

KOMMISSIONENS FØRSTE DIREKTIV
af 15. juni 1971
om fastsættelse af fællesskabsanalysemetoder til den officielle kontrol af foderstoffer
(71/250/EØF)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det europæiske økonomiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets direktiv af 20. juli 1970 om indførelse af fællesskabsprøveudtagnings- og analysemetoder for så vidt angår den officielle kontrol med foderstoffer¹⁾, særlig artikel 2, og

ud fra følgende betragtninger:

Ovennævnte direktiv bestemmer, at de officielle kontrolforanstaltninger vedrørende foderstoffer med henblik på at konstatere, om de ved lov eller administrativt fastsatte bestemmelser foreskrevne betingelser for foderstoffers kvalitet og sammensætning overholdes, gennemføres ifølge fællesskabsprøveudtagnings- og analysemetoder;

der bør hurtigst muligt fastsættes alle de nødvendige analysemetoder, og et første skridt i denne retning udgøres af fastsættelsen af metoderne til bestemmelse af blåsyre, kalcium, karbonater, råaske, aske, der er uopløselig i saltsyre, klor af klorider, sennepsolie, laktose, kalium, natrium, sukker, theobromin og urinstof, bestemmelse af alkaloider i lupiner såvel som af ureaseaktiviteten i sojaprodukter;

de i dette direktiv fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra den stående komité for foderstoffer,

UDSTEDT FØLGENDE DIREKTIV:

Artikel 1

Medlemsstaterne foreskriver, at analyserne med henblik på de officielle kontrolforanstaltninger vedrørende foderstoffer for så vidt angår deres indhold af blåsyre, kalcium, karbonater, råaske, aske, der er uopløselig i saltsyre, klor af klorider, sennepsolie, laktose, kalium, natrium, sukker, theobromin og urinstof, bestemmelsen af alkaloider i lupiner såvel som af ureaseaktiviteten i sojaprodukter foretages efter de metoder, der er beskrevet i dette direktivs bilag.

Artikel 2

Medlemsstaterne sætter senest 1. juli 1972 de ved lov og administrativt fastsatte bestemmelser i kraft, som er nødvendige for at efterkomme dette direktiv. De underretter omgående Kommissionen herom.

¹⁾ EFT nr. L 170 af 3.8.1970, s. 2.

Artikel 3

Dette direktiv er rettet til medlemsstaterne.

Udfærdiget i Bruxelles, den 15. juni 1971.

På Kommissionens vegne
Franco M. MALFATTI
Formand

*BILAG***METODER TIL ANALYSE AF FODERSTOFFER****I. INDLEDNING**

Metoderne til analyse af foderstofbestanddelene gælder i almindelighed for alle ublandede og blandede foderstoffer. Dog kræver visse foderstoffer, på grund af særegenheder ved deres sammensætning, helt specielle analysemetoder. Disse tilfælde behandles under »bemærkninger« i beskrivelsen af metoderne.

Når der anføres to eller flere metoder til bestemmelse af en og samme bestanddel i et foderstof, overlades valget af den metode, der skal anvendes, til kontrollaboratoriet, medmindre andet er angivet; dog skal den benyttede metode anføres på analyseattesten.

Forberedelse af analyseprøven

Den kemiske analyse skal *nodvendigvis* foretages på en *homogen prøve*. Derimod skal visse makroskopiske eller mikroskopiske bestemmelser såvel som tørstofbestemmelser kunne foretages på prøven i den tilstand, hvori den ankommer til laboratoriet. For at tage hensyn til dette dobbelte krav *deles prøven i to dele*. Den ene skal forblive uændret; den anden forberedes som følger med henblik på den kemiske analyse.

Del prøven enten ved hjælp af et mekanisk apparat eller i hånden, efter omhyggeligt at have blandet hele prøven på en ren og tør flade. I dette sidste tilfælde er det formålstjenligt at benytte firedelingsmetoden, som består i successivt at udtage fjerdedele i to diagonalt beliggende sektorer. Udtag til sidst med henblik på analysen en mængde på ca. 100 g og findel om fornødent så meget, at hele prøven kan passere igennem en sigte med runde masker på 1 mm i diameter. Fyld straks denne prøve i en tør beholder, der er forsynet med et lufttæt lukke, og luk beholderen til.

Hvis prøven er meget vandholdig, foretages en fortørring for at bringe vandindholdet ned på mellem 8 og 12%. Fortørringen skal ske ved en passende lav temperatur og i tilstrækkelig lang tid.

Reagenser og apparatur

Ved beskrivelsen af analysemetoderne angives der kun de specielle instrumenter eller apparater eller de instrumenter eller apparater, der opfylder særlige normer; det forekommer overflødigt at nævne alle de apparater eller redskaber, der hører med til kontrollaboratoriets sædvanlige instrumentarium.

I øvrigt, når der anføres *vand* til fortyndinger eller vask, drejer det sig altid om *destilleret vand*. På samme måde drejer det sig, når der uden anden angivelse nævnes en *opløsning* af en reagens, altid om en *opløsning i destilleret vand*.

Formulering af resultaterne

Det resultat, der anføres på analyseattesten, er den gennemsnitsværdi, der er opnået ved mindst to bestemmelser. Medmindre der foreligger særlige forskrifter, udtrykkes det i procent af originalprøven, sådan som denne er ankommet til laboratoriet. Resultatet må ikke bestå af flere tal end analysemetodens nøjagtighed tillader.

2. BESTEMMELSE AF BLÅSYRE

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet af blåsyre, fri eller bundet i form af glukosider, i foderstoffer og navnlig i produkter af hørfrø, af maniokmel og af visse bønnearter.

2. Princip

Prøven opslømmes i vandet. Blåsyren fraspaltes ved hjælp af et udtræk af søde mandler (3.1), afdestilleres med vanddamp og opfanges i et bestemt volumen syreopløsning af sølvnitrat. Det udfældede sølvcyanid frafiltreres, og overskuddet af sølvnitrat titreres ved en ammoniumthiocyanatopløsning.

3. Reagenser

- 3.1. Opslemning af søde mandler: findel 20 søde, afskallede mandler i 100 ml vand ved 37 til 40° C. Kontroller, at der i 10 ml af denne opslemning ikke findes blåsyre, enten ved hjælp af et stykke natriumkratpapir eller ved et blindforsøg, som angivet under 5, sidste stykke.
- 3.2. Natriumacetatopløsning på 10 procent neutralt over for fenolftalein.
- 3.3. Skumdæpende emulsion (f.eks. silikon).
- 3.4. Salpetersyre, d: 1,40.
- 3.5. Sølvnitratopløsning: 0,02 N.
- 3.6. Ammoniumthiocyanatopløsning: 0,02 N.
- 3.7. Mættet ammonium-ferrisulfatopløsning.
- 3.8. Ammoniak, d: 0,958.

4. Apparatur

- 4.1. Varmeskab forsynet med en termostat, indstillet på 38° C.
- 4.2. Apparat til vanddampdestillation, forsynet med en køler med et bøjet forlængelsesrør.
- 4.3. 1.000 ml ståkolbe med sleben prop.
- 4.4. Oliebad.
- 4.5. Burette inddelt i 1/20 ml.

5. Fremgangsmåde

Afvej 20 g af prøven med 5 mg nøjagtighed, hæld det i en 1 liters ståkolbe og tilsæt 50 ml vand samt 10 ml opslemmede søde mandler (3.1). Tilprop kolben og lad den stå seksten timer i varmeskabet i 38° C. Efter afkøling til rumtemperatur tilsættes 80 ml vand, 10 ml natriumacetatopløsning (3.2) samt en dråbe skumdæpende emulsion (3.3).

Forbind kolben med vanddampdestillationsapparatet og anbring den i et oliebad, der forinden er bragt op på en temperatur lidt over 100° C. Der afdestilleres 200 à 300 ml væske, idet der samtidigt sendes en kraftig dampstrøm ind i kolben, og idet oliebadet forsigtigt opvarmes. Opfang destillatet i en Erlenmeyerkolbe, der anbringes beskyttet mod lys, og som indeholder 50 ml sølvnitratopløsning 0,02 N (3.5) og 1 ml salpetersyre (3.4). Sorg for, at kølerens forlængelsesrør er nedsænket i sølvnitratopløsningen.

Hæld indholdet af Erlenmeyerkolben op i en 500 ml målekolbe, fyld op med vand, rør om og filtrér. Udtag 250 ml af filtratet, tilsæt ca. 1 ml ammoniumferrisulfatopløsning (3.7) og tilbagetitrer overskuddet af sølvnitrat ved ammoniumthiocyanatopløsningen 0,02 N (3.6) fra buretten inddelt i 1/20 ml.

Udfør eventuelt et blindforsøg med anvendelse af den samme fremgangsmåde med 10 ml opslemning af søde mandler (3.1) i mangel af analyseprøve.

6. Beregning af resultaterne

Hvis blindforsøget viser et forbrug af sølvnitratopløsning 0,02 N, træk denne værdi fra analyseprøve-destillatets sølvnitratforbrug.

1 ml Ag NO₃ 0,02 N svarer til 0,54 mg HCN. Udtryk resultatet i procent af prøven.

7. Bemærkning

Såfremt prøven indeholder en betydelig mængde sulfider (f.eks. fra bønner), dannes der et sort bundfald af sølvsulfid, der frafiltreres sammen med bundfaldet af sølvcyanid. Dannelsen af dette bundfald medfører et forbrug af sølvnitratopløsning 0,02 N, hvis volumen skal trækkes fra det volumen, som kommer i betragtning ved beregningen af indholdet af HCN. Benyt med dette formål for øje følgende fremgangsmåde:

Behndl det frafiltrerede med 50 ml ammoniakvand (3.8) for at opløse sølvcyanidet. Vask remanensen med fortyndet ammoniak og bestem dens indhold af sølv. Omregn den fundne værdi i ml sølvnitratopløsning 0,02 N.

Prøvens indhold af HCN kan ligeledes bestemmes ved titrering af det ammoniakholdige filtrat efter tilsætning af salpetersyre.

3. BESTEMMELSE AF KALCIUM

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet af total calcium i foderstoffer.

2. Princip

Prøven foraskes, asken behandles med saltsyre og calcium, bundfældes i form af calciumoxalat. Efter bundfældets opløsning i svovlsyre titreres den dannede oxalsyre med en kaliumpermanganatopløsning.

3. Reagenser

- 3.1. Saltsyre p.a., d: 1,14.
- 3.2. Salpetersyre p.a., d: 1,40.
- 3.3. Svovlsyre p.a., d: 1,13.
- 3.4. Ammoniakvand p.a., d: 0,98.
- 3.5. Koldmættet ammoniumoxalatopløsning p.a.
- 3.6. Citronsyreopløsning p.a. på 30% (p/v).
- 3.7. Ammoniumkloridopløsning p.a. på 5% (p/v).
- 3.8. Bromkresolgrøntopløsning på 0,04% (p/v).
- 3.9. Kaliumpermanganatopløsning 0,1 N.

4. Apparatur

- 4.1. Elektrisk muffelovn med termostat.
- 4.2. Foraskningsdigler af platin, kvarts eller porcelæn.
- 4.3. Glasfilterdigler, porøsitet G₄.

5. Fremgangsmåde

Afvej ca. 5 g af prøven (eller mere om nødvendigt) med 1 mg nøjagtighed, forask det ved 550° C og fyld det i et 250 ml bægerglas. Tilsæt 40 ml saltsyre (3.1), 60 ml vand og nogle dråber salpetersyre (3.2). Bring det i kog og fortsæt kogningen i 30 minutter. Afkøl, hæld opløsningen op i en 250 ml-målekolbe. Efter skyl bægerglasset og fyld målekolben op med vand til stregen, homogeniser og filtrér.

Udtag med pipette, alt efter prøvens formodede calciumindhold, en alikvot mængde, som indeholder fra 10 til 40 mg calcium, og fyld det i et 250 ml-bægerglas. Tilsæt 1 ml citronsyreopløsning (3.6) og 5 ml ammoniumkloridopløsning (3.7). Fyld op til ca. 100 ml med vand. Bring det i kog, tilsæt 8-10 dråber bromkresolgrøntopløsning (3.8) og 30 ml varm ammoniumoxalatopløsning (3.5). Hvis der viser sig et bundfald, opløs dette ved tilsætning af nogle dråber saltsyre (3.1).

Neutralisér derefter meget langsomt med ammoniak (3.4), under stadig omrøring indtil der opnås en pH af en størrelsesorden mellem 4,4 og 4,6 (indikatorens omslag). Anbring bægerglasset i et bad med kogende vand, lad det blive der i 30 minutter for at lade det dannede bundfald afsætte sig. Fjern bægerglasset fra vandbadet. Lad det stå i en time og filtrér derefter i en glasfilterdigel G₄.

Vask bægerglasset og diglen med vand, indtil overskuddet af ammoniumoxalat er fjernet (at der ikke findes klorid i vaskevandet viser, at vaskningen har været tilstrækkelig).

Opløs bundfaldet på filtret med 50 ml varm svovlsyre (3.3). Skyl diglen med varmt vand og fyld filtratet op til ca. 100 ml. Opvarm til en temperatur af 70-80° C og titrer dråbevis med kaliumpermanganatopløsningen (3.9) indtil der fås en rosa-farvning, som holder sig i 1 minut.

6. Beregning af resultaterne

1 ml kaliumpermanganat 0,1 N svarer til 2,004 mg kalcium. Udtryk det fundne resultat i procent af prøven.

7. Bemærkninger

7.1. Gå frem på følgende måde, når det drejer sig om meget ringe kalciumindhold: Filtrer bundfaldet af kalciumoxalat gennem et askefrit filterpapir. Tør filtret efter vaskningen og forask det ved 550° C i en platindigel. Opløs remanensen med nogle dråber svovlsyre (3.3), inddamp til tørhed, forask på ny ved 550° C og vej. Hvis p udtrykker vægten af det fundne kalciumsulfat, er indholdet af kalcium af den udtagne alikvotte mængde $= p \times 0,2944$.

7.2. Dersom prøven udelukkende består af mineralske stoffer, foretag opløsningen med saltsyre uden forudgående foraskning. Med hensyn til produkter såsom kalciumaluminiumfosfater, der er tungt opløselige i syrer, lav før opløsningen en alkalisk smeltning på følgende måde: Bland omhyggeligt i en platindigel prøven med en ca. fem gange større mængde af en blanding af lige store dele kaliumkarbonat og natriumkarbonat. Opvarm forsigtigt, indtil blandingen er fuldstændig smeltet; afkøl derefter og opløs med saltsyre.

7.3. Hvis prøvens indhold af magnesium er stort, gentages udfælden af kalciumoxalat.

4. BESTEMMELSE AF KARBONATERNE

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme karbonaterne, der konventionelt udtrykkes i kalciumkarbonat, i de fleste foderstoffer. I visse tilfælde (f.eks. ferrokarbonat) må der dog anvendes en særlig metode.

2. Princip

Karbonaterne spaltes med saltsyre; den frigjorte kuldioxid opsamles i et gradinddelt rør og dens volumen sammenlignes med det volumen, der under de samme betingelser frigøres af en bekendt mængde kalciumkarbonat p.a.

3. Reagenser

3.1. Saltsyre, d: 1,10.

3.2. Kalciumkarbonat p.a.

3.3. Svovlsyre ca. 0,1 N, farvet med metylrødt.

4. Apparatur

Apparat efter Scheibler-Dietrich (se skitse) eller tilsvarende apparat.

5. Fremgangsmåde

Vej alt efter prøvens karbonatindhold en prøve som nedenfor angivet:

0,5 g vedrørende de produkter, som indeholder 50 til 100 procent karbonater, udtrykt i kalciumkarbonat;

1 g vedrørende de produkter, som indeholder 10 til 50 procent karbonater, udtrykt i calciumkarbonat;

2 g til 3 g vedrørende de øvrige produkter.

Anbring prøven i apparatets specialflaske (4), der er forsynet med et lille rør af brudsikkert materiale, som indeholder 10 ml saltsyre (3.1), og forbind flasken med apparatet. Drej tregangshanen (5) således at røret (1) står i forbindelse med luften udenfor. Før ved hjælp af det bevægelige rør (2), som er fyldt med farvet svovlsyre (3.3) og forbundet med det gradinddelte rør (1), væskens niveau til nulpunktet på skalaen. Drej hanen (5) således at rørene (1) og (2) kommer i forbindelse med hinanden og kontroller nulpunktet.

Lad saltsyren (3.1) langsomt flyde hen over prøven, idet man hælder flasken (4). Udlign trykket ved at sænke røret (2). Ryst flasken (4) indtil kuldioxydudviklingen er helt ophørt.

Genopret trykket ved at føre væsken tilbage til det samme niveau i rørene (1) og (2). Aflæs efter *nogle minutters forløb*, når volumen er blevet konstant.

Udfør under de samme betingelser et sammenlignende forsøg med 0,5 g calciumkarbonat (3.2).

6. Beregning af resultaterne

Indholdet i g af karbonater, udtrykt i calciumkarbonat, pr. hundrededele af prøven angives ved følgende formel:

$$\frac{V \times 100}{T \times 2 P}$$

hvor:

V = ml CO₂ frigjort af prøven

T = ml CO₂ frigjort af 0,5 g CaCO₃ p.a.

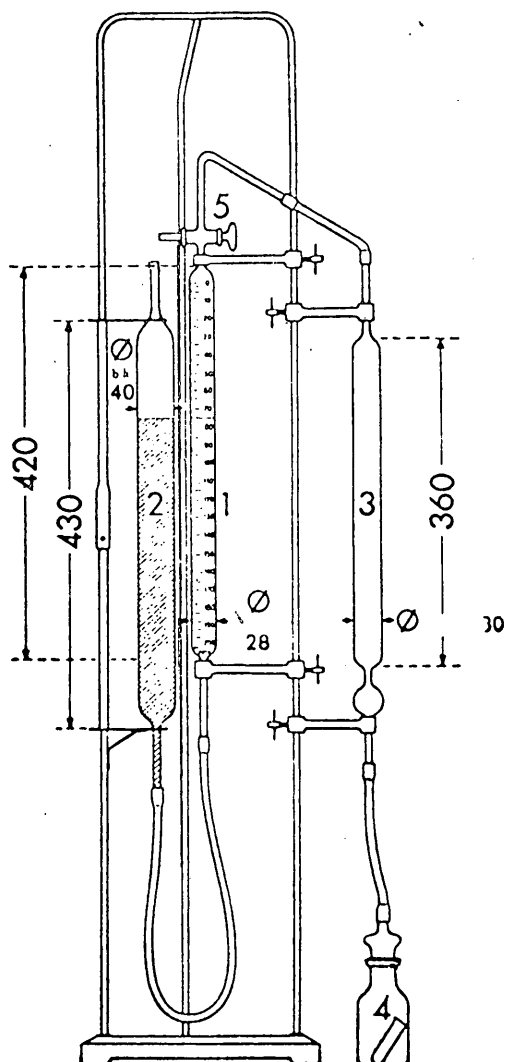
P = vægten af prøven i g

7. Bemærkninger

7.1. Når prøven vejer mere end 2 g, fyld forinden 15 ml destilleret vand i flasken (4) og bland indholdet, før forsøget påbegyndes. Benyt det samme vandvolumen til det sammenlignende forsøg.

7.2. Hvis man bruger et apparat med et andet volumen end Scheibler-Dietrich's, må man afpasse analyseprøven, sammenligningsmængden og resultatberegningen herefter.

APPARAT EFTER SCHEIBLER-DIETRICH



Målestok: 1/8
(Mål angivet i mm)

5. BESTEMMELSE AF RÅASKE

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet af råaske i foderstoffer.

2. Princip

Prøven foraskes ved 550° C; remanensen vejes.

3. Reagenser

Ammoniumnitratopløsning på 20% (p/v).

4. Apparatur

4.1. Varmeplade.

4.2. Elektrisk muffelovn med termostat.

4.3. Foraskningsdigler af platin eller platin-guld-legering (10% Pt, 90% Au), rektangulære (60 × 40 × 25 mm) eller runde (diameter: 60-75 mm, højde: 20-25 mm).

5. Fremgangsmåde

Afvej ca. 5 g af prøven med 1 mg nøjagtighed (2,5 g vedrørende de produkter, der har tendens til at svulme op) i en foraskningsdigel, der i forvejen er udglødet og tareret. Anbring diglen på varmepladen og opvarm progressivt, indtil stoffet forkuller. Stil diglen ind i muffelovnen, der er indstillet på 550° C ± 5° C. Lad den stå i denne temperatur, indtil der fås hvid, lysegrå eller rødlig aske, der tilsyneladende er fri for kulpartikler. Anbring diglen i en eksikkator, lad den afkøle og vej den med det samme.

6. Beregning af resultaterne

Beregn vægten af remanensen, idet taraen trækkes fra.

Udtryk resultatet i procent af prøven.

7. Bemærkninger

7.1. Asken af de *stoffer, der er vanskelige at foraske*, skal underkastes en første foraskning på mindst tre timer, afkøles og tilsættes nogle dråber ammoniumnitratopløsning på 20% (dog forsigtigt for at undgå, at asken spredes eller klæber fast). Fortsæt foraskning efter tørring i et varmeskab.

Gentag eventuelt operationen indtil den fuldstændige foraskning.

7.2. Ved stoffer, der ikke kan behandles efter den under 7.1. beskrevne metode, benyttes følgende fremgangsmåde: Efter en tre timers foraskning bringes asken ved hjælp af varmt vand over på et lille askefrit filter. Forask filtret og dets indhold i den oprindelige digel. Anbring filtratet i den afkølede digel, inddamp til tørhed, forask og vej.

7.3. Når det drejer sig om *olier og fedtstoffer*, vej nøjagtigt en prøve på ca. 25 g i en digel af passende størrelse. Forkul den ved at antænde stoffet ved hjælp af en lunte af askefrit filtrerpapir. Fugt efter forbrændingen med den mindste mængde vand, der er nødvendig. Tør og forask som angivet under 5.

6. BESTEMMELSE AF ASKE UOPLØSELIG I SALTSYRE

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet i foderstoffer af mineralske bestanddele, som er uopløselige i saltsyre. Der er fastsat to fremgangsmåder alt afhængig af prøvens art.

- 1.1. *Fremgangsmåde A*: finder anvendelse på ublandede organiske foderstoffer og på de fleste blandede foderstoffer;
- 1.2. *Fremgangsmåde B*: finder anvendelse på mineralstoffer og mineralstofblandinger såvel som på de blandede foderstoffer, hvis indhold af aske uopløselig i saltsyre, bestemt efter fremgangsmåde A, er større end 1%.

2. Princip

- 2.1. *Fremgangsmåde A*: Prøven foraskes, asken koges med saltsyre, og den uopløselige remanens frafiltreres og vejes.
- 2.2. *Fremgangsmåde B*: Prøven behandles med saltsyre. Opløsningen filtreres, remanensen foraskes, og den fundne aske behandles som under A beskrevet.

3. Reagenser

- 3.1. Saltsyre 3 N.
- 3.2. Trikloredikesyreopløsning på 20% (p/v).
- 3.3. Trikloredikesyreopløsning på 1% (p/v).

4. Apparatur

- 4.1. Varmeplade.
- 4.2. Elektrisk muffelovn med termostat.
- 4.3. Foraskningsdigler af platin eller af en platin-guld-legering (10% Pt, 90% Au), rektangulære (60 × 40 × 25 mm) eller runde (diameter: 60-75 mm, højde: 20-25 mm).

5. Fremgangsmåde

5.1. *Fremgangsmåde A*

Forask prøven efter den fremgangsmåde, der er beskrevet for bestemmelsen af råaske. Man kan også benytte den aske, der opnås ved denne bestemmelse.

Asken anbringes i et bægerglas på 250 til 400 ml med 75 ml saltsyre 3 N (3.1). Bring forsigtigt væsken i sagte kogning og fortsæt med denne i 15 minutter. Filtrér den varme opløsning gennem et askefrit filterpapir og vask remanensen med varmt vand, indtil den sure reaktion forsvinder. Tør filtret, der indeholder remanensen, og forask i en tareret digel ved en temperatur af mindst 550° C og højst 700° C. Afkøl i en eksikator og væj.

5.2. *Fremgangsmåde B*

Afvej 5 g af prøven med 1 mg nøjagtighed og anbring den i et bægerglas til 250-400 ml. Tilsæt 25 ml vand og derefter 25 ml saltsyre 3 N (3.1), bland og vent, til opbrusningen er standset. Tilsæt yderligere 50 ml saltsyre 3 N (3.1). Vent, indtil en eventuel luftudvikling er færdig, anbring derefter bægerglasset i et kogende vandbad og lad det stå dér i 30 minutter eller mere, om nødvendigt, for fuldstændigt at hydrolysere den eventuelt forekommende stivelse.

Varmfiltrér gennem filter og vask filtret ved hjælp af 50 ml varmt vand (se bemærkning 7). Anbring filtret, der indeholder remanensen, i en foraskningsdigel; tør og forask ved en temperatur på mindst 550° C og højst 700° C. Anbring derefter asken i et bægerglas til 250-400 ml med 75 ml saltsyre 3 N (3.1); fortsæt som angivet under 5.1, andet stykke.

6. Beregning af resultaterne

Beregn vægten af remanensen, idet taraen trækkes fra. Udtryk resultatet i procent af prøven.

7. Bemærkning

Hvis filtreringen viser sig vanskelig, gentag bestemmelsen, idet de 50 ml saltsyre 3 N erstattes med 50 ml trikloredikesyreopløsning på 20% (3.2), og idet filtret vaskes med en varm trikloredikesyreopløsning på 1% (3.3).

7. BESTEMMELSE AF KLOR AF KLORIDER

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme klor af vandopløselige klorider, der konventionelt udtrykkes i natriumklorid. Den kan anvendes på alle foderstoffer.

2. Princip

Kloriderne opløses i vand. Dersom produktet indeholder organiske stoffer, foretages en klaring. Opløsningen gøres sur ved tilsætning af lidt salpetersyre, og kloriderne bundfældes i form af sølvklorid ved hjælp af en sølvnitratopløsning. Overskuddet af sølvnitrat titreres ved en ammoniumthiocyanatopløsning efter Volhards metode.

3. Reagenser

- 3.1. Ammoniumthiocyanatopløsning 0,1 N.
- 3.2. Sølvnitratopløsning 0,1 N.
- 3.3. Mættet ammonium-ferrisulfatopløsning.
- 3.4. Salpetersyre, d: 1,38.
- 3.5. Diethylæter p.a.
- 3.6. Acetone p.a.
- 3.7. Carrez-opløsning I: Opløs i vand 24 g zinkacetat, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ og 3 g iseddike. Fyld op til 100 ml med vand.
- 3.8. Carrez-opløsning II: Opløs i vand 10,6 g kaliumferrocyanid, $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$. Fyld op til 100 ml med vand.
- 3.9. Aktivt kul p.a., kloridfrit og ikke-kloridadsorberende.

4. Apparatur

Mekanisk rysteapparat: ca. 35-40 omdrejninger i minuttet.

5. Fremgangsmåde

5.1. Forberedelse af opløsningen

Forbered, alt efter prøvens art, en opløsning som angivet under 5.1.1., 5.1.2 eller 5.1.3.

Udfør til sammenligning et *blindforsøg* uden analyseprøve.

5.1.1. *Prover uden organisk stof*

Afvej en analyseprøve med 1 mg nøjagtighed (ikke mere end 10 g), der ikke indeholder mere end 3 g klor i form af klorider, og anbring den i en 500 ml-målekolbe med 400 ml vand på ca. 20° C. Bland igennem 30 minutter i rysteapparatet, fyld op til strengen, homogenisér og filtrér.

5.1.2. *Prover, der indeholder organiske stoffer, med undtagelse af de under 5.1.3. anførte*

Afvej ca. 5 g af prøven med 1 mg nøjagtighed og anbring den med 1 g aktivt kul i en 500 ml-målekolbe. Tilsæt 400 ml vand på ca. 20° C og 5 ml Carrez-opløsning I (3.7). Ryst og tilsæt derefter 5 ml Carrez-opløsning II (3.8). Bland igennem 30 minutter i rysteapparatet, fyld op til strengen, homogenisér og filtrér.

5.1.3. *Bagt foder, horfrokager og horfroskrå, produkter med et stort indhold af horfroskra og andre produkter med et stort indhold af planteslim eller af kolloidale stoffer (f.eks. forklistret stivelse)*

Forbered opløsningen som angivet under 5.1.2, men filtrér ikke. Dekanter (om nødvendigt centrifugér), udtag med pipette 100 ml af den øverste fase og fyld dette i en 200 ml-målekolbe. Bland med acetone (3.6) og fyld op til strengen med denne opløsningsvæske. Homogenisér og filtrér.

5.2. Titring

Påfyld med pipette en Erlenmeyerkolbe 25-100 ml af filtratet (alt efter det formodede klorindhold), der er opnået efter 5.1.1, 5.1.2 eller 5.1.3. Den alikvotte mængde må ikke indeholde mere end 150 mg klor (Cl). Fortynd om nødvendigt med vand op til mindst 50 ml, tilsæt 5 ml salpetersyre (3.4), 20 ml mættet ammonium-ferrisulfatopløsning (3.3) og 2 dråber ammoniumthiocyanatopløsning (3.1), der påfyldes ved hjælp af en burette, som er fyldt til nulpunktstregen. Påfyld dernæst ved hjælp af en burette sølvnitratopløsningen (3.2), således at der opnås et overskud på 5 ml. Tilsæt 5 ml diæthylæter (3.5) og ryst kraftigt for at sikre fuldstændig udfældning.

Titrer overskuddet af sølvnitrat med ammoniumthiocyanatopløsning (3.1), indtil omslaget til den brun-røde farve har holdt sig i et minut.

6. Beregning af resultaterne

Mængden af klor (p), udtrykt i natriumklorid, som er til stede i det volumen filtrat, der er udtaget til titring, beregnes efter følgende formel:

$$p = 5,845 (V_1 - V_2) \text{ mg}$$

hvor: V_1 = tilsatte ml sølvnitratopløsning 0,1 N.

V_2 = ml ammoniumthiocyanatopløsning 0,1 N, forbrugt ved titringen.

Hvis blindforsøget viser et forbrug af sølvnitratopløsning 0,1 N, træk denne værdi fra volumenet ($V_1 - V_2$).

Udtryk resultatet i procent af prøven.

7. Bemærkninger

7.1. Titringen kan også foregå ved potentiometri.

7.2. Ved meget fedtholdige produkter foretages der en forudgående affedtning med diæthylæter eller petroleumsæter.

7.3. Ved fiskemel kan titringen finde sted efter Mohr-metoden.

8. BESTEMMELSE AF SENNEPSOLIE

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet af sennepsolie, der kan destilleres med vanddamp, og som udtrykkes i allylthiocyanat, i foderkager af arterne Brassica og Sinapis såvel som i sennepsolieholdige foderblandinger.

2. Princip

Prøven opslømmes i vand. Sennepsolierne fraspaltes ved hjælp af et udtræk af hvid sennep (3.1), afdestilleres efter tilsætning af ætanol og optages i fortyndet ammoniakopløsning. Opløsningen varmebehandles med et bestemt volumen sølvnitratopløsning, afkøles og filtreres. Overskuddet af sølvnitrat tilbage titreres med ammoniumthiocyanatopløsning.

3. Reagenser

3.1. Hvid sennep (*Sinapis alba*).

3.2. Ætanol, 95-96% (v/v).

3.3. Skumdæpende emulsion (f.eks. silicone).

3.4. Ammoniakopløsning, d: 0,958.

3.5. Sølvnitratopløsning 0,1 N.

3.6. Ammoniumthiocyanatopløsning 0,1 N.

3.7. Salpetersyre, d: 1,40.

3.8. Mættet ammonium-ferrisulfatopløsning.

4. Apparatur

- 4.1. 500 ml-ståkolber med sleben prop.
- 4.2. Destillationsapparat med køler og en anordning, der forhindrer, at smådråber føres med.

5. Fremgangsmåde

Afvej 10 g af prøven med 1 mg nøjagtighed, kom dem i en 500 ml-ståkolbe og tilsæt 2 g fint revet hvid sennep (enzymbærer) (3.1) samt 200 ml vand på 20° C. Sæt proppen i kolben og lad den stå i ca. to timer ved 20° C, idet der rystes hyppigt. Tilsæt derpå 40 ml ætanol (3.2) og en dråbe skumdæpende emulsion (3.3). Afdestillér ca. 150 ml og opfang destillatet i en 250 ml-målekolbe, som indeholder 20 ml ammoniak (3.4), idet der sørges for, at kølerens endestykke er nedsænket i væsken. Kom 50 ml sølvnitratopløsning 0,1 N (3.5) (eller mere om nødvendigt) i ammoniakopløsningen, anbring en lille tragt oven på målekolben og varm blandingen i en time over et kogende vandbad. Lad afkøle, fyld op til stregen med vand, ryst og filtrér. Udtag 100 ml af det klare filtrat, tilsæt 5 ml salpetersyre (3.7) og ca. 5 ml ammonium-ferrisulfatopløsning (3.8). Tilbagetitrér overskuddet af sølvnitrat med ammoniumthiocyanatopløsningen 0,1 N (3.6).

Foretag et *blindforsøg* under anvendelse af den samme fremgangsmåde med 2 g fint revet hvid sennep uden analyseprøve.

6. Beregning af resultaterne

Træk volumen af sølvnitratopløsning 0,1 N, som er forbrugt i blindforsøget, fra volumen, der er forbrugt i analyseprøveopløsningen. Den fundne værdi angiver antallet af ml sølvnitratopløsning 0,1 N forbrugt af analyseprøvens sennepsolie. 1 ml Ag NO₃ 0,1 N svarer til 4,956 mg allylisothiocyanat. Udtryk resultatet i procent af prøven.

9. BESTEMMELSE AF LAKTOSE

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet af laktose i foderstoffer, som indeholder mere end 0,5% heraf.

2. Princip

Sukkeret opløses i vand. Opløsningen underkastes en gæring med *Saccharomyces cerevisiae*, som ikke angriber laktosen. Efter klaring og filtrering bestemmes filtratets laktose indhold ved Luff-Schoorl-metoden.

3. Reagenser

- 3.1. *Saccharomyces cerevisiae*-suspension: Opslem 25 g frisk gær i 100 ml vand. Suspensionen kan holde sig højest en uge i køleskab.
- 3.2. Carrez-opløsning I: Opløs i vand 24 g zinkacetat Zn (CH₃COO)₂ · 2 H₂O og 3 g iseddike. Fyld op til 100 ml med vand.
- 3.3. Carrez-opløsning II: Opløs i vand 10,6 g kaliumferrocyanid K₄ Fe(CN₆) · 3 H₂O. Fyld op til 100 ml med vand.
- 3.4. Reagens efter Luff-Schoorl:

Hæld under forsigtig omrystning citronsyreopløsningen (3.4.2) i natriumkarbonatopløsningen (3.4.3). Tilsæt derefter kobbersulfatopløsningen (3.4.1) og fyld op til 1 liter med vand. Lad den stå natten over og filtrér. Kontroller normaliteten af den således fremstillede reagens (Cu 0,1 N; Na₂CO₃ 2 N). Opløsningens pH-værdi skal være ca. 9,4.

 - 3.4.1. Kobbersulfatopløsning: Opløs 25 g kobbersulfat p.a., Cu SO₄ · 5 H₂O, fri for jern, i 100 ml vand.
 - 3.4.2. Citronsyreopløsning: Opløs 50 g citronsyre p.a., C₆H₈O₇ · H₂O i 50 ml vand.
 - 3.4.3. Natriumkarbonatopløsning: Opløs 143,8 g vandfri natriumkarbonat p.a. i ca. 300 ml varmt vand. Lad afkøle.

- 3.5. Pimpstengranulater udkogt i saltsyre, vasket med vand og tørret.
- 3.6. Kaliumjodidopløsning på 30% (p/v).
- 3.7. Svovlsyre 6 N.
- 3.8. Natriumthiosulfatopløsning 0,1 N.
- 3.9. Stivelsesopløsning: Kom en blanding af 5 g opløselig stivelse i 30 ml vand ned i 1 liter kogende vand. Lad koge i tre minutter, lad afkøle og tilsæt eventuelt 10 mg merkuriiodid som konserveringsmiddel.

4. Apparatur

Vandbad forsynet med en termostat, indstillet til 38-40° C.

5. Fremgangsmåde

Afvej 1 g af prøven med 1 mg nøjagtighed og anbring denne analyseprøve i en 100 ml-målekolbe. Tilsæt 25-30 ml vand. Anbring kolben i 30 minutter i et kogende vandbad og afkøl derefter til ca. 35° C. Tilsæt 5 ml gærsuspension (3.1) og homogeniser. Lad kolben stå i to timer i et vandbad ved en temperatur på 38-40° C. Afkøl derpå til ca. 20° C.

Tilsæt 2,5 ml Carrez-opløsning I (3.2) og ryst blandingen i 30 sekunder; tilsæt dernæst 2,5 ml Carrez-opløsning II (3.3) og ryst påny i 30 sekunder. Fyld op til 100 ml med vand, bland og filtrér. Udtag med pipette en mængde filtrat, der ikke overstiger 25 ml, og som så vidt muligt indeholder 40-80 mg laktose, og fyld det på en 300 ml-Erlenmeyerkolbe. Om nødvendigt kan der fyldes op til 25 ml med vand.

Foretag på samme måde et *blindforsøg* med 5 ml gærsuspension (3.1).

Bestem som følger laktoseindholdet efter Luff-Schoorl: Tilsæt nøjagtigt 25 ml af reagensen efter Luff-Schoorl (3.4) og to pimpstengranulater (3.5). Opvarm under omrystning med hånden over en fri flamme af middelhøjde og bring væsken i kog på ca. 2 minutter. Anbring umiddelbart derefter Erlenmeyerkolben på et asbesttrådned med et hul af ca. 6 cm's diameter, og hvorunder man i forvejen har tændt en flamme. Denne er afpasset således, at alene Erlenmeyerkolbens bund opvarmes. Forbind dernæst kolben med en tilbagestrømningskøler. Fra dette øjeblik lader man væsken koge i nøjagtigt 10 minutter. Afkøl umiddelbart derefter i koldt vand og titrer ca. fem minutter senere som følger:

Tilsæt 10 ml kaliumjodidopløsning (3.6) og straks efter, men forsigtigt (på grund af risikoen for dannelse af skum i stor mængde) 25 ml svovlsyre 6 N (3.7). Titrér så med natriumthiosulfatopløsningen 0,1 N (3.8), indtil der viser sig en matgul farve, tilsæt stivelse (3.9) som indikator og gør titreringen færdig.

Foretag den samme titrering i en nøjagtigt udmålt blanding af 25 ml reagens efter Luff-Schoorl (3.4) og 25 ml vand, efter at have tilsat 10 ml kaliumjodidopløsning (3.6) og 25 ml svovlsyre 6 N (3.7), uden forudgående opvarmning.

6. Beregning af resultaterne

Beregn ved hjælp af nedenstående tabel den mængde laktose i mg, der svarer til forskellen mellem resultaterne af de to titreringer, udtrykt i ml natriumthiosulfatopløsning 0,1 N.

Udtryk resultatet, der svarer til indholdet af vandfri laktose, i procent af prøven.

7. Bemærkning

Med hensyn til de produkter, der indeholder mere end 40% gæringsdygtigt sukker, skal der benyttes mere end 5 ml gærsuspension (3.1).

Tablet over værdierne for 25 ml reagens efter Luff-Schoorl
ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N, to minutters opvarmning, 10 minutters kogning

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N	Glukose, fruktose inverteret sukker $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$		Laktose $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$		Maltose $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$		$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N
	ml	mg	forskel	mg	forskel	mg	
1	2,4	2,4	3,6	3,7	3,9	3,9	1
2	4,8	2,4	7,3	3,7	7,8	3,9	2
3	7,2	2,5	11,0	3,7	11,7	3,9	3
4	9,7	2,5	14,7	3,7	15,6	4,0	4
5	12,2	2,5	18,4	3,7	19,6	3,9	5
6	14,7	2,5	22,1	3,7	23,5	4,0	6
7	17,2	2,6	25,8	3,7	27,5	4,0	7
8	19,8	2,6	29,5	3,7	31,5	4,0	8
9	22,4	2,6	33,2	3,8	35,5	4,0	9
10	25,0	2,6	37,0	3,8	39,5	4,0	10
11	27,6	2,7	40,8	3,8	43,5	4,0	11
12	30,3	2,7	44,6	3,8	47,5	4,1	12
13	33,0	2,7	48,4	3,8	51,6	4,1	13
14	35,7	2,8	52,2	3,8	55,7	4,1	14
15	38,5	2,8	56,0	3,9	59,8	4,1	15
16	41,3	2,9	59,9	3,9	63,9	4,1	16
17	44,2	2,9	63,8	3,9	68,0	4,2	17
18	47,1	2,9	67,7	4,0	72,2	4,3	18
19	50,0	3,0	71,7	4,0	76,5	4,4	19
20	53,0	3,0	75,7	4,1	80,9	4,5	20
21	56,0	3,1	79,8	4,1	85,4	4,6	21
22	59,1	3,1	83,9	4,1	90,0	4,6	22
23	62,2		88,0		94,6		23

10. BESTEMMELSE AF KALIUM

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet af kalium i foderstoffer.

2. Princip

Prøven foraskes og asken bringes til opløsning i saltsyre. Opløsningens indhold af kalium bestemmes ved flammefotometri under tilsætning af cæsiumklorid og af aluminiumnitrat. Tilsætningen af disse substanser forhindrer i vidt omfang interferensen af forstyrrende faktorer.

3. Reagenser

3.1. Saltsyre p.a., d: 1,12.

3.2. Cæsiumklorid, p.a.

3.3. Aluminiumnitrat, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$, kemisk rent.

3.4. Kaliumklorid, p.a., vandfrit.

3.5. Stødpudeopløsning: Opløs i vand 50 g cæsiumklorid (3.2) og 250 g aluminiumnitrat (3.3), fyld op til 1 liter med vand og homogenisér. Opbevar opløsningen i plastikflasker.

3.6. Kalium-standardopløsning: Opløs i vand 1,907 g kaliumklorid (3.4), idet der tilsættes 5 ml saltsyre (3.1); fyld op til 1 liter med vand og homogenisér. Opbevar opløsningen i plastikflasker. 1 ml af denne opløsning indeholder 1,00 mg kalium.

4. Apparat

4.1. Forskningsdigler af platin, kvarts eller porcelæn, eventuelt forsynet med låg.

4.2. Elektrisk muffelovn med termostat.

4.3. Flammefotometer.

5. Fremgangsmåde

5.1. Analyse af prøven

Afvej 10 g af prøven med 10 mg nøjagtighed i en forskningsdigel og forask substansen ved 450° C i tre timer. Efter afkøling overtøres forskningsresten kvantitativt ved hjælp af 250-300 ml vand, derefter med 50 ml saltsyre (3.1), i en 500 ml-målekolbe. Efter at en eventuel kuldioxydudvikling er ophørt, opvarmes opløsningen og opbevares i to timer ved en temperatur på ca. 90° C, idet den omrystes fra tid til anden. Lad den afkøle til rumtemperatur, fyld den op til strengen med vand, omryst den og filtrér. Påfyld en 100 ml-målekolbe en alikvot del af filtratet, som indeholder højst 1,0 mg kalium, tilsæt 10,0 ml stødpudeopløsning (3.5), fyld op til strengen med vand og homogenisér. Ved højere kaliumindhold må analyseopløsningen fortyndes i passende forhold, før der tilsættes stødpudeopløsning. Følgende tabel anføres til orientering vedrørende en analyseprøve på ca. 10 g:

rovns formodede kaliumindhold (% K)	Fortyndingsforhold	Opløsningens alikvotte del i ml
indtil 0,1	—	50
0,1 til 0,5	—	10
0,5 til 1,0	—	5
1,0 til 5,0	1 : 10	10
5,0 til 10,0	1 : 10	5
10,0 til 20,0	1 : 20	5

Udfør målingen ved flammefotometri ved en bølgelængde på 763 nm.

Beregn resultatet ved hjælp af standardkurven.

5.2. Standardkurven

Påfyld en 250 ml-målekolbe nøjagtigt 10 ml af standardopløsningen (3.6), fyld op til strengen med vand og homogenisér. Påfyld med pipette 100 ml-målekolber 5, 10, 15, 20 og 25 ml af denne opløsning, svarende henholdsvis til kaliummængder på 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 og 1,0 mg. Suppler rækken med en kontrolkolbe uden standardopløsning. I hver kolbe tilsættes 10,0 ml stødpudeopløsning (3.5); der fyldes op til strengen med vand, og der homogeniseres. Udfør de under 5.1 angivne målinger. Indstillingskurvens forløb er i almindelighed lineær indtil en koncentration af 1 mg kalium i 100 ml opløsning.

6. Beregning af resultaterne

Udtryk resultatet i procent af prøven.

7. Bemærkning

Tilsætningen af stødpudeopløsning (3.5) for at forhindre interferens af forstyrrende faktorer er ikke altid nødvendig.

11. BESTEMMELSE AF NATRIUM

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet af natrium i foderstoffer.

2. Princip

Prøven foraskes, og asken bringes til opløsning i saltsyre. Opløsningens indhold af natrium bestemmes ved flammefotometri under tilsætning af cæsiumklorid og af aluminiumnitrat. Tilsætningen af disse substanser forhindrer i vidt omfang interferensen af forstyrrende faktorer.

3. Reagenser

3.1. Saltsyre p.a., d: 1.12.

3.2. Cæsiumklorid, p.a.

- 3.3. Aluminiumnitrat, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$, kemisk rent.
- 3.4. Natriumklorid, p.a., vandfrit.
- 3.5. Stødpudeopløsning: Opløs i vand 50 g cæsiumklorid (3.2) og 250 g aluminiumnitrat (3.3), fyld op til 1 liter med vand og homogeniser. Opbevar opløsningen i plastikflasker.
- 3.6. Natrium-standardopløsning: Opløs i vand 2,542 g natriumklorid (3.4), idet der tilsættes 5 ml saltsyre (3.1); fyld op til 1 liter med vand og homogeniser. Opbevar opløsningen i plastikflasker. 1 ml af denne opløsning indeholder 1,00 mg natrium.

4. Apparatur

- 4.1. Foraskningsdigler af platin, kvarts eller porcelæn, eventuelt forsynet med låg.
- 4.2. Elektrisk muffelovn med termostat.
- 4.3. Flammefotometer.

5. Fremgangsmåde

5.1. Analyse af prøven

Afvej 10 g af prøven med 10 mg nøjagtighed i en foraskningsdigel og forask substansen ved 450°C i tre timer. Undgå overophedning (antændelse). Efter afkøling overføres foraskningsresten kvantitativt ved hjælp af 250-300 ml vand, derefter af 50 ml saltsyre (3.1), i en 500 ml-målekolbe. Efter at en eventuel kuldioxydudvikling er ophørt, opvarmes opløsningen og opbevares i to timer ved en temperatur på ca. 90°C , idet den omrystes fra tid til anden. Lad den afkøle til rumtemperatur, fyld den op til stregen med vand, omryst den og filtrér. Påfyld en 100 ml-målekolbe en ækvot del af filtratet, som indeholder højst 1,0 mg natrium, tilsæt 10,0 ml stødpudeopløsning (3.5), fyld op til stregen med vand og homogeniser. Ved højere natriumindhold må analyseopløsningen fortyndes i passende forhold, før der tilsættes stødpudeopløsning. Følgende tabel anføres til orientering vedrørende en analyseprøve på ca. 10 g:

Prøvens formodede natriumindhold (% Na)	Fortyndingsforhold	Opløsningens alikvotte del i ml
indtil 0,1	—	50
0,1 til 0,5	—	10
0,5 til 1,0	—	5
1,0 til 5,0	1 : 10	10
5,0 til 10,0	1 : 10	5
10,0 til 20,0	1 : 20	5

Udfør målingen ved flammefotometri ved en bølgelængde på 589 nm.

Beregn resultatet ved hjælp af standardkurven.

5.2. Standardkurven

Påfyld en 250 ml-målekolbe nøjagtigt 10 ml af standardopløsningen (3.6), fyld op til stregen med vand og homogeniser. Påfyld med pipette 100 ml-målekolbe 5, 10, 15, 20 og 25 ml af denne opløsning, svarende henholdsvis til natriummængder på 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 og 1,0 mg. Supplér rækken med en kontrolkolbe uden standardopløsning. I hver kolbe tilsættes 10,0 ml stødpudeopløsning (3.5); der fyldes op til stregen med vand, og der homogeniseres. Udfør de under 5.1 angivne målinger. Standardkurvens forløb er i almindelighed lineær indtil en koncentration af 1 mg natrium i 100 ml opløsning.

6. Beregning af resultaterne

Udtryk resultatet i procent af prøven.

7. Bemærkninger

- 7.1. Vedrørende de produkter, hvis indhold af natrium er større end 4%, er det at foretrække at foraske substansen igennem to timer i en digel forsynet med et låg. Tilsæt efter afkøling vand, opslem remanensen ved omrøring med en platintråd, tør og forask på ny igennem to timer i diglen med låg.

- 7.2. Hvis produktet udelukkende består af mineralstoffer, opløses prøven uden forudgående for-
aaskning.

12. BESTEMMELSE AF SUKKER

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme reducerende sukker og totalsukker efter invertering, udtrykt i glukose eller ved omregning med faktoren 0,95 i sakkarose. Metoden finder anvendelse på foderblandinger. Der er fastsat særlige metoder for andre foderstoffer. Eventuelt må laktosen bestemmes særskilt, og der må tages hensyn hertil ved beregningen af resultaterne.

2. Princip

Sukkeret opløses i fortyndet ætanol; opløsningen klares ved hjælp af Carrez-reagenserne I og II. Efter afdampning af ætanol foretages bestemmelserne før og efter inverteringen efter Luff-Schoorl-metoden.

3. Reagenser

- 3.1. Ætanol 40% (v/v), d: 0,948 ved 20° C, indstillet på fenoltaleins omslagspunkt.
- 3.2. Carrez-opløsning I: Opløs i vand 24 g zinkacetat $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2 H_2O$ og 3 g iseddike. Fyld op til 100 ml med vand.
- 3.3. Carrez-opløsning II: Opløs i vand 10,6 g kaliumferrocyanid, $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3 H_2O$. Fyld op til 100 ml med vand.
- 3.4. Metylorangeopløsning 0,1% (p/v).
- 3.5. Saltsyre 4 N.
- 3.6. Saltsyre 0,1 N.
- 3.7. Natriumhydroxydopløsning 0,1 N.
- 3.8. Reagens efter Luff-Schoorl:

Hæld under forsigtig omrystning citronsyreopløsningen (3.8.2) i natriumkarbonatopløsningen (3.8.3). Tilsæt derefter kobbersulfatopløsningen (3.8.1) og fyld op til 1 liter med vand. Lad den stå natten over og filtrér. Kontroller normaliteten af den således opnåede reagens (Cu 0,1 N; Na_2CO_3 2 N). Opløsningens pH-værdi skal være ca. 9,4.
- 3.8.1. Kobbersulfatopløsning: Opløs 25 g kobbersulfat p.a., $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$, frit for jern i 100 ml vand.
- 3.8.2. Citronsyreopløsning: Opløs 50 g citronsyre p.a., $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$, i 50 ml vand.
- 3.8.3. Natriumkarbonatopløsning: Opløs 143,8 g vandfrit natriumkarbonat p.a. i ca. 300 ml varmt vand. Lad afkøle.
- 3.9. Natriumthiosulfatopløsning 0,1 N.
- 3.10. Stivelsesopløsning: 5 g opløselig stivelse tilsættes 30 ml vand og opblandes i 1 liter kogende vand. Der koges i tre minutter, lad afkøle og tilsæt eventuelt 10 mg merkurijodid som konserveringsmiddel.
- 3.11. Svovlsyre 6 N.
- 3.12. Kaliumjodidopløsning på 30% (p/v).
- 3.13. Pimpstengranulater udkogt i saltsyre, vasket med vand og tørret.
- 3.14. Isopentanol.

4. Apparatur

Mekanisk rysteapparat: ca. 35-40 omdrejninger i minuttet.

5. Fremgangsmåde

5.1. Opløsning

Afvej 2,5 g af prøven med 1 mg nøjagtighed og kom den i en 250 ml-målekolbe. Tilsæt 200 ml ætanol (3.1) og bland i 1 time i rysteapparatet. Tilsæt 5 ml af Carrez-opløsningen I (3.2) og omryst i et minut. Tilsæt derefter 5 ml Carrez-opløsning II (3.3) og omryst på ny i et minut. Fyld op til strengen med ætanol (3.1), homogeniser og filtrér. Udtag 200 ml af filtratet og inddamp til ca. halvdelen af volumen, hvorved størstedelen af ætanol fordampes. Overfør kvantitativt fordampningsresten ved hjælp af varmt vand i en 200 ml-målekolbe, afkøl, fyld op til strengen med vand, homogeniser, og, om nødvendigt, filtrér. Denne opløsning benyttes til bestemmelsen af reducerende sukker samt, efter invertering, til bestemmelsen af totalsukker.

5.2. Bestemmelse af reducerende sukker

Udtag med pipette en mængde opløsning, der ikke overstiger 25 ml, og som indeholder under 60 mg reducerende sukker, udtrykt i glukose. Fyld om nødvendigt op til 25 ml med destilleret vand og bestem indholdet af reducerende sukker efter Luff-Schoorl. Resultatet udtrykkes i procent glukose.

5.3. Bestemmelse af totalsukker efter invertering

Udtag med pipette 50 ml opløsning, der hældes i en 100 ml-målekolbe. Tilsæt nogle dråber metylorangeopløsning (3.4) og derpå, forsigtigt og under stadig omrystning, saltsyre 4 N (3.5) indtil et tydeligt omslag til rødt. Tilsæt 15 ml saltsyre 0,1 N (3.6), anbring kolben i et vandbad i stærk kogning og lad den stå der i 30 minutter. Afkøl hurtigt til ca. 20° C og tilsæt 15 ml natriumhydroxydopløsning 0,1 N (3.7). Fyld op til 100 ml med vand og homogeniser. Udtag en mængde, der ikke overstiger 25 ml, og som indeholder mindre end 60 mg reducerende sukker, udtrykt i glukose. Fyld om nødvendigt op til 25 ml med destilleret vand og bestem indholdet af reducerende sukker efter Luff-Schoorl. Resultatet udtrykkes i procent glukose eller ved at multiplicere med faktoren 0,95 i sakkarose.

5.4. Titring efter Luff-Schoorl

Udtag med pipette 25 ml af reagensen efter Luff-Schoorl (3.8) og hæld dem i en 300 ml-Erlenmeyerkolbe; tilsæt 25 ml, der skal udmåles nøjagtigt, af den klarede sukkeropløsning. Tilsæt to pimpstengranulater (3.13), opvarm under omrystning med hånden over fri flamme af middel-højde og bring væsken i kog på ca. to minutter. Anbring umiddelbart derefter Erlenmeyerkolben på et metalrâdsdug, som er forsynet med et asbestrâdnet med et hul af ca. 6 cm's diameter, og hvorunder man i forvejen har tændt en flamme. Denne er afpasset således, at alene Erlenmeyerkolbens bund opvarmes. Forbind dernæst kolben med en tilbagestrømningskøler. Fra dette øjeblik lader man væsken koge i nøjagtigt ti minutter. Afkøl umiddelbart derefter i koldt vand og titrer ca. fem minutter senere som følger:

Tilsæt 10 ml kaliumjodidopløsning (3.12) og straks efter, men forsigtigt (på grund af risikoen for dannelse af skum i stor mængde) 25 ml svovlsyre 6 N (3.11). Titrér så med natriumthiosulfatopløsningen 0,1 N (3.9), indtil der viser sig en matgul farve, tilsæt stivelse (3.10) som indikator og gør titreringen færdig.

Foretag den samme titring i en nøjagtigt udmålt blanding af 25 ml reagens efter Luff-Schoorl (3.8) og 25 ml vand, efter at have tilsat 10 ml kaliumjodidopløsning (3.12) og 25 ml svovlsyre 6 N (3.11), uden dog at bringe det i kog.

6. Beregning af resultaterne

Beregn ved hjælp af tabellen den mængde glukose i mg, der svarer til forskellen mellem resultaterne af de to titringer, udtrykt i ml natriumthiosulfatopløsning 0,1 N.

Udtryk resultatet i procent af prøven.

7. Specielle fremgangsmåder

7.1. Vej ved meget melasseholdige foderstoffer og andre lidet homogene foderstoffer 20 g og anbring dem i en 1 liter-målekolbe med 500 ml vand. Bland i en time i rysteapparatet. Klar ved hjælp af Carrez-reagenserne I (3.2) og II (3.3), som beskrevet under 5.1, idet der dog benyttes en fire gange større mængde af hver reagens. Fyld op til strengen med 80% ætanol (v/v).

Homogeniser og filtrér. Afdamp ætanol som beskrevet ved 5.1. Hvis der ikke findes dekstrineret stivelse, fyld op med destilleret vand.

7.2. Ved melasse og ublandede foderstoffer, der er sukkerrige, men praktisk talt stivelsesfri (johannesbrød, tørrede sukkerroesnitter, o.s.v.) vejes 5 g, der kommes i en 250 ml-målekolbe, hvorefter der tilsættes 200 ml destilleret vand og blandes i en time eller mere, om nødvendigt, i rysteapparatet. Klar dernæst ved hjælp af Carrez-reagenserne I (3.2) og II (3.3), som beskrevet under 5.1. Fyld op til strengen med vand, homogeniser og filtrér. Benyt ved bestemmelsen af totalsukker fremgangsmåden, som er beskrevet under 5.3.

8. Bemærkninger

- 8.1. Det anbefales at tilsætte ca. 1 ml isopentanol (3.14) (uden hensyntagen til volumenet), før kogning med Luff-Schoorl-reagensen for at undgå skumdannelse.
- 8.2. Forskellen mellem indholdet af totalsukker efter invertering, udtrykt i glukose, og indholdet af reducerende sukker, udtrykt i glukose, giver, multipliceret med 0,95, procentindholdet af sakkarose.
- 8.3. For at bestemme indholdet af reducerende sukker, med undtagelse af laktose, kan der anvendes to metoder:
- 8.3.1. For at foretage en omtrentlig beregning multiplicerer man med 0,675 det ved en separat bestemmelse konstaterede indhold af laktose, og man trækker det fundne resultat fra indholdet af reducerende sukker.
- 8.3.2. For at foretage en præcis beregning af det reducerende sukker, med undtagelse af laktosen, er det nødvendigt at lægge den samme analyseprøve til grund ved de to definitive bestemmelser. Den ene analyse udføres på en del af opløsningen, der opnås efter 5.1, den anden på en del af opløsningen, der opnås ved bestemmelsen af laktose efter den hertil fastlagte metode (efter gæring af de andre sukkerarter og afklaring).

I begge tilfælde bestemmes det tilstedeværende indhold af sukker efter Luff-Schoorl-metoden og beregnes i mg glukose. De to værdier trækkes fra hinanden, og forskellen udtrykkes i procent af prøven.

Eksempel

De to udtagne volumener svarer for hver bestemmelse til en analyseprøve på 250 mg.

I det første tilfælde forbruges der 17 ml natriumthiosulfatopløsning 0,1 N, hvad der svarer til 44,2 mg glukose; i det andet tilfælde forbruges der 11 ml, hvad der svarer til 27,6 mg glukose.

Forskellen andrager 16,6 mg glukose.

Indholdet af reducerende sukker (uden laktose) beregnet som glukose er altså:

$$\frac{4 \times 16,6}{10} = 6,64\%$$

Tablet over værdierne for 25 ml reagens efter Luff-Schoorl

ml Na₂S₂O₃ 0,1 N, to minutters opvarmning, ti minutters kogning

Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 N	Glukose, fruktose, inverteret sukker C ₆ H ₁₂ O ₆		Laktose C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Maltose C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 N
	ml	mg	forskel	mg	forskel	mg	
1	2,4	2,4	3,6	3,7	3,9	3,9	1
2	4,8	2,4	7,3	3,7	7,8	3,9	2
3	7,2	2,5	11,0	3,7	11,7	3,9	3
4	9,7	2,5	14,7	3,7	15,6	4,0	4
5	12,2	2,5	18,4	3,7	19,6	3,9	5
6	14,7	2,5	22,1	3,7	23,5	4,0	6
7	17,2	2,6	25,8	3,7	27,5	4,0	7
8	19,8	2,6	29,5	3,7	31,5	4,0	8
9	22,4	2,6	33,2	3,8	35,5	4,0	9
10	25,0	2,6	37,0	3,8	39,5	4,0	10
11	27,6	2,7	40,8	3,8	43,5	4,0	11
12	30,3	2,7	44,6	3,8	47,5	4,1	12
13	33,0	2,7	48,4	3,8	51,6	4,1	13
14	35,7	2,8	52,2	3,8	55,7	4,1	14
15	38,5	2,8	56,0	3,9	59,8	4,1	15
16	41,3	2,9	59,9	3,9	63,9	4,1	16
17	44,2	2,9	63,8	3,9	68,0	4,2	17
18	47,1	2,9	67,7	4,0	72,2	4,3	18
19	50,0	3,0	71,7	4,0	76,5	4,4	19
20	53,0	3,0	75,7	4,1	80,9	4,5	20
21	56,0	3,1	79,8	4,1	85,4	4,6	21
22	59,1	3,1	83,9	4,1	90,0	4,6	22
23	62,2		88,0		94,6		23

13. BESTEMMELSE AF THEOBROMIN

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet af theobromin i biprodukterne fra forarbejdning af kakaobønner.

2. Princip

Theobromin udtrækkes med kloroform. Ekstrakten inddampes til tørhed, opløses i vand og behandles med et bestemt volumen sølvnitratopløsning.

Den frigjorte salpetersyre titreres med en natriumhydroxydopløsning.

3. Reagenser

3.1. Kloroform p.a.

3.2. Ammoniakopløsning, d: 0,958.

3.3. Natriumsulfat p.a., vandfrit.

3.4. Natriumhydroxydopløsning 0,1 N.

3.5. Sølvnitratopløsning 0,1 N.

3.6. 1%’s ætanolisk fenolrødtopløsning (p/v).

3.7. Diætylæter.

4. Apparatur

500 ml-ståkolbe med sleben prop.

5. Fremgangsmåde

Afvej en analyseprøve på højst 10 g med 1 mg nøjagtighed, som ikke indeholder mere end 80 mg theobromin. Anbring prøveanalysen i en 500 ml-ståkolbe med sleben prop, tilsæt 270 ml kloroform (3.1) og 10 ml ammoniakopløsning (3.2). Sæt proppen i kolben og omryst den kraftigt i fem minutter. Tilsæt derefter 12 g vandfrit natriumsulfat (3.3), omryst på ny og lad den henstå indtil den næste dag. Filtrér i en 500 ml-Erlenmeyerkolbe og vask remanensen med 100 ml kloroform (3.1). Afdestillér opløsningsmidlet og fjern de sidste spor heraf over et kogende vandbad. Bland ekstrakten med 50 ml vand og bring den i kog.

Afkøl og neutralisér nøjagtigt med natriumhydroxydopløsningen (3.4) efter tilsætning af 0,5 ml fenolrødtopløsning (3.6). Tilsæt derpå 20 ml sølvnitratopløsning (3.5). Titrér den frigjorte salpetersyre med natriumhydroxydopløsningen (3.4) indtil indikatorens omslag (pH 7,4).

6. Beregning af resultaterne

1 ml Na.OH 0,1 N svarer til 18 mg theobromin.

Udtryk resultatet i procent af prøven.

7. Bemærkning

De produkter, hvis indhold af råfedt er større end 8%, skal forinden affedtes ved en seks timers ekstraktion med petroleumsester (Kp. 40° C).

14. BESTEMMELSE AF URINSTOF

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet af urinstof i foderstoffer.

2. Princip

Prøven opslømmes i vand under tilsætning af et klaringsmiddel. Suspensionen filtreres. Filtratets indhold af urinstof bestemmes, efter tilsætning af 4-dimetylamino benzaldehyd (4-DMAB), ved måling af ekstinktionen ved en bølgelængde af 420 nm.

3. Reagenser

- 3.1. 4-dimetylamino benzaldehydopløsning: Opløs 1,6 g og 4-DMAB i 100 ml 96%’s ætanol p.a. og tilsæt 10 ml saltsyre p.a. (D: 1,19). Denne reagens kan højst holde sig i to uger.
- 3.2. Carrez-opløsning I: Opløs i vand 24 g zinkacetat, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ og 3 g iseddike. Fyld op til 100 ml med vand.
- 3.3. Carrez-opløsning II: Opløs i vand 10,6 g kaliumferrocyanid, $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$. Fyld op til 100 ml med vand.
- 3.4. Aktivt kul p.a., der ikke adsorberer urinstoffet (skal kontrolleres).
- 3.5. 0,1%’s urinstofopløsning p.a. (p/v).

4. Apparatur

- 4.1. Mekanisk rysteapparat: ca. 35-40 omdrejninger i minuttet.
- 4.2. Reagensglas: 160 × 16 mm, med slebne propper.
- 4.3. Spektrofotometer.

5. Fremgangsmåde

5.1. Analyse af prøven

Afvej 2 g af prøven med 1 mg nøjagtighed og anbring dem med 1 g aktivt kul (3.4) i en 500 ml-målekolbe. Tilsæt 400 ml vand og 5 ml af Carrez-opløsningerne I (3.2) og II (3.3). Bland væsken i 30 minutter i rysteapparatet. Fyld op til stregen med vand, omryst og filtrér.

Udtag med pipette 5 ml af de klare og farveløse filtrater, hæld dem i reagensglassene med sleben prop, tilsæt 5 ml 4-DMAB-opløsning (3.1) og bland. Anbring glassene i et vandbad ved 20° C. Mål efter 15 minutter ekstinktionen i prøveopløsningen i spektrofotometret ved 420 nm i sammenligning med reagensernes blindforsøgsopløsning.

5.2. Indstillingskurve

Udtag volumener på 1, 2, 4, 5 og 10 ml af urinstofopløsningen (3.5), hæld dem i 100 ml-målekolber og fyld op til stregen med vand. Udtag 5 ml af hver opløsning, tilsæt hver af dem 5 ml 4-DMAB-opløsning (3.1), homogenisér og mål ekstinktionen, som angivet ovenfor, ved sammenligning med en kontrolopløsning, som indeholder 5 ml 4-DMAB og 5 ml vand, men uden urinstof. Tegn standardkurven.

6. Beregning af resultaterne

Bestem mængden af urinstof i analyseprøven i forhold til standardkurven.

Udtryk resultatet i procent af prøven.

7. Bemærkninger

- 7.1. Hvis indholdet af urinstof er større end 3%, nedsæt analyseprøven til 1 g eller fortynd den oprindelige opløsning så meget, at der ikke er mere end 50 mg urinstof i 500 ml.
- 7.2. Hvis indholdet af urinstof er ringe, forøg analyseprøven i det omfang, filtratet vedbliver at være klart og farveløst.
- 7.3. Hvis prøven indeholder simple kvælstofforbindelser, som for eksempel aminosyrer, anbefales det at foretage målingen af ekstinktionen ved 435 nm.

15. BESTEMMELSE AF ALKALOIDER I LUPINER

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme indholdet af alkaloider i lupinfrø.

2. Princip

Alkaloiderne opløses i en blanding af diætylæter og kloroform og udtrækkes med saltsyre. Alkaloiderne udfældes ved hjælp af kiselwolframsyre; bundfaldet foraskes og remanensen vejes.

3. Reagenser

3.1. Diætylæter.

3.2. Kloroform.

3.3. Natriumhydroxydopløsning 4 N.

3.4. Saltsyre 0,3 N.

3.5. Natriumklorid p.a.

3.6. 10%’s kiselwolframsyreopløsning (p/v), $\text{Si O}_2 \cdot 12 \text{ WO}_3 \cdot 26 \text{ H}_2\text{O}$.

4. Apparatur

4.1. Mekanisk røreapparat.

4.2. Foraskningsdigler af platin, kvarts eller porcelæn.

4.3. Elektrisk muffelovn.

5. Fremgangsmåde

Afvej 15 g af prøven med 5 mg nøjagtighed og hæld dem i en ca. 200 ml-beholder, forsynet med en sleben prop (f.eks. skilletragt). Tilsæt 100 ml diætylæter (3.1) og 50 ml kloroform (3.2), der skal være nøjagtigt afmålte, og dernæst, ved hjælp af en inddelt burette, 10 ml natriumhydroxydopløsning (3.3). Omryst kraftigt for at undgå dannelse af klumper. Omryst igen flere gange og lad beholderen stå til den følgende dag. Hvis den øverste fase ikke er fuldstændig klar, tilsæt nogle dråber vand. Filtrér æter-kloroform-laget. Hæld 50 ml filtrat i en 50 ml-målekolbe og omhæld dem kvantitativt ved hjælp af 50 ml diætylæter (3.1) i en skilletragt til 150 ml. Der udtrækkes 3 gange efter hinanden med 20 ml saltsyre (3.4), dekantér og opfang syreekstrakten efter hver ekstraktion. Saml syreekstrakterne i et 250 ml-bægerglas og befri dem for de sidste spor af æter og af kloroform ved at varme lidt op. Tilsæt ca. 1 g natriumklorid (3.5), lad afkøle og udfæld alkaloiderne med kiselwolframsyreopløsningen (3.6). Omrør mekanisk i 30 minutter. Lad væsken stå natten over, filtrér gennem et askefrit filter og vask bundfaldet med to gange 10 ml og så med to gange 5 ml saltsyre (3.4).

Anbring filtret, som indeholder bundfaldet, i en foraskningsdigel og forask ved 900° C. Lad afkøle og vej.

6. Beregning af resultaterne

Indholdet af alkaloider i analyseprøven fås ved at multiplicere vægten af asken med faktoren 0,2.

Udtryk resultatet i procent af prøven.

16. BESTEMMELSE AF UREASEAKTIVITETEN I SOJAPRODUKTER

1. Formål og anvendelsesområde

Metoden gør det muligt at bestemme aktiviteten af urease i sojaprodukterne og at påvise en utilstrækkelig opvarmning af disse produkter.

2. Princip

Ureaseaktiviteten bestemmes ved den mængde ammoniakkvælstof, der frigøres fra en urinstofopløsning ved indvirkning af 1 gram af stoffet i 1 minut ved 30° C.

3. Reagenser

3.1. Saltsyre 0,1 N.

3.2. Natriumhydroxydopløsning 0,1 N.

3.3. Fosfat-stødpudeopløsning 0,05 M indeholdende i 1000 ml 4,45 g sekundært natriumfosfat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) og 3,40 g primært kaliumfosfat (KH_2PO_4).

3.4. Urinstof-stødpudeopløsning, frisk fremstillet og indeholdende 30,0 g urinstof pr. 1.000 ml stødpudeopløsning (3.3); pH 6,9-7,0.

4. Apparatur

4.1. Apparat til potentiometrisk titrering eller meget fintmærkende pH-meter (0,02 pH) med magnetisk rører.

4.2. Vandbad forsynet med termostat, indstillet på nøjagtigt 30° C.

4.3. Reagensglas: 150 × 18 mm med slebne propper.

5. Fremgangsmåde

Knus (i en kaffemølle f.eks.) ca. 10 g af prøven således, at den kan gå igennem en sigte med en maskevidde på 0,2 mm. Afvej i et reagensglas med sleben prop, 0,2 g af den knuste prøve med 1 mg nøjagtighed og tilsæt 10 ml urinstof-stødpudeopløsning (3.4). Sæt straks proppen i og omryst kraftigt. Anbring glasset i det til nøjagtigt 30° C indstillede vandbad og lad det stå der i nøjagtigt 30 minutter. Tilsæt umiddelbart derefter 10 ml saltsyre 0,1 N (3.1), afkøl hurtigt til 20° C og omhæld indholdet af reagensglasset kvantitativt i en titreringsbeholder, idet der skylles to gange med 5 ml vand. Titrér straks og hurtigt ved hjælp af natriumhydroxydopløsningen 0,1 N (3.2) elektrometrisk med en glaselektrode indtil pH 4,7.

Udfør et *blindforsøg* på følgende måde:

Fyld hurtigt i et reagensglas med sleben prop først en analyseprøve på 0,2 g, afvejet med 1 mg nøjagtighed, dernæst 10 ml saltsyre 0,1 N (3.1) og endelig 10 ml urinstof-stødpudeopløsning (3.4). Afkøl straks derefter glasset i isvand og lad det henstå i 30 minutter. Omhæld dernæst på de ovenfor angivne betingelser indholdet af reagensglasset i titreringsbeholderen og titrer ved hjælp af natriumhydroxydopløsningen 0,1 N (3.2) indtil pH 4,7.

6. Beregning af resultaterne

Ureaseaktiviteten angives ved følgende formel:

$$\frac{\text{mg N}}{\text{g min.}} \text{ ved } 30^\circ \text{ C} = \frac{1,4 (b-a)}{30 \cdot E}$$

i hvilken a = ml natriumhydroxydopløsning 0,1 N forbrugt af analyseprøven.

b = ml natriumhydroxydopløsning 0,1 N forbrugt ved blindforsøget.

E = analyseprøven i g.

7. Bemærkninger

7.1. Metoden passer til en ureaseaktivitet, der kan nå op på 1 mg N/g min. ved 30° C. Ved produkter med højere aktivitet kan analyseprøven nedskæres til 50 mg.

7.2. De produkter, hvis indhold af råfedt overstiger 10%, skal forinden affedtes ved kold ekstraktion.