

Stofnaam	Zoutzuur onoplosbare as	
Type methode	Gravimetrisch	
Te onderzoeken in	Mengvoeders; diervoedergrondstoffen en enkelvoudige diervoeders	
Minimum bepaalbaarheidsgrens	1 g/kg	
Herhaalbaarheid	Bundel Onderzoekmethoden	Gemiddelde KDLL ringtesten
	3 g/kg bij 40 - 200 g/kg	10,3% bij 5 - 40 g/kg
Reproduceerbaarheid	6 g/kg bij 40 - 200 g/kg	22,0% bij 5 - 40 g/kg
Categorie	A	
Titel	Bepaling van in zoutzuur onoplosbare as. Bijlage. Eerste richtlijn van de Commissie van 15 juni 1971 betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders (71/250/EEG). Publicatieblad van de EG 12-7-1971; Nr L 155/21-22	

BEPALING VAN IN ZOUTZUUR ONOPLOSBARE AS

1. Doel en toepasbaarheid

Dit voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van in zoutzuur onoplosbare, minerale bestanddelen van veevoeders. Afhankelijk van de aard van het voeder zijn twee werkwijzen vastgesteld.

1.1 Werkwijze A

Toepasbaar voor enkelvoudige organische veevoeders en voor de meeste mengvoeders.

1.2 Werkwijze B

Toepasbaar voor mineralen en mineralenmengsels, alsook voor mengvoeders, waarvan het gehalte aan in zoutzuur onoplosbare as, bepaald volgens werkwijze A, meer bedraagt dan 1%.

2. Principe

2.1 Werkwijze A

Het monster wordt verast, de as behandeld met kokend zoutzuur en het onoplosbare residu wordt afgefiltreerd en gewogen.

2.2 Werkwijze B

Het monster wordt met zoutzuur behandeld. De oplossing wordt afgefiltreerd, het residu wordt verast en de as wordt dan verder behandeld, als onder werkwijze A beschreven.

3. Reagentia

3.1 Zoutzuur 3 N.

3.2 Trichloorazijnzuuroplossing 200 g/l.

3.3 Trichloorazijnzuuroplossing 10 g/l.

4. Apparatuur

4.1 Elektrische verwarmingsplaat.

4.2 Elektrisch verwarmde moffeloven met thermostaat.

4.3 Verassingsschalen van platina of platina-goudlegering (10% Pt, 90% Au), rechthoekig (50 x 40 x 25 mm) of rond (doorsnede 60 à 75 mm, hoogte 20 à 25 mm).

5. Uitvoering

5.1 Werkwijze A

Veras het analysemateriaal op dezelfde manier als bij de bepaling van ruwe as beschreven is. Men kan ook de bij de ruwe asbepaling verkregen as gebruiken.

Breng de as met behulp van 75 ml zoutzuur 3 N (3.1) over in een bekersglas van 250 à 400 ml. Breng de vloeistof voorzichtig tot koken en houdt daarna gedurende 15 min. juist aan de kook. Filtreer de hete oplossing door een asvrij papieren filter en was het residu met heet water uit tot zuurvrij. Droog het filter met residu en veras bij een temperatuur van tenminste 550°C en ten hoogste 700°C in een getarreerde verassingsschaal. Laat afkoelen in een exsiccator en weeg.

5.2 Werkwijze B

Breng 5 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in een bekersglas van 250 à 400 ml. Voeg achtereenvolgens toe 25 ml water en 25 ml zoutzuur 3 N (3.1), zwenk om en laat staan totdat de gasontwikkeling is opgehouden. Voeg dan nog toe 50 ml zoutzuur 3 N (3.1). Wacht nogmaals tot een eventuele gasontwikkeling praktisch tot stilstand is gekomen. Verwarm daarna het bekersglas op een waterbad gedurende 30 min., of zoveel langer als nodig is om eventueel aanwezig zetmeel volledig te hydroliseren.

Filtreer de hete oplossing over een asvrij filter en was het filter uit met ca. 50 ml heet water (zie opmerking 7). Breng het filter met residu in een verassings-schaaltje, droog en veras bij tenminste 550°C en ten hoogste 700°C. Breng de as vervolgens over in een bekersglas van 250 à 400 ml met behulp van 75 ml zoutzuur 3 N (3.1) en handel verder als beschreven onder 5.1, tweede alinea.

6. Berekening van de resultaten

Bereken hieruit het gewicht van het residu door het gewicht van het lege schaalje af te trekken. Druk het resultaat uit in percenten van het monster.

7. Opmerking

Indien bij het filtreren moeilijkheden ondervonden worden, wordt de bepaling opnieuw aangezet. Dan wordt in plaats van 50 ml zoutzuur 3N 50 ml trichloorazijnzuuroplossing 200 g/l (3.2) toegevoegd en het filter met hete trichloorazijnzuuroplossing 10 g/l (3.3) uitgewassen.