

Stofnaam	Ruwe celstof	
Type methode	Gravimetrisch	
Te onderzoeken in	Mengvoeders; diervoedergrondstoffen en enkelvoudige diervoeders	
Minimum bepaalbaarheidsgrens	10 g/kg	
Herhaalbaarheid	Bundel Onderzoekmethoden	Gemiddelde KDLL ringtesten
	3 g/kg bij < 100 g/kg 3 % van het hoogste resultaat bij 100 g/kg of meer	12,5% < 50 g/kg 8,1% 50 - 100 g/kg 11,7% < 100 g/kg 5,6% > 100 g/kg
Reproduceerbaarheid	5 g/kg bij < 50 g/kg 10 % bij 50 - 100 g/kg 10 g/kg bij > 100 g/kg	35,3% < 50 g/kg 21,1% 50 - 100 g/kg 32,1% < 100 g/kg 18,3% > 100 g/kg
Categorie	A	
Titel	Bepaling van ruwe celstof. Bijlage. Wijziging Bijlage I (5.1). Richtlijn 92/89/EEG van de Commissie van 3 november 1992 tot wijziging van bijlage I van Vierde Richtlijn 73/46/EEG houdende vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders. Publicatieblad van de EG 26-11-1992; Nr L 344/35-37	

BEPALING VAN RUWE CELSTOF

1. Doel en toepassingsgebied

Met deze methode is het mogelijk het gehalte aan vetvrije, in zuur en basisch medium onoplosbare organische stoffen, die volgens afspraak als ruwe celstof worden aangeduid, in voeders te bepalen.

2. Principe

Het monster wordt, zo nodig na ontvetten, achtereenvolgens behandeld met kokende oplossingen van zwavelzuur en kaliumhydroxide van bepaalde concentraties. Het residu wordt afgescheiden door filtreren op een filter van gesinterd glas, gedroogd, gewogen en bij een temperatuur van 475 tot 500°C verast (8.6). Het gewichtsverlies als gevolg van het verassen is een maat voor het gehalte aan ruwe celstof in het testmonster.

3. Reagentia

- 3.1 Zwavelzuur, $c = 0,13 \text{ mol/l}$.
- 3.2 Schuimremmingsmiddel (b.v. *n*-octanol).
- 3.3 Filtreerhulpmiddel (Celite 545 of gelijkwaardig), vier uur verhit op 500°C.
- 3.4 Aceton.
- 3.5 Petroleumether, kooktraject 40-60°C.
- 3.6 Zoutzuur, $c = 0,5 \text{ mol/l}$.
- 3.7 Kaliumhydroxide-oplossing, $c = 0,23 \text{ mol/l}$.

4. Apparatuur

- 4.1 Verwarmingstoestel voor de ontsluiting met zwavelzuur of kaliumhydroxide-oplossing, voorzien van een houder voor de filterkroes (4.2), een afvoerbuis met kraan voor de vloeistofafvoer en de vacuümaansluiting, eventueel met perslucht. Het toestel dient vóór gebruik dagelijks vijf minuten met kokend water te worden voorverwarmd.
- 4.2 Glasfilterkroes, met filter van gesinterd glas met poriën van 40-90µm. Voor het eerste gebruik wordt de filterkroes enkele minuten op 500°C verhit en afgekoeld (8.6).
- 4.3 Kookcilinder met een inhoud van ten minste 270 ml met een terugvloeikoeler.
- 4.4 Droogstoof met thermostaat.
- 4.5 Moffeloven met thermostaat.

- 4.6 Koudextractietoestel, voorzien van een houder voor de filterkroes (4.2) en een afvoerbuïs met kraan voor de vacuümaansluiting en de vloeïstofafvoer.
- 4.7 Verbindingsringen voor de aansluiting tussen het verwarmingstoestel (4.1), de filterkroes (4.2) en de kookcilinder (4.3), en voor de aansluiting tussen het koudextractietoestel (4.6) en de filterkroes.

5. Werkwijze

Weeg van het bereide monster 1 g op 0,001 g nauwkeurig af, breng het in de filterkroes (4.2) (zie opmerkingen onder 8.1, 8.2 en 8.3) en voeg 1 g filtreerhulpmiddel (3.3) toe.

Sluit het verwarmingstoestel (4.1) en de filterkroes (4.2) op elkaar aan en verbind vervolgens de kookcilinder (4.3) met de filterkroes. Breng in de kookcilinder 150 ml tot het kookpunt verhitte zwavelzuur (3.1) en voeg zo nodig enkele druppels schuimremmingsmiddel (3.2) toe. Breng de vloeïstof in 5 ± 2 minuten aan de kook en kook krachtig gedurende precies 30 minuten.

Open de kraan van de afvoerbuïs (4.1) en filtreer het zwavelzuur onder vacuüm door de filterkroes. Was het residu op het filter onder vacuüm driemaal met telkens 30 ml kokend water. Na elke wasstap dient het residu te worden drooggezogen.

Sluit de kraan van de afvoerbuïs en breng in de kookcilinder (4.3) 150 ml tot het kookpunt verhitte kaliumhydroxide-oplossing (3.7) en enkele druppels schuimremmingsmiddel. Breng de vloeïstof in 5 ± 2 minuten aan de kook en kook krachtig gedurende precies 30 minuten. Filtreer en was het residu op dezelfde wijze als na de behandeling met zwavelzuur.

Zuig het residu na de laatste wasbehandeling droog en sluit de filterkroes met inhoud aan op het koudextractietoestel (4.6). Was het residu onder vacuüm driemaal met telkens 25 ml aceton. Na elke wasstap dient het residu te worden drooggezogen.

Droog de filterkroes in de droogstoof bij 130°C tot constant gewicht. Koel de kroes na elke droging in exsiccator af en weeg snel. Plaats de filterkroes vervolgens in de moffeloven en veras de inhoud tenminste 30 minuten bij 475 tot 500°C tot constant gewicht.

Koel de filterkroes na elke verassing eerst af in de moffeloven en vervolgens in de exsiccator en weeg daarna.

Verricht op gelijke wijze een blanco-bepaling zonder monster. Het gewichtsverlies als gevolg van het verassen mag niet meer dan 4 mg bedragen.

6. Berekening van de resultaten

Het gehalte aan ruwe celstof als percentage van het monster wordt verkregen uit de formule:

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

waarin:

a = massa van het monster, in g,

b = massaverlies na verassen van het residu van het bij 130°C gedroogde monster, in g,

c = massaverlies na verassen van het bij 130°C gedroogde residu van de blanco, in g.

7. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen twee parallele bepalingen uitgevoerd op dezelfde steekproef mag niet meer zijn dan:

- 0,3 in absolute waarde voor ruwe-vezelgehalten minder dan 10%
- 3% betrokken op het hogere resultaat voor ruwe-vezelgehalten gelijk aan of hoger dan 10%.

8. Opmerkingen

8.1 Voeders die meer dan 10% ruw vet bevatten, moeten voorafgaande aan de bepaling worden ontvet met petroleumether (3.5). Sluit de glasfilterkroes (4.2) met het ingewogen monster aan op het koudextractietoestel (4.6) en was onder vacuüm driemaal met telkens 30 ml petroleumether (3.5). Zuig het monster droog, sluit de filterkroes met inhoud aan op het verwarmingstoestel (4.1) en voer de bepaling uit zoals beschreven bij punt 5.

8.2 Voeders die niet direct met petroleumether extraheerbare vetten bevatten, dienen volgens de werkwijze van punt 8.1 te worden ontvet en vervolgens na opkoken met zwavelzuur nogmaals te worden ontvet.

Sluit na opkoken met zwavelzuur en daaropvolgend wassen, de filterkroes met inhoud aan op het koudextractietoestel (4.6) en was driemaal met telkens 30 ml aceton, gevolgd door driemaal wassen met telkens 30 ml petroleumether. Zuig het filter droog onder vacuüm en vervolg de bepaling zoals beschreven bij punt 5, te beginnen met de behandeling met kaliumhydroxide-oplossing.

8.3 Voeders, welke meer dan 5% carbonaat, uitgedrukt als calciumcarbonaat, bevatten, dienen als volgt te worden voorbehandeld. Sluit de filterkroes (4.2) met het ingewogen monster aan op het verwarmingstoestel (4.1). Was het monster driemaal met 30 ml zoutzuur (3.6). Wacht na elke toevoeging van zoutzuur ongeveer een minuut voordat het monster wordt afgefiltreerd. Was eenmaal met 30 ml water en voer de bepaling verder uit zoals beschreven bij punt 5.

8.4 Indien voor meervoudige bepalingen uitgeruste apparatuur wordt gebruikt (met een aantal aan hetzelfde verwarmingstoestel aangesloten filterkroezen), mogen in dezelfde reeks geen twee bepalingen van hetzelfde monster uitgevoerd worden.

- 8.5 Wanneer de zure of basische oplossingen na het opkoken moeilijk te filtreren, dient perslucht door de afvoerbuis van het verwarmingstoestel te worden geblazen, waarna het filtreren dient te worden voortgezet.
- 8.6 Met het oog op de levensduur van de glasfilterkreezen, mag de verassingstemperatuur niet hoger dan 500°C zijn. Bij het verhitten en afkoelen dienen temperatuurschokken te worden vermeden.