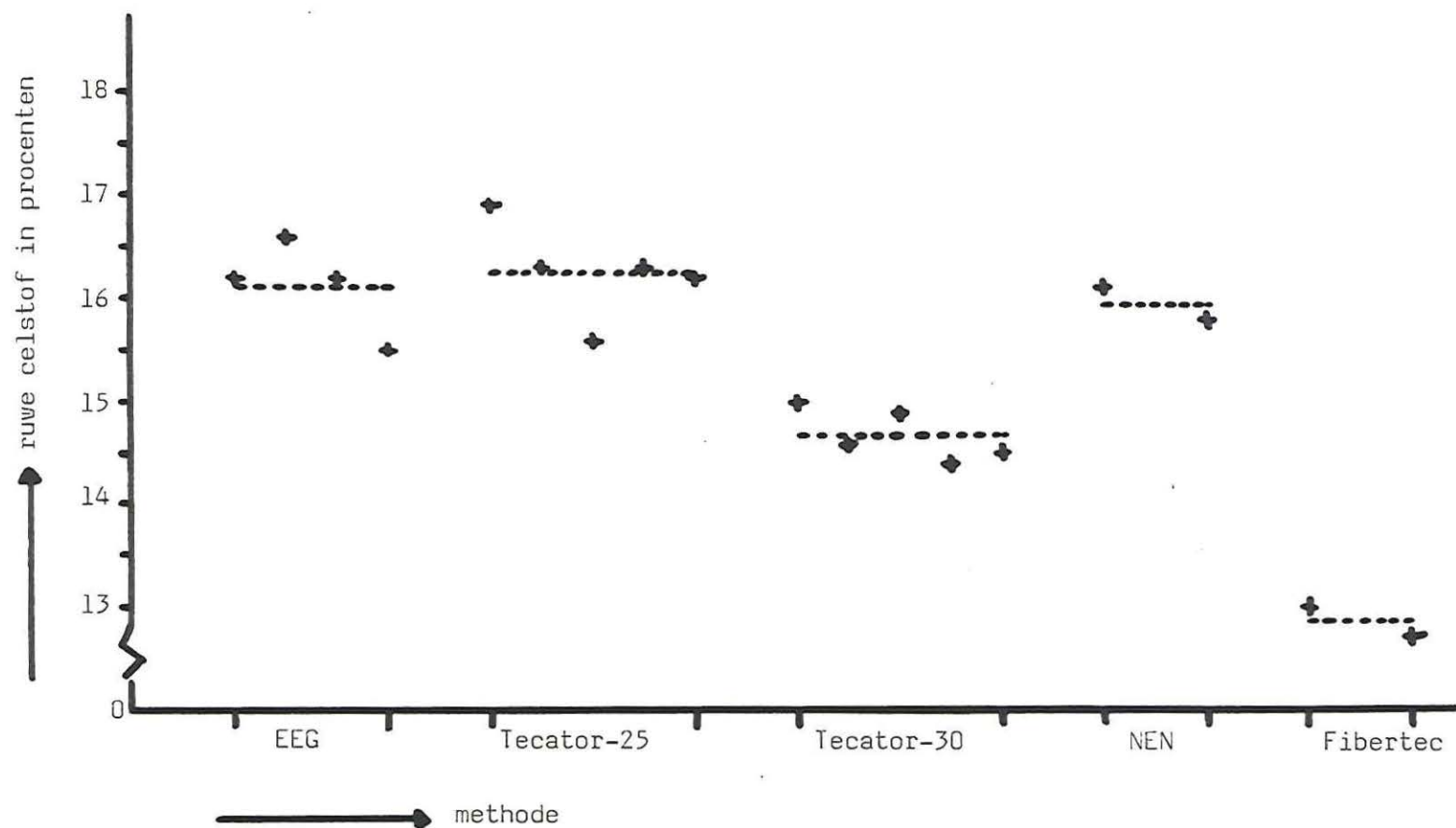


Figuur 3. Invloed reaktietijd op gehalte aan ruwe celstof bij methode Tecator EG 2354/VI/82E



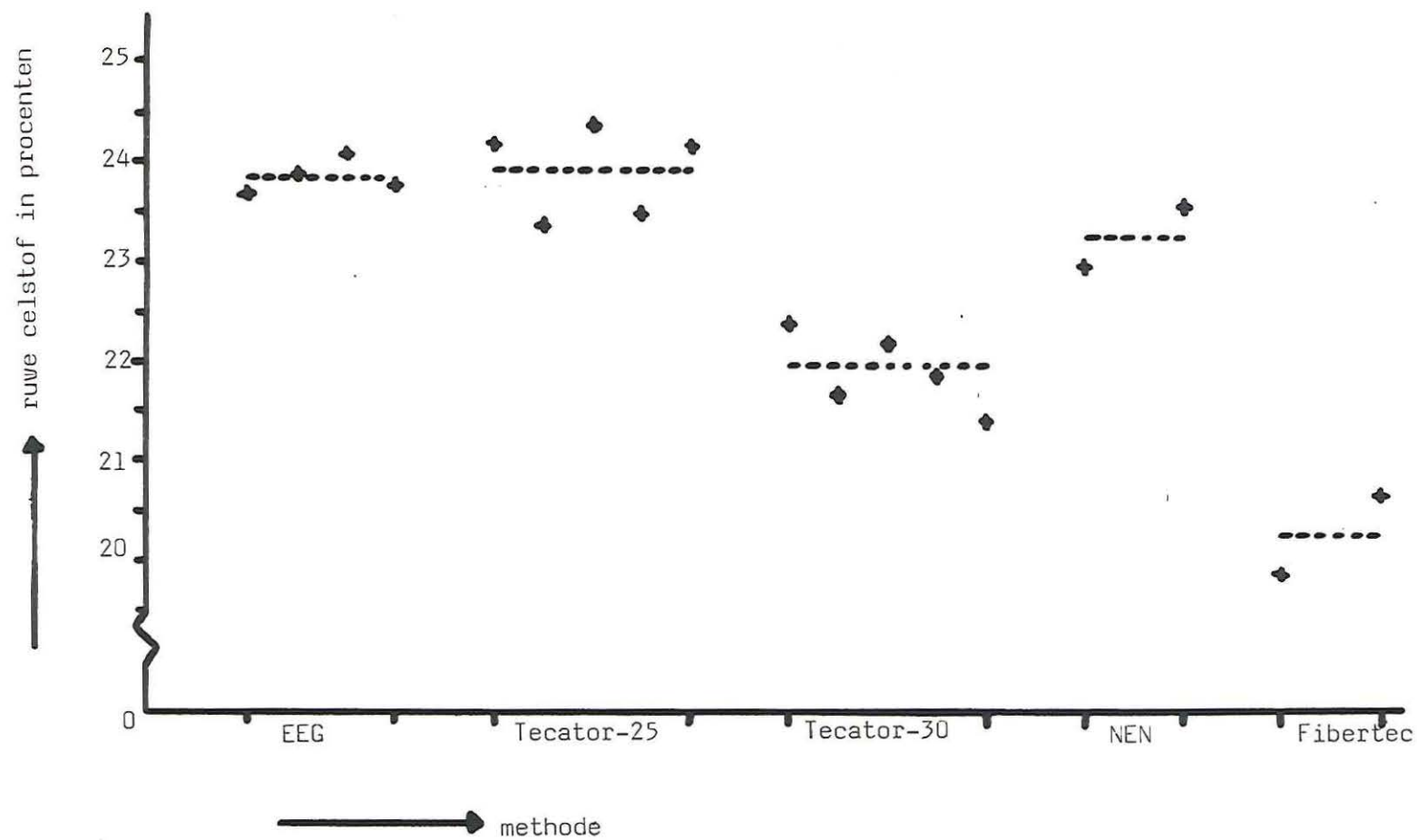
Figuur 4. Vergelijking van de resultaten van monster 1 verkregen met

- methode EEG L83-3
- methode Tecator EG 2354/VI/82E (reaktietijd 25 minuten)
- methode Tecator EG 2354/VI/82E (reaktietijd 30 minuten)
- methode NEN 3327
- methode Fibertec-RIKILT



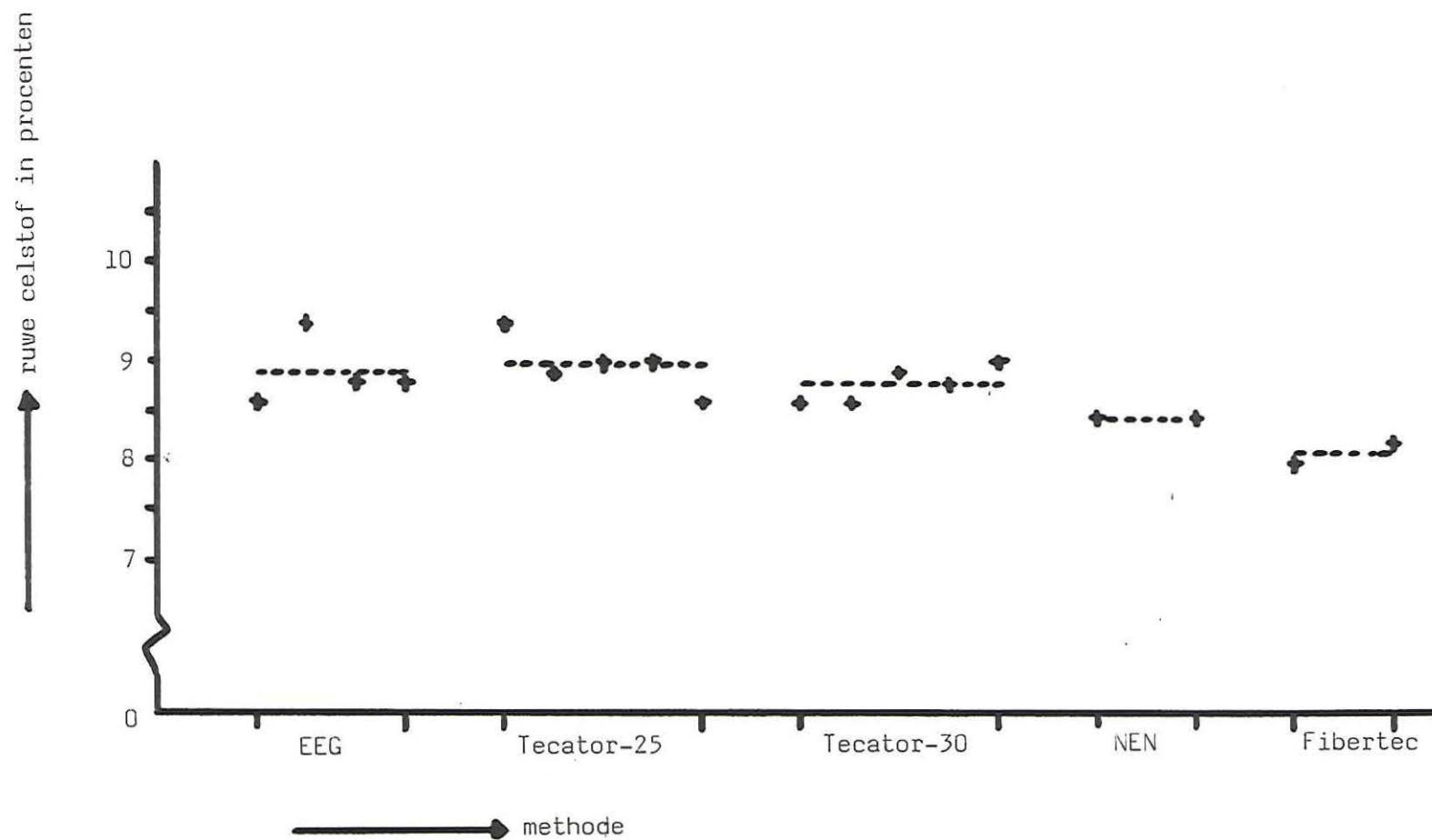
Figuur 5. Vergelijking van de resultaten van monster 2 verkregen met

- methode EEG L83-3
- methode Tecator EG 2354/VI/82E (reaktietijd 25 minuten)
- methode Tecator EG 2354/VI/82E (reaktietijd 30 minuten)
- methode NEN 3327
- methode Fibertec-RIKILT



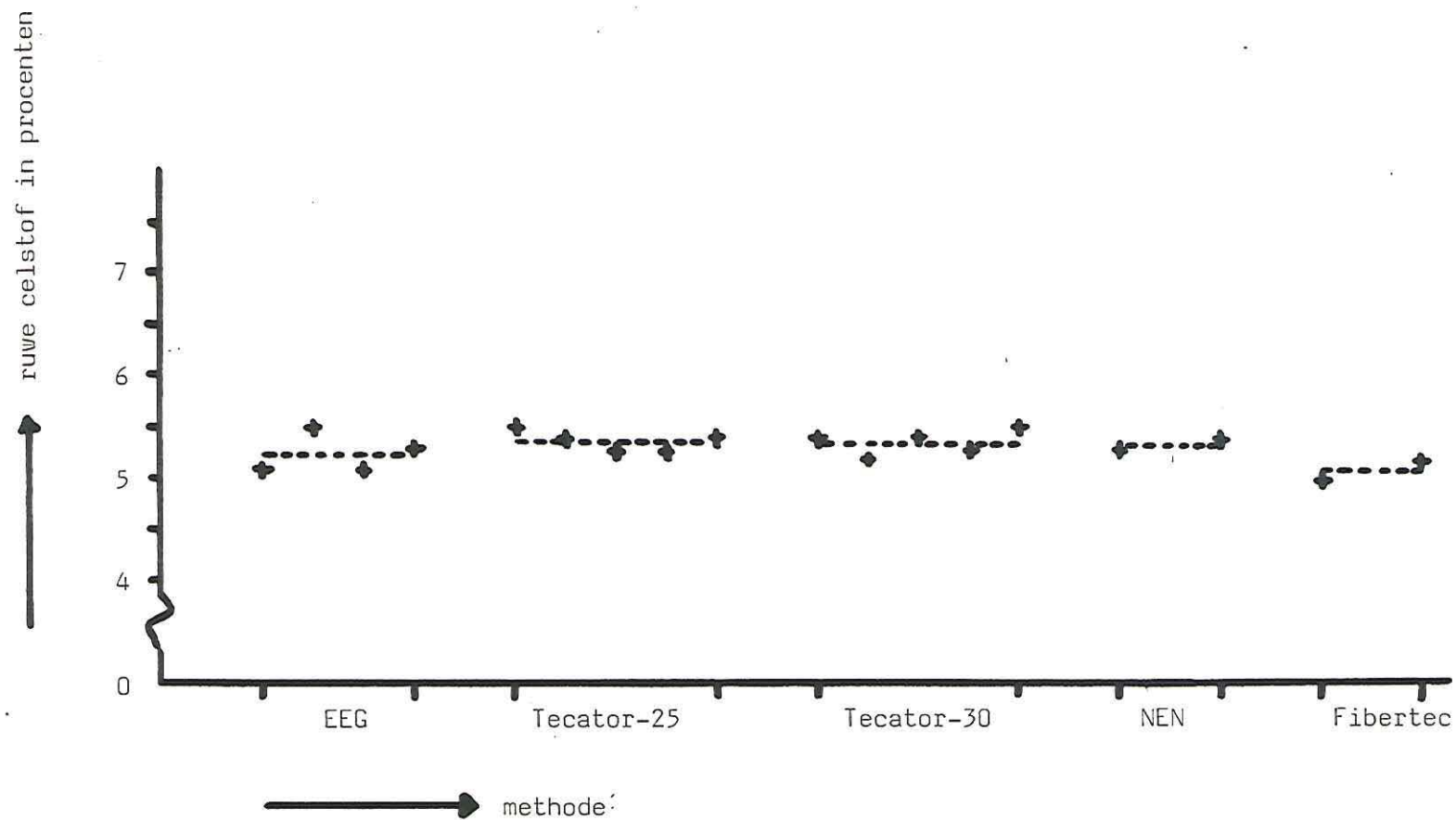
Figuur 6. Vergelijking van de resultaten van monster 3 verkregen met

- methode EEG L83-3
- methode Tecator EG 2354/VI/82E (reaktietijd 25 minuten)
- methode Tecator EG 2354/VI/82E (reaktietijd 30 minuten)
- methode NEN 3327
- methode Fibertec-RIKILT



Figuur 7. Vergelijking van de resultaten van monster 4 verkregen met

- methode EEG L83-3
- methode Tecator 2354/VI/82E (reaktietijd 25 minuten)
- methode Tecator 2354/VI/82E (reaktietijd 30 minuten)
- methode NEN 3327
- methode Fibertec-RIKILT



Figuur 8. Vergelijking van de resultaten van monster 5 verkregen met

- methode EEG L83-3
- methode Tecator 2354/VI/82E (reaktietijd 25 minuten)
- methode Tecator 2354/VI/82E (reaktietijd 30 minuten)
- methode NEN 3327
- methode Fibertec-RIKILT

3. BEPALING VAN RUWE CELSTOF

1. Doel en toepasbaarheid

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van het gehalte aan in zuur en loog onoplosbare, vervrije organische bestanddelen in veevoeders, conventioneel aangeduid als ruwe celstof.

2. Principe

Het eventueel ontvette monster wordt achtereenvolgens behandeld met een kokende oplossing van zwavelzuur en een kokende oplossing van kaliumhydroxide van vastgestelde sterktes. Het residu wordt over asbest gefiltreerd, uitgewassen, gedroogd, gewogen en bij 900 °C verast. Het gewichtsverlies als gevolg van de verassing komt overeen met de hoeveelheid ruwe celstof in het afgewogen analysemateriaal.

3. Reagentia

3.1. Zwavelzuur 0,26 N.

3.2. Asbest, als volgt behandeld:

Meng het asbest voor Gooch-kroezen met ongeveer zijn 5-voudig gewicht aan verdund zoutzuur (1 volume-deel zoutzuur, $d = 1,19 + 3$ volumedelen water). Kook het mengsel gedurende ongeveer 45 min., laat afkoelen en filtreer over een Büchnertrechter. Was het residu met water, totdat het laatste waswater neutraal reageert en was na met aceton (3.6). Droog het asbest in de droogstoof en gloei het vervolgens gedurende 2 h bij 900 °C. Bewaar het asbest na afkoelen in een goed gesloten fles. Het aldus behandelde asbest kan meerdere keren gebruikt worden. Het moet voldoen aan de eisen die onder 5.1 bij de blancoproef genoemd worden.

- 3.3. Antischuimemulsie (bv. siliconen)
- 3.4. Kaliumhydroxideoplossing 0,23 N
- 3.5. Zoutzuur 0,5 N
- 3.6. Aceton, zuiver
- 3.7. Diethylether, zuiver

4. Apparatuur

- 4.1. Bekerglazen van tenminste 600 ml, met een merkstreep bij 200 ml.
- 4.2. Porseleinen schijven, doorsnede ca. 80 mm, dikte ca. 4 mm, voorzien van ongeveer 32 gaten met een doorsnede van ca. 4 mm.
- 4.3. Afzuigkolven van ongeveer 2 l, met een merkstreep bij 800 ml en voorzien van een doorboorde rubberen stop en een glazen trechter met een doorsnede van 120 mm.
- 4.4. Filterplaatjes, doorsnede ca. 40 mm, dikte ca. 4 mm, met een conische rand, passend in de trechter (4.3), voorzien van ongeveer 16 gaten met een doorsnede van ca. 4 mm en overtrokken met een metalen gaas met een maaswijdte van ca. 1 mm. Filterplaatjes en gaas dienen bestendig te zijn tegen de inwerking van zuur en loog.
- 4.5. Verassingsschalen van platina of kwarts.
- 4.6. Elektrische moffeloven met thermostaat.
- 4.7. Exsiccator.
- 4.8. Asbestfilter: Suspender 2,0 g behandeld asbest (3.2) om 100 ml water en zuig af over een filterplaat, die bedekt is met een metalen gaas en die zich in de trechter van een afzuigkolf (4.3) bevindt. Filtreer het filtraat nogmaals over hetzelfde filter. Werp het laatste filtraat weg.

5. Uitvoering

Weeg af 3 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig en breng het samen met 2 g behandeld asbest (3.2) in een bekersglas (4.1). Voeg toe 200 ml zwavelzuur (3.1) en enkele druppels antischuimemulsie (3.3). Breng het geheel snel aan de kook en laat het gedurende precies 30 min. koken. Dek, om het volume constant te houden, het bekersglas af met een koelsysteem bv. met een rondbodemkolf van 500 ml, waardoor koelwater geleid wordt. Onderbreek het koken door toevoegen van ca. 50 ml koud water en zuig onmiddellijk af over een asbestfilter, dat tevoren bereid is, zoals beschreven onder 4.8.

Was het residu 5 maal met telkens ongeveer 100 ml heet water, zodat het eindvolume van het filtraat ongeveer 800 ml bedraagt. Breng vervolgens het residu kwantitatief terug in het bekersglas (4.1), waarin tevoren een porseleinen schijf (4.2) is gebracht om koolvertraging te voorkomen. Voeg toe 200 ml kaliumhydroxideoplossing (3.4), breng snel aan de kook en laat gedurende precies 30 min. koken. Voeg onmiddellijk hierna toe ca. 50 ml koud water en zuig af over een nieuw asbestfilter dat tevoren bereid is zoals beschreven onder 4.8. Was het residu eerst met heet water, totdat het laatste waswater neutraal reageert (controleer met lakmoespapier) en vervolgens 3 maal met aceton (3.6) (totaal ongeveer 100 ml aceton).

Breng het residu kwantitatief over in een verassingsschaal (4.5), spreid het indien nodig uit en droog bij 130 °C tot constant gewicht.

Laat afkoelen in de exsiccator en weeg snel. Gloei daarna de schaal met de inhoud in de moffeloven (4.6) gedurende 30 min. bij 900 °C. Laat afkoelen in de exsiccator en weeg snel.

Verricht op gelijke wijze een *blancobepaling* met het behandelde asbest (3.2), doch zonder analysemateriaal. Het gewichtsverlies na het gloeien mag bij gebruik van 6 g asbest niet groter zijn dan 10 mg.

6. Berekening van de resultaten

Bereken het gehalte aan ruwe celstof in percenten van het monster uit de formule:

$$\frac{(a - b) \cdot 100}{3}$$

waarin:

a = gloeiverlies bij de proef

b = gloeiverlies bij de blanco-proef

Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in tweevoud in hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan:

0,3 % absoluut bij gehalten aan ruwe celstof van minder dan 10 %

3 % relatief bij gehalten aan ruwe celstof van 10 % of meer.

7. Opmerkingen

- 7.1. Veevoeders met een vetgehalte van meer dan 10 % moeten vóór de analyse met behulp van diethylether ontvet worden. Breng hiertoe 3 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, op een asbestfilter (4.8). Voeg 3 maal ongeveer 50 ml diethylether (3.7) toe en zuig de ether telkens voorzichtig af. Breng het ontvette monster en het asbest kwantitatief over in een bekersglas (4.1) en voer de analyse uit zoals beschreven onder 5.
- 7.2. Veevoeders, die niet direct extraherbare vetten bevatten moeten ontvet worden zoals beschreven onder 7.1 en na het wassen van het residu van de zure hydrolyse opnieuw ontvet worden. Was hiertoe het residu van de zure hydrolyse 3 maal met aceton (3.6) (totaal 100 ml) en vervolgens 3 maal met 50 ml diethylether (3.7). Breng het residu kwantitatief over in een bekersglas (4.1) en voer de analyse verder uit zoals beschreven onder 5 2e alinea (behandeling met kaliumhydroxideoplossing).
- 7.3. Veevoeders met een hoog gehalte aan calcium (meer dan 2 % Ca) worden als volgt behandeld. Breng 3 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in een bekersglas (4.1) met 100 ml koud 0,5 N zoutzuur (3.5) en laat gedurende 5 min. staan. Filtreer meteen en was uit met koud water. Maak hierbij gebruik van het asbest, dat oorspronkelijk bestemd was als filtreerhulpmiddel bij de behandeling met zwavelzuur. Wanneer zich moeilijkheden voordoen bij het filtreren, verdun dan de suspensie met aceton. Handel verder als beschreven onder 5.

1. Doel en toepasbaarheid

Deze norm beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan ruwe celstof in enkevoudige veevoeders, in mengvoeders en in componenten ervan volgens het beginsel der Weender methode.

2. Definitie

Onder het gehalte aan ruwe celstof wordt in deze norm verstaan het procentuele gewichtsverlies, berekend op het in behandeling genomen monster, dat optreedt door het gedroogde residu van de behandeling met zuur en vervolgens met loog, te verassen bij 700 °C, één en ander onder inachtneming van de in deze norm omschreven voorwaarden.

3. Beginsel

Het monster wordt gekookt met verdund zwavelzuur en daarna met verdunde loog, waarna de resterende vaste bestanddelen worden verast. Het gloeiverlies wordt gelijkgesteld aan de hoeveelheid ruwe celstof.

4. Reagentia en hulpstoffen

Zwavelzuur 1,25% (0,13m).

Kaliloog 1,25% (0,23m).

Aceton, kookpunt tussen 56 en 57 °C.

Dinatriumethyleendiamine-tetra-acetaat (Na_2EDTA), vast.

Zeezand.

Behandel zeezand met kokend zoutzuur 4m, was uit met water tot zuurvrij en verhit gedurende ten minste 1 h op ca. 700 °C.

Een geschikt antischuimmiddel¹⁾.

5. Toestellen en hulpmiddelen

Bekerglazen, bij voorkeur conisch, van ca. 500 ml met bijbehorende koelopzet, b.v. koelperen of bijpassende glazen koelschaaltjes.

Filterkroezen van kwarts of porselein voorzien van een sinterbodem²⁾ met een gemiddelde poriëndoorsnede van 90 à 150 micron, met een hoogte van bij voorkeur ca. 40 mm, een bodemmiddellijn van ca. 30 mm en een bovenmiddellijn van ca. 40 mm (b.v. Jena 1bB1).

Porseleinen zeefplaatjes, middellijn ca. 25 mm

Gloeischaaltjes met een middellijn van ca. 50 mm.

Een elektrisch verwarmde en geventileerde moffeloven, voorzien van een pyrometer en van een zodanige automatische temperatuurregeling dat, na instelling op 700 °C, de temperatuur in de oven tussen 680 °C en 720 °C blijft.

Een elektrisch verwarmde en goed geventileerde droogstoof, voorzien van een zodanige automatische temperatuurregeling dat, na instelling op 140 °C, de temperatuur in de stoof tussen 138 °C en 142 °C blijft.

Een exsiccator met blauwgekleurd silicagel als droogmiddel, voorzien van een 2 à 3 mm dikke geperforeerde plaat van aluminium of roestvast staal ter bevordering van snel afkoelen van de kroezen.

Een molen die voldoet aan de eisen genoemd in NEN 3090 onder 3 en waarmee men de onder 1. genoemde produkten op zodanige wijze kan malen, dat alles zeef N 480-d-1,0 passeert.

Een balans met een gevoeligheid van 0,1 mg.

Een toestel voor stoominleiding of ander verwarmingstoestel.

¹⁾ Een geschikt middel is b.v. een 2% oplossing van Antifoam MS in „tetra“ (fabr. Hopkin & Williams Ltd, Chadwell Heath, Essex)

²⁾ Men kan filterkroezen die voldoen aan de eisen eventueel als volgt zelf maken. Druk een mengsel van gelijke gewichtshoeven heden gemalen en gezeefd porselein en laboratoriumglas (korrelgrootte 0,1 à 0,5 mm) met behulp van een stampertje op de bodem van een goochkroes aan tot een laagje van enkele mm dikte en verhit daarna gedurende 1/2 h bij ongeveer 1000 °C (tot sinteren in een moffeloven).

Om meer vloeistof in de kroes te kunnen gieten, is het mogelijk grotere kroezen te gebruiken van de volgende afmetingen: hoog ca. 65 mm, bodemmiddellijn ca. 30 mm, bovenmiddellijn ca. 50 mm. Deze kunnen b.v. gemaakt worden uit een goochkroes Weta 332

Onderzoekingsmethoden voor veevoeders
Bepaling van het gehalte aan ruwe celstof
volgens de zand-methode

Feeding stuffs. Determination of the crude fiber content by the sand method

Auteursrechten voorbehouden

NEN 332:

november 1966

UDC 636.085:543.86

Voorbereiding van het analysemonster

Bereid het analysemonster door een representatief deel van het ingezonden monster zorgvuldig te vermalen tot een zodanige fijnheid dat alles zeef N 480-d-1,0 en niet meer dan 20% zeef N 480-d-0,25 passeert. Malen in een kogelmolen is niet toelaatbaar. Zeer vetrijke monsters moeten tevoren worden ontvet.

7. Werkwijze

Verricht de bepaling van het gehalte aan ruwe celstof in tweevoud.

Breng in een bekglas een hoeveelheid van $3 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ analysemonster en overgiet met 200 ml zwavelzuur (zie 11.2). Verhit snel tot koken en laat daarna gedurende 30 min regelmatig koken (zie 11.1). Voeg tegen het schuimen wat antischuimmiddel toe. Zwenk in het begin tijdens het koken enkele malen om. Houd tijdens het koken het volume constant door gebruikmaking van een koelopzet.

Bereid ondertussen het filter, door in de filterkroes een laagje zand aan te brengen, daarop een zeefplaatje (dat als straalbreker dient) en daarop weer wat zand.

Decanteer na beëindiging van de kooktijd de vloeistof heet langs een roerstaaf op de straalbreker in het zand; gebruik een zodanig zwak vacuüm, dat 200 ml juist in één keer bijna geheel afgeschonken kunnen worden. Was uit door $2 \times$ decanteren, elke keer met ca. 100 ml heet water; draag er daarbij zorg voor dat het zand de bodem steeds blijft bedekken en geen celstof op onbedekte sinterbodemploeg komt. Breng de grootste hoeveelheid residu in de kroes en was nog $5 \times$ uit met heet water (zie 11.3).

Breng bij opheffen vacuüm aceton, waarmee eerst het bekglas is omgespoeld, op het filter tot hij boven de stof staat, wacht ten minste enkele min en zuig dan de aceton af. Herhaal deze bewerking tot ten minste 50 ml aceton is gebruikt.

Laat nog lucht doorzuigen om de inhoud van de kroes te drogen en breng dan het residu kwantitatief over in hetzelfde bekglas.

Voeg 200 ml kokende kaliloog toe en kook of leid stoom in gedurende 30 min. Het volume der vloeistof mag daarbij wel iets boven de 200 ml komen, doch nagenoeg niet onder de 200 ml dalen.

Bij aanwezigheid van toegevoegde calciumverbindingen, dus bij de meeste mengvoeders, moet ca. 5 min vóór het einde 0,5 g $\text{Na}_2\text{EDTA}^{1)}$ worden toegevoegd, zonder het koken te onderbreken. Filtreer door een filterkroes, die voorzien is van zand en een zeefplaatje, doch breng nu de gehele inhoud van het bekglas op het filter.

Was met heet water na (zie 11.3), totdat het waswater een rood lakmoespapiertje niet meer blauw kleurt (100 à 200 ml water is meestal voldoende).

Was na met ca. 50 ml aceton zoals eerder beschreven.

Droog de kroes met inhoud gedurende ten minste 2 h bij 140°C in de vooraf op deze temperatuur gebrachte droogstoof.

Het kan voorkomen dat tijdens het verassen of afkoelen stukjes van de sinterbodemploeg loslaten, waardoor een onjuist eindresultaat wordt verkregen.

Het verdient daarom aanbeveling een gloeischaaltje onder de filterkroes te plaatsen. Weeg gloeischaaltje en filterkroes dan steeds samen.

Plaats na de voorgeschreven droogtijd de kroezen in de exsiccator, tot ten hoogste vier per exsiccator. Sluit de exsiccator en plaats hem in de omgeving van de balans.

Weeg na $1\frac{1}{2}$ à 2 h de kroezen, deze zijn dan voldoende afgekoeld, tot op 0,1 mg (a g) (zie ook 11.4). Veras vervolgens gedurende 1 h bij 700°C in de vooraf op deze temperatuur gebrachte moffeloven.

Plaats na de voorgeschreven verassingstijd de kroezen gedurende 5 min op een keramische of asbestcementen plaat buiten de moffeloven; plaats ze vervolgens in de exsiccator, tot ten hoogste vier per exsiccator. Sluit de exsiccator en plaats hem in de omgeving van de balans.

Weeg de kroezen na 2 à $2\frac{1}{2}$ h (zie ook 11.4) opnieuw tot op 0,1 mg (b g).

8. Berekening

Bereken het gehalte aan ruwe celstof (RC) in procenten van het oorspronkelijke materiaal uit:

$$RC = \frac{(a - b) 100}{3}$$

waarin:

a = het gewicht van de filterkroes met het residu van de behandeling met zuur en vervolgens loog na drogen bij 140°C , in g

b = het gewicht van de filterkroes na verassing van het residu, in g.

9. Verslag

Vermeld het gehalte aan ruwe celstof tot op 0,1%.

¹⁾ 0,5 g Na_2EDTA bindt ca. 50 mg Ca.

10. Nauwkeurigheid

Het maximum toelaatbare verschil tussen de uitkomsten van een bepaling in tweevoud bedraagt 0,40% voor een gehalte tot 10% ruwe celstof, daarboven 4% van de gevonden gemiddelde waarde. Voor heterogene, gemakkelijk ontmengbare monsters die b.v. zand bevatten, kan deze nauwkeurigheid niet worden bereikt en zijn grotere afwijkingen tussen de duplo's aanvaardbaar. Herhaal, indien het gevonden verschil groter is, de bepaling in tweevoud. Gebruik, mits de bij de herhaling verkregen uitkomsten aan de gestelde eis voldoen, alleen deze uitkomsten voor de berekening.

11. Opmerkingen

- 11.1 Het koken met zwavelzuur dient zo krachtig mogelijk te geschieden, in elk geval voldoende om een krachtige beweging van de ruwe celstof te verkrijgen.
- 11.2 Bij aanwezigheid van meer dan 4% Ca in het monster wordt de 3 g monster in het bekeerglas vóór de eigenlijke bepaling overgoten met 200 ml *koud* zoutzuur 0,5m. Na 5 min staan onder voortdurend roeren wordt het zoutzuur voorzichtig afgeschonken in een filterkroes, waarvan de bodem bedekt is met een dun asbestmatje (ca. 1 g).
Ervoor zorgdragend, dat zo min mogelijk stof op het filter komt, wordt door 4 maal decanteren met telkens 100 ml water de niet opgeloste stof die in het bekeerglas en eventueel op het filter aanwezig is, van overmaat zoutzuur bevrijd.
Daarna wordt de inhoud van de kroes in het bekeerglas overgebracht met 200 ml zwavelzuur, waarna de bepaling verder volgens 7 wordt uitgevoerd.
Verricht een blanco bepaling met dezelfde hoeveelheid asbest.
- 11.3 Bij dichtslaan van het filter wordt de celstoflaag met een roerstaafje voorzichtig opzij geschoven.
- 11.4 Indien het ruwe celstofgehalte meer dan ca. 5% bedraagt, kan de minimale afkoeltijd van $1\frac{1}{2}$ h tot 1 h resp. van 2 h tot $1\frac{1}{4}$ h worden teruggebracht.
Langere afkoeltijden dan resp. 2 en $2\frac{1}{2}$ h zijn ontoelaatbaar wegens het hygroscopische karakter van het materiaal.

Bepaling van het gehalte aan ruwe celstof met behulp van de Fibertec

Kort uitvoeringsvoorschrift, afgeleid van NEN 3327 voor het gebruik van het Fibertec System 1 van Tecator (1982).

Weeg nauwkeurig ongeveer 1,5 g monster direkt in een filterkroesje af. Voeg een laagje zand toe. Vul de reagensvaten met zuur en loog en vul het watervat. Breng het zuur op temperatuur. Plaats de kroesjes in de hot extractor en sluit het apparaat. Voeg 100 ml heet 0,13 M zwavelzuur toe. Plaats de reflector voor de kroesjes en zet de verwarming op maximaal. Zet zodra de helft van het aantal monsters kookt de tijd-klok op 30 min.

Regel de verwarming zodanig bij dat de monsters rustig koken. Meng af en toe (pressure). Voeg eventueel tegen schuimvorming octanol toe. Filtreer snel af na beëindiging van de kooktijd.

Was met heet water tot zuurvrij ($\pm 5x$). Plaats de kroesjes in de cold extractor en spoel ze twee keer met ± 25 ml aceton. Zuig de monsters droog en plaats ze weer in de hot extractor. Herhaal het kookproces maar gebruik nu 100 ml 0,23 M kaliloog in plaats van 0,13 M zwavelzuur.

Droog de filterkroesjes na het spoelen met aceton gedurende twee uur bij 140°C.

Laat ze minstens een uur in een exsiccator afkoelen en weeg ze dan snel. Veras de inhoud een uur lang bij 550°C.

Laat de kroesjes buiten de moffel tot $\pm 200^\circ\text{C}$ afkoelen. Zet ze in een exsiccator en laat ze dan nog minstens een uur verder afkoelen. Weeg ze daarna snel.

2354/VI/82 E

MEP/cw

SD/fv

ANNEX 1

Determination of crude fibre using glass filter crucibles for the filtering operations glass filter method.

1. Purpose and scope

This method makes it possible to determine in feedingstuffs the quantity of fat-free organic substances which are insoluble in acid and alkaline media and are conventionally described as crude fibre.

2. Principle

The sample, defatted where necessary, is treated successively with boiling solutions of sulphuric acid and potassium hydroxide of specified concentrations.

The residue is separated by filtration on sintered-glass filter washed, dried, weighed and ashed at 550° C. The loss of weight resulting from ashing corresponds to the crude fibre present in the test sample.

3. Reagents

3.1. Sulphuric acid, 0.26N.

3.2. Anti-foaming emulsion, for example silicone emulsion or N-octanol.

3.3. Filtering agent, for example Celite 545, heated at 550° C for four hours.

3.4. Acetone.

3.5. Diethyl ether.

3.6. Hydrochloric acid, 0.5N.

3.7. Potassium hydroxide, 0.23N.

4. Apparatus

4.1. Heating unit for digesting sulphuric acid or sodium hydroxide, equipped with a support for the filter crucible (4.2.) and provided with a outlet tube with a tap to the liquid outlet and vacuum, possibly with compressed air.

./. .

- 4.2. Filter crucible, glass crucible, 50 ml with fused in sintered glass filter, pore size 40-90 μm .
- 4.3. Boiling cylinder (about 270 ml) with a reflux condenser.
- 4.4. Drying oven with thermostat.
- 4.5. Muffle furnace with thermostat.
- 4.6. Desicator with effective dessicant.
- 4.7. Cold extraction unit consisting of a support plate for the filter crucible (4.2.) and with a discharge pipe with a tap to the vacuum and liquid outlet.
- 4.8. Connecting rings to assemble the heating unit, crucible and boiling cylinder and to connect the cold extraction unit and crucible.

5. Procedure

Weigh out to the nearest mg 1 g of the sample and transfer it to a crucible which has been already heated to 550° C and cooled (4.2.).

Add 1.000 g filtering agent (3.3.). Assemble the heating unit (4.1.) and the filter crucible (4.2.), then attach the boiling cylinder (4.3.) to the crucible and connect it to it. Transfer 150 ml sulphuric acid (3.1.) to the boiling cylinder which has already been heated to boiling point with a few drops of anti-foaming agent (3.2.). Bring the liquid to boiling within five minutes and boil it briskly for exactly 30 minutes and then stop boiling. Open the tap to the discharge pipe (4.1.) and under vacuum filter the sulphuric acid through the filter crucible. Under vacuum wash the precipitate on the filter crucible three times with 30 ml boiling water each time. Suck the filter with the precipitate dry after each washing.

./. .

Close the outlet tap and transfer 150 ml potassium hydroxide 0.23N (3.7.) to the boiling cylinder which has already been heated to boiling point with a few drops of anti-foaming agent (3.2.). Bring the liquid to the boil in five minutes and boil briskly for exactly 30 minutes. Filter the precipitate and wash in the same way as after treatment with the sulphuric acid.

After the final washing suck the precipitate dry and connect the crucible with its content to the cold extraction unit (4.7.). Wash the precipitate three times with 25 ml acetone each time and suck dry after each washing.

Dry the filter crucible and content to constant weight in the drying oven at 130° C, after each drying cool in the dessicator and weigh rapidly, then place the crucible in the muffle furnace and ash the contents at 550° C for one hour and then 30 minutes at a time to constant weight.

After each calcination cool in the dessicator before weighing.

If after boiling it is difficult to filter the acid and the base, introduce compressed air through the discharge pipe of the heating unit and then continue filtering.

Carry out a blank test without the sample. Loss of weight resulting from calcination must not exceed 4 mg.

6. Calculation of results

The crude fibre content as a percentage of the sample is given by the ratio : $\frac{(b-c)}{a} \cdot 100$

where a = g weighed sample

b = loss of weight on ashing the residue of the sample and

c = loss of weight on ashing during the blank test

./. .

The difference between two parallel determinations carried out on the same sample must not exceed :

0.3. in absolute value for crude fibre contents lower than 10 % and 3 % in relative value, for crude fibre contents equal to or greater than 10 %.

7. Observations

7.1. Feedingstuffs containing more than 10 % oils and fat must be defatted prior to analysis with diethyl ether. Connect the filter crucible with the weighed sample to the cold extraction unit (4.7.) and wash under vacuum three times with 30 ml diethyl ether (3.5.) each time. Suck the sample dry and connect the crucible with content to the heating unit and continue as described under 5.

7.2. Feedingstuffs containing oils and fats which cannot be extracted directly with diethyl ether must be defatted as shown in 7.1. and defatted a further time after boiling with acid.

After boiling with acid and the subsequent washing connect the crucible with content to the cold extraction unit (4.7.) and wash three times with 30 ml acetone each time followed by washing three times with 30 ml diethyl ether each time. Suck the filter and connect the crucible once again with the heating unit (4.1.) and continue the analysis as described under 5, beginning with the potassium hydroxide treatment.

7.3. If the feedingstuffs contain over 2 % calcium, connect the crucible (4.2.) with the weighed sample to the heating unit (4.1.). Wash the sample three times with 30 ml hydrochloric acid (3.6.). After each inclination let the sample stand for about one minute before filtering. Wash once with 30 ml water and then continue as described under 5.

. / .

7.4. Oil cake must always be defatted as described under 7.1.

7.5. If an apparatus in the form of a stand is used (several crucibles attached to the same heating unit) no two individual determinations of the same sample for analysis may be carried out on the same series.
