

PRIMA DIRECTIVĂ A COMISIEI
din 15 iunie 1971
de stabilire a metodelor comunitare de analiză pentru controlul oficial al furajelor

(71/250/CEE)

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Economice Europene,

având în vedere Directiva Consiliului din 20 iulie 1970 privind introducerea modalităților de prelevare a probelor și a metodelor comunitare de analiză pentru controlul oficial al furajelor ⁽¹⁾, în special articolul 2,

întrucât directiva menționată anterior prevede controale oficiale ale furajelor, pentru a se constata dacă condițiile prescrise în temeiul actelor cu putere de lege și al actelor administrative referitoare la calitatea și la compoziția furajelor sunt respectate și efectuate pe baza modalităților de prelevare a probelor și a metodelor comunitare de analiză;

întrucât este necesar să se stabilească, cât mai rapid posibil, toate metodele de analiză necesare și întrucât, într-o primă etapă, trebuie stabilite metodele de dozare pentru acidul cianhidric, calciu, carbonați, cenuși brute, cenuși insolubile în HCl, clor din cloruri, esența de muștar, lactoză, potasiu, sodiu, zahăr, teobromină și uree, metodele de determinare a alcaloizilor din speciile de lupin, precum și activitatea ureazică a produselor de soia constituie o primă etapă;

întrucât măsurile prevăzute în prezenta directivă sunt în conformitate cu avizul Comitetului permanent pentru furaje,

ADOPTĂ PREZENTA DIRECTIVĂ:

Articolul 1

Statele membre stabilesc faptul că analizele pentru controalele oficiale ale furajelor în ceea ce privește conținutul în acid cianhidric, calciu, carbonați, cenușă brută, cenuși insolubile în HCl, clorul din cloruri, esențe de muștar, lactoză, potasiu, sodiu, zahăr, teobromina și uree, determinarea alcaloizilor din speciile de lupin, precum și activitatea ureazică a produselor de soia se efectuează în conformitate cu metodele de analiză descrise în anexa la prezenta directivă.

Articolul 2

Statele membre pun în aplicare actele cu putere de lege și actele administrative necesare pentru a se conforma prezentei directive până la 1 iulie 1972 cel târziu. Statele membre informează de îndată Comisia cu privire la aceasta.

Articolul 3

Prezenta directivă se adresează statelor membre.

Adoptată la Bruxelles, 15 iunie 1971.

Pentru Comisie
Președintele
Franco M. MALFATTI

⁽¹⁾ JO L 170, 3.8.1970, p. 2.

ANEXĂ

METODE DE ANALIZĂ A COMPONENTELOR FURAJELOR

1. INTRODUCERE

Metodele de analiză a componentelor furajelor se aplică, în general, tuturor tipurilor de furaje simple sau combinate. Cu toate acestea, anumite furaje necesită, din rațiuni inerente compoziției lor, modalități analitice proprii. Aceste cazuri sunt prevăzute în descrierea metodelor la rubrica „observații”.

În cazul în care sunt indicate două sau mai multe metode pentru a determina aceeași componentă a furajelor, alegerea metodei care se aplică este, în afara cazurilor în care există indicații contrare, lăsată la latitudinea laboratorului de control; cu toate acestea, metoda utilizată trebuie indicată pe buletinul de analiză.

Prepararea probei care trebuie analizată

Analiza chimică se face în mod *necesar* pe o *probă omogenă*. Anumite determinări macroscopice sau microscopice, precum și determinarea umidității trebuie, dimpotrivă, efectuate pe proba în starea în care acesta ajunge la laborator. Pentru a se ține cont de această dublă cerință, se împarte proba în două părți. Una din ele este analizată în starea în care se găsește; cealaltă se prepară în modul cel mai potrivit analizei chimice.

Divizarea probelor se face cu ajutorul unui aparat mecanic sau manual, după amestecarea cu atenție a substanței pe o suprafață curată și uscată. În acest ultim caz, este indicat să se aplice metoda sferturilor, care constă în efectuarea succesivă a prelevărilor din două sectoare opuse. În încheiere, se realizează prelevarea pentru analiză a unei părți de aproximativ 100 g și măcinarea acesteia, dacă este necesar, astfel încât întreaga cantitate să treacă printr-o sită cu ochiuri rotunde de 1 mm diametru. Se introduce imediat această probă într-un recipient uscat închis etanș pentru a nu permite intrarea aerului și se închide.

În cazul în care proba este foarte umedă, este necesară efectuarea unei preuscări, până la obținerea unei valori a umidității cuprinse între 8 și 12 %. În acest scop, se realizează uscarea probei la o temperatură adecvată, într-un timp suficient.

Reactivi și aparatură

În descrierea metodelor de analiză, sunt indicate numai instrumentele sau aparatele speciale sau cele care necesită norme particulare. S-a considerat inutilă menționarea tuturor aparatelor sau instrumentelor ce fac parte din instrumentarul curent al laboratoarelor de control.

Pe de altă parte, în caz că se face mențiunea *apă* pentru diluare sau pentru spălare, este vorba întotdeauna de *apă distilată*. În mod similar, atunci când se face mențiunea la o *soluție*, fără a indica un alt reactiv, este vorba de o *soluție de apă distilată*.

Exprimarea rezultatelor

Rezultatul menționat în buletinul de analiză reprezintă valoarea medie obținută prin minimum două determinări. În cazul în care nu există dispoziții speciale, acesta este exprimat în procente din conținutul probei originale, în starea în care a parvenit laboratorului. Rezultatul nu trebuie să conțină alte cifre care să pericliteze precizia metodei de analiză.

2. DOZAREA ACIDULUI CIANHIDRIC

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Metoda permite determinarea conținutului de acid cianhidric liber și combinat sub formă de glucozide din furaje și, în special, a produselor din semințe de in, făină de manioc și din diverse specii de fasole.

2. Principiul

Proba este pusă în suspensie apoasă. Acidul cianhidric se eliberează sub acțiunea fermenților, antrenat prin distilare cu vapori de apă și recoltat într-un volum determinat printr-o soluție acidă de nitrat de argint. Cianura de argint este separată prin filtrare și excesul de nitrat de argint este titrat printr-o soluție de tiocianat de amoniu.

3. Reactivi

- 3.1. Suspensie de migdale dulci: se macină 20 migdale dulci în 100 ml de apă la 37 - 40 °C. Se verifică absența acidului cianhidric în 10 ml de suspensie, cu ajutorul unei hârtii picrosodate sau se efectuează o încercare comparativă în conformitate cu punctul 5 ultimul paragraf.
- 3.2. Soluție de 10 % (m/v) acetat de amoniu, neutru la fenolftaleină.
- 3.3. Emulsie antispumantă (silicon, de exemplu).
- 3.4. Acid nitric, d: 1,40.
- 3.5. Soluție de nitrat de argint: 0,02 N.
- 3.6. Soluție de tiocianat de amoniu: 0,02 N.
- 3.7. Soluție saturată de sulfat de amoniu feric.
- 3.8. Amoniac, d: 0,958.

4. Aparatura

- 4.1. Etuvă echipată cu termostat reglat la 38 °C.
- 4.2. Aparat de distilat prin antrenarea vaporilor de apă prevăzut cu un răcitor și cu prelungitor curbat.
- 4.3. Balon cu fund plat de 1 000 ml, cu dop de sticlă rodată.
- 4.4. Baie de ulei.
- 4.5. Epruvetă gradată la 1/20 ml.

5. Modul de lucru

Se cântărește, cu o precizie de 5 mg, o cantitate de 20 g de probă, se introduce în balonul cu fund plat de 1 l și se adaugă 50 ml de apă și 10 ml de suspensie de migdale dulci (3.1). Se închide balonul și se menține timp de 16 ore în etuvă la 38 °C. Se răcește apoi la temperatura mediului ambiant și se adaugă 80 ml apă, 10 ml de soluție de acetat de sodiu (3.2) și o picătură de emulsie antispumantă (3.3).

Se conectează balonul la aparatul de distilare cu vapori și se plasează în baia de ulei ce în prealabil a fost adusă la o temperatură mai mare de 100 °C. Se distilează 200-300 ml de lichid făcând să treacă prin balon un curent puternic de vapori și prin răcire înceată în baia de ulei. Se strânge distilatul într-un vas Erlenmeyer, ferit de lumină și care conține exact 50 ml soluție nitrat de argint 0,02 N (3.5) și 1 ml de acid nitric (3.4). Se supraveghează ca prelungitorul răcitorului să fie în soluția de nitrat de argint.

Se mută conținutul vasului Erlenmeyer într-un balon cu capacitatea de 500 ml, se completează volumul cu apă, se agită și se filtrează. Se recoltează 250 ml de filtrat, se amestecă cu aproximativ 1 ml soluție de sulfat de amoniu feric (3.7) și se titrează la retur excesul de nitrat de argint prin soluția de tiocianat de amoniu 0,02 N (3.6) debitată de o epruvetă gradată 1/20 ml.

Se efectuează *eventual o încercare comparativă*, aplicând același mod de lucru la 10 ml de suspensie de migdale dulci (3.1), în absența probei de analizat.

6. **Calculul rezultatelor**

Dacă încercarea comparativă indică un consum de soluție de nitrat de argint de 0,02 N, se scade această valoare din volumul consumat al distilatului din probă. 1 ml de AgNO_3 0,02 N corespunde la 0,54 mg de HCN. Rezultatul se exprimă în procente din probă.

7. **Observații**

Dacă eșantionul conține o cantitate importantă de sulfuri (de exemplu, fasole), se formează un precipitat negru de sulfură de argint ce se filtrează cu sedimentul cianurii de argint. Formarea acestui precipitat antrenează o pierdere de soluție de nitrat de argint 0,02 N, al cărui volum trebuie scăzut din volumul luat în considerare pentru calculul conținutului de HCN. În acest scop, se procedează după cum se indică mai jos.

Se tratează sedimentul reținut după filtrare cu 50 ml de amoniac (3.8) prin dizolvarea cianurii de argint. Se spală reziduu cu amoniac diluat și se procedează la determinarea conținutului său în argint. Se convertește valoarea obținută în ml soluție de nitrat de argint 0,02 N.

Conținutul în HCN al probei poate fi determinat prin titrarea filtratului amoniacal acidificat cu acid nitric.

3. **DOZAREA CALCIULUI**

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea conținutului total de calciu din furaje.

2. **Principiul**

Proba se incinerează, cenușa este tratată cu acid clorhidric și calciul se precipită sub forma de oxalat de calciu. După dizolvarea precipitatului în acid sulfuric, acidul oxalic format este titrat într-o soluție de permanganat de potasiu.

3. **Reactivi**

- 3.1. Acid clorhidric p.a., d: 1,14
- 3.2. Acid azotic p.a., d: 1,40
- 3.3. Acid sulfuric p.a., d: 1,13
- 3.4. Amoniac p.a., d:0,98
- 3.5. Soluție saturată la rece de oxalat de amoniu p.a.
- 3.6. Soluție 30 % (m/v) acid citric p.a.
- 3.7. Soluție 5 % (m/v) clorură de amoniu p.a.
- 3.8. Soluție de 0,04 % (m/v) verde de bromocresol
- 3.9. Soluție de permanganat de potasiu 0,1 N

4. **Aparatura**

- 4.1. Cuptor electric, cu circulație de aer și termostat.
- 4.2. Creuzet de incinerare din platină, cuarț sau porțelan.
- 4.3. Creuzet filtrant din sticlă, porozitate G_4 .

5. Modul de lucru

Se cântărește, cu precizie de 1 mg, o cantitate de aproximativ 5 g de probă (sau mai mult, dacă este necesar), se calcinează la 550 °C și se transvazează cenușa într-un vas de 250 ml.

Se adaugă 40 ml de acid clorhidric (3.1), 60 ml de apă și câteva picături de acid azotic (3.2). Se aduce la fierbere încet timp de treizeci de minute. Se răcește și se transvazează soluția într-un balon de 250 ml. Se clătește, se completează integral volumul cu apă, se omogenizează și se filtrează.

Se recoltează cu pipeta, în funcție de conținutul anticipat de calciu, o cantitate oarecare ce poate conține între 10-40 mg calciu și se introduce într-un vas de 250 ml. Se amestecă cu 1 ml de soluție de acid citric (3.6) și 5 ml de soluție de clorură de amoniu (3.7).

5. Se completează volumul până la aproximativ 100 ml cu apă. Se fierbe, adăugând 8-10 picături de soluție de verde de bromocresol (3.8) și 30 ml soluție caldă de oxalat de amoniu (3.5). Dacă apare un precipitat, acesta se dizolvă cu câteva picături de acid clorhidric (3.1).

Se neutralizează apoi foarte lent cu amoniac (3.4), agitându-se în mod constant, până la obținerea unui pH de 4,4-4,6 (până când indicatorul își schimbă culoarea). Se așează vasul într-o baie de apă la temperatura de fierbere, se menține timp de treizeci de minute pentru a lăsa precipitatul format să se depună. Se scoate vasul din baia de apă. Se lasă în repaus timp de o oră și se filtrează într-un creuzet filtrant G₄.

Se spală vasul și creuzetul cu apă până la eliminarea excesului de oxalat de amoniu (absența clorurilor în apa de spălare indică că spălarea a fost suficientă).

Se dizolvă precipitatul de pe filtru cu 50 ml de acid sulfuric (3.3) cald. Se clătește creuzetul cu apă caldă și se recoltează aproximativ 100 ml de filtrat. Se aduce temperatura la 70 – 80 °C și se titrează picătură cu picătură printr-o soluție de permanganat de potasiu (3.9) până când se obține o colorație roză ce persistă timp de un minut.

6. Calculul rezultatelor

1 ml de permanganat de potasiu 0,1 N corespunde la 2,004 mg de calciu. Se exprimă rezultatul obținut în procente de probă.

7. Observații

7.1. Pentru conținuturile foarte reduse de calciu, se procedează după cum urmează: se filtrează precipitatul de oxalat de calciu pe o hârtie de filtru fără cenuși. După spălare, se usucă filtrul și se calcinează la 550 °C într-un creuzet de platină. Se combină reziduurile cu câteva picături de acid sulfuric (3.3), se evaporă până la uscare, se calcinează din nou la 550 °C și se cântărește. Dacă p reprezintă greutatea sulfatului de calciu obținut, valoarea cantității de calciu prelevată = $p \times 0,2944$.

7.2. Dacă proba este constituită numai din materii minerale se procedează la dizolvarea cu acid clorhidric fără o incinerare prealabilă. Pentru produse cum ar fi fosfații aluminocalcici, dificil de dizolvați în acizi, se procedează la o fuziune alcalină înainte de dizolvare: se amestecă bine într-un creuzet de platină doza de încercare cu aproximativ de 5 ori greutatea sa într-un amestec, în părți egale, cu carbonat de potasiu și carbonat de sodiu. Se încălzește cu precauție până la fuzionarea completă a amestecului. După răcire, se dizolvă cu acid clorhidric.

7.3. Dacă conținutul în magneziu al eșantionului este ridicat, se procedează la a doua precipitare cu oxalat de calciu.

4. DOZAREA CARBONAȚILOR

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Metoda permite dozarea carbonaților, în mod convențional exprimați în carbonat de calciu, din majoritatea furajelor.

Totuși, în anumite cazuri (cum ar fi carbonatul de fier), trebuie utilizată o metodă specifică.

2. Principiul

Carbonații sunt descompuși de acidul clorhidric; gazul carbonic eliberat este recoltat într-un tub gradat și volumul său este comparat cu al celui degajat, în aceleași condiții, de o cantitate cunoscută de carbonat de calciu.

3. Reactivi

3.1. Acid clorhidric, d: 1,10.

3.2. Carbonat de calciu p.a.

3.3. Acid sulfuric aproximativ 0,1 N, colorat cu roșu de metil.

4. Aparatura

Aparat Scheibler-Dietrich (vezi schema) sau aparatură echivalentă.

5. Modul de lucru

În conformitate cu conținutul de carbonați al probei, se cântărește o doză de încercare conform indicațiilor de mai jos:

0,5 g pentru produsele ce conțin 50-100 procente carbonați, exprimați în carbonat de calciu;

1 g pentru produsele ce conțin 10-50 procente carbonați, exprimați în carbonat de calciu;

2-3 g pentru alte produse.

Se introduce doza de încercare în flaconul special (4) al aparatului, prevăzut cu un mic tub din material incasabil ce conține 10 ml acid clorhidric (3.1) și se racordează flaconul la aparat. Se întoarce robinetul cu trei căi (5) astfel încât tubul (1) să comunice cu exteriorul. Cu ajutorul unui tub mobil (2), care este umplut cu acid sulfuric colorat (3.3) și conectat la tubul gradat (1) se aduce nivelul lichidului la gradația zero. Se întoarce robinetul (5) în așa fel încât să se asigure comunicația între tuburile (1) și (2) și se verifică nivelul zero.

Se lasă să se prelingă lent acidul clorhidric (3.1) pe doza de încercare înclinând flaconul (4). Se egalizează presiunea lăsând în jos tubul (2). Se agită flaconul (4) până la oprirea completă a degajării gazului carbonic.

Se restabilește presiunea, readucând lichidele la același nivel în tuburile (1) și (2). Se fac citiri după *câteva minute*, când volumul gazelor a devenit constant.

Se efectuează în aceleași condiții o încercare de comparare cu 0,5 g de carbonat de calciu (3.2).

6. Calculul rezultatelor

Conținutul în g de carbonați, exprimați în carbonat de calciu ca procentaj din probă este dat de raportul:

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

în care:

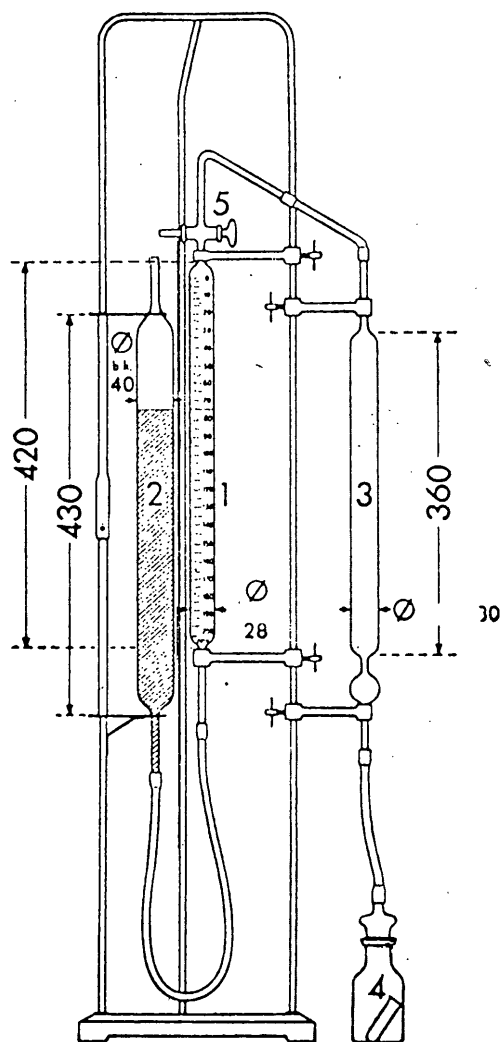
V = ml de CO₂ degajat de doza de încercare;

T = ml de CO₂ degajat de 0,5 g de CaCO₃ p.a.;

P = greutatea dozei de încercare în g.

7. Observații

- 7.1. În cazul în care doza de încercare este mai mare de 2 g, se introduc în prealabil 15 ml de apă distilată în flaconul (4) și se amestecă înainte de începerea încercării. La fel se utilizează și pentru încercarea de comparare.
- 7.2. Dacă se utilizează un aparat cu un volum diferit de cel al aparatului Scheibler-Dietrich, trebuie adaptate volumul dozei de probă, al substanței de comparare, precum și calculul rezultatelor.

APARAT SCHEIBLER-DIETRICH PENTRU DOZAREA CO₂

Scara: 1/8

(Dimensiuni în mm)

5. DOZAREA CENUȘILOR BRUTE

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Metoda permite determinarea conținutului în cenuși brute al furajelor.

2. Principiul

Proba este incinerată la 550 °C; reziduul este cântărit.

3. Reactiv

Soluție 20 procente (m/v) de nitrat de amoniu.

4. Aparatura

4.1. Placă încălzitoare.

4.2. Cuptor electric cu termostat.

4.3. Creuzet de incinerare din platină sau aliaj de platină cu aur (10 procente Pt și 90 procente Au), de formă rectangulară (60 × 40 × 25 mm) sau rotundă (diametru: 60-75 mm, înălțime: 20-25 mm).

5. Modul de lucru

Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, o cantitate de aproximativ 5 g de probă (2,5 g pentru materialele cu tendința de umflare) și se introduce într-un creuzet de incinerare, în prealabil calcinat și tarat. Se plasează creuzetul pe placa încălzitoare și se încălzește progresiv până la carbonizarea materialului. Se introduce creuzetul în cuptorul electric reglat la 550 °C ± 5 °C. Se menține la această temperatură până la obținerea unei cenuși albe, gri deschis sau roșiatice, aparent lipsite de particule carbonizate. Se plasează creuzetul în uscător, se lasă să se răcească și se cântărește imediat.

6. Calculul rezultatelor

Se calculează greutatea reziduului și se deduce tara.

Rezultatul se exprimă în procente din probă.

7. Observații

7.1. Cenușile *materialelor greu de incinerat* trebuie supuse unei prime incinerări de trei ore sau mai puțin, apoi se răcesc pentru a li se adăuga câteva picături de soluție 20 procente nitrat de amoniu (se va proceda cu prudență pentru evitarea dispersării sau lipirea cenușii). Se urmărește calcinarea după uscarea în etuvă. Se repetă eventual operația până la incinerare completă.

7.2. Pentru materialele care rezistă tratamentului indicat la 7.1, se procedează în felul următor: după o incinerare de trei ore, se ia a doua oară cenușa și se introduce în apă caldă după care se filtrează pe hârtie fără cenușă. Se incinerează filtrul și conținutul său în creuzetul inițial. Se aduce filtratul din creuzetul răcit, la evaporare până la uscarea completă, se incinerează și se cântărește.

7.3. În cazul *uleiurilor și al grăsimilor*, se cântărește cu exactitate o doză de încercare de ordinul a 25 g într-un creuzet de capacitate adecvată. Se carbonizează la flacără materialul cu ajutorul unei bucăți de hârtie filtru fără cenușă. După combustie, se umectează cu un minim necesar de apă. Se usucă și se incinerează după cum se indică la punctul 5.

6. DOZAREA CENUȘILOR INSOLUBILE ÎN ACID CLORHIDRIC

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Metoda permite determinarea conținutului de materii minerale insolubile în acid clorhidric din furaje. Se prevăd două procedee în funcție de natura probei.

- 1.1. *Procedeeul A:* aplicabil furajelor organice simple și majorității furajelor combinate;
- 1.2. *Procedeeul B:* aplicabil compușilor și amestecurilor minerale, precum și majorității furajelor combinate al căror conținut insolubil în acid clorhidric, determinat conform procedeeului A, este mai mare de 1 procent.

2. Principiul

- 2.1. *Procedeeul A:* proba este incinerată, cenușile sunt tratate prin fierbere cu acid clorhidric și reziduul insolubil este filtrat și cântărit.
- 2.2. *Procedeeul B:* proba este tratată cu acid clorhidric. Soluția este filtrată, reziduul este incinerat, iar cenușile obținute sunt tratate ca la procedeeul A.

3. Reactivi

- 3.1. Acid clorhidric 3N.
- 3.2. Soluție 20 procente (m/v) acid tricloracetic.
- 3.3. Soluție 1 procent (m/v) acid tricloracetic.

4. Aparatura

- 4.1. Placa încălzitoare.
- 4.2. Cuptor încălzit electric cu termostat.
- 4.3. Creuzete de incinerare de platină sau aliaj de platină și aur (10 procente Pt și 90 procente Au), de formă rectangulară (60 × 40 × 25 mm) sau rotundă (diametru: 60-75 mm, înălțime: 20-25 mm).

5. Modul de lucru

5.1. *Procedeeul A:*

Se incinerează doza de încercare în conformitate cu operația descrisă la dozarea cenușilor brute. Se pot în același timp utiliza cenuși obținute din acest dozaj.

Se introduc cenușile într-un vas de 250-400 ml cu ajutorul a 75 ml de acid clorhidric 3 N (3.1). Se transportă cu prudență lichidul și se fierbe încet menținându-se astfel timp de cincisprezece minute. Se filtrează soluția caldă pe o hârtie de filtru fără cenușă și se spală reziduul cu apă caldă până la dispariția reacției acide. Se usucă filtrul care conține reziduul și se incinerează într-un creuzet tarat la o temperatură de cel puțin 550 °C și maximum 700 °C. Se răcește, se usucă și se cântărește.

5.2. *Procedeeul B*

Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, o cantitate de 5 g de probă și se introduce într-un vas de 250-400 ml. Se adaugă succesiv 25 ml apă și 25 ml acid clorhidric 3 N (3.1), se amestecă și se așteaptă sfârșitul efervescenței. Se mai adaugă 50 ml acid clorhidric 3 N (3.1). Se așteaptă sfârșitul unei eventuale degajări de gaze, se plasează apoi vasul într-o baie de apă la temperatura de fierbere și se menține, dacă este necesar, timp de 30 de minute sau mai mult până la sfârșitul hidrolizei complete a amidonului care este eventual prezent.

Se filtrează la cald pe un filtru fără cenușă și se spală cu ajutorul a 50 ml de apă caldă (vezi observația 7). Se plasează filtrul conținând reziduul într-un creuzet de incinerare, se usucă și se incinerează la o temperatură de cel puțin 550 °C și maximum 700 °C. Se introduce în continuare cenușa în vas și se adaugă 75 ml de acid clorhidric 3 N (3.1.); se continuă conform indicațiilor de la punctul 5.1, al doilea paragraf.

6. Calculul rezultatelor

Se calculează greutatea reziduului și se deduce tara. Rezultatul se exprimă în procente de probă.

7. Observații

Dacă filtrarea se dovedește dificilă, se recomandă ca dozarea să se facă înlocuind 50 ml acid clorhidric 3 N cu 50 ml acid tricloroacetic 20 procente (3.2) și ca spălarea filtrului să se efectueze cu ajutorul unei soluții calde de acid tricloroacetic 1 procent (3.3).

7. DOZAREA CLORULUI DIN CLORURI

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Metoda permite dozarea clorului din clorurile solubile în apă, convențional exprimate în clorură de sodiu. Este aplicabilă tuturor furajelor.

2. Principiul

Clorurile sunt puse în soluție de apă. Dacă produsul conține materii organice, se procedează la o separare. Soluția este ușor acidificată cu acid nitric și clorurile se precipită sub formă de clorură de argint cu ajutorul unei soluții de nitrat de argint. Excesul nitratului de argint este titrat cu o soluție de tiocianat de amoniu, în conformitate cu metoda Volhard.

3. Reactivi

- 3.1. Soluție de tiocianat de amoniu 0,1 N.
- 3.2. Soluție de nitrat de argint 0,1 N.
- 3.3. Soluție saturată de sulfat de amoniu feric.
- 3.4. Acid azotic, d: 1,38.
- 3.5. Eter dietilic p.a.
- 3.6. Acetonă p.a.
- 3.7. Soluție Carrez I: se dizolvă în apă 24 g acetat de zinc, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ și 3 g acid acetic înghețat. Se completează până la 100 ml cu apă.
- 3.8. Soluție Carrez II: se dizolvă în apă 10,6 g de ferocianură de potasiu, $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$. Se completează până la 100 ml cu apă.
- 3.9. Carbon activ p.a., exceptând clorurile care nu-l absorb.

4. Aparatura

Centrifugă (culbutor): aproximativ 35 până la 40 rotații pe minut.

5. Mod de lucru

5.1. Prepararea soluției

În funcție de natura probei, se prepară o soluție conform indicațiilor din 5.1.1., 5.1.2. sau 5.1.3.

Se efectuează, în paralel, o încercare comparativă care nu implică proba de analizat.

5.1.1. Probe fără materii organice

Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, o doză de încercare (nu mai mare de 10 g), ce nu conține mai mult de 3 g de clor sub formă de cloruri și se introduce într-o epruvetă gradată de 500 ml împreună cu 400 ml de apă la aproximativ 20 °C. Se amestecă timp de treizeci de minute în centrifugă, se completează volumul, se omogenizează și se filtrează.

5.1.2. Probe ce conțin materii organice, exceptând produsele menționate la 5.1.3.

Se cântărește, cu precizie de 1 mg, o cantitate de aproximativ 5 g de eșantion, și se introduce împreună cu un gram de cărbune activ într-o epruvetă gradată de 500 ml. Se adaugă aproximativ 400 ml apă la 20 °C și 5 ml soluție Carrez I (3.7), se agită și se adaugă încă 5 ml de soluție Carrez II (3.8). Se amestecă timp de treizeci de minute în centrifugă, se completează volumul și se filtrează.

5.1.3. Furaje prăjite, turte și faină de in, produse bogate în faină de in și alte produse bogate în mucilagii și în substanțe coloidale (de exemplu: amidon dextrinat)

Se prepară o soluție conform indicației de la 5.1.2, dar nu se filtrează. Se decantează (dacă este necesar, se centrifughează), se recoltează 100 ml lichid de la suprafață și se introduce în balonul gradat de 200 ml. Se amestecă cu acetonă (3.6) și se completează la volum cu acest solvent, se omogenizează și se filtrează.

5.2. Titrarea

Se introduce cu pipeta într-un vas Erlenmeyer o cantitate de 25-100 ml de filtrat (în funcție de conținutul anticipat de clor), obținut în conformitate cu punctul 5.1.1, 5.1.2., 5.1.3. Cantitatea prelevată nu trebuie să conțină mai mult de 150 mg clor (Cl). Se diluează, dacă este necesar, cu maximum 50 ml de apă, se adaugă 5 ml acid azotic (3.4), 20 ml de soluție saturată de sulfat de amoniu feric (3.3) și două picături de soluție de tiocianat de amoniu (3.1), porționat cu ajutorul unei eprubete umplute până la gradația maximă. Se porționează, după aceea, cu ajutorul unei eprubete soluția de nitrat de argint (3.2) astfel încât să se obțină un exces de 5 ml. Se adaugă 5 ml de eter dietilic (3.5) și se agită puternic pentru concentrarea precipitatului.

Se titrează excesul de nitrat de argint cu o soluție de tiocianat de amoniu (3.1) până când aceasta virează la roșu-brun timp de un minut.

6. Calculul rezultatelor

Cantitatea de clor (p) exprimată în clorură de sodiu, prezentă în volumul de filtrat, prelevată după titrare este dată de formula următoare:

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

în care:

V_1 = ml de soluție de nitrat de argint 0,1 N adăugat

V_2 = ml de soluție de tiocianat de amoniu 0,1 N utilizat în cazul titrării.

Dacă încercarea comparativă indică un consum de soluție de nitrat de argint 0,1 N, se scade această valoare din volumul ($V_1 - V_2$). Exprimarea rezultatelor se face în procente din probă.

7. Observații

7.1. Titrarea se poate face și prin potențiometrie;

7.2. Pentru produsele foarte bogate în materii grase se procedează în prealabil la o degresare cu eter dietilic sau eter de petrol;

7.3. Pentru faină de pește, titrarea poate fi efectuată și prin metoda Mohr.

8. DOZAREA ESENȚEI DE MUȘTAR

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Metoda permite determinarea conținutului de esență de muștar antrenată de vaporii de apă, exprimată în izotiocianat de alil, din turtele din speciile Brassica și Sinapis și din furajele combinate care conțin esență de muștar.

2. Principiul

Proba este așezată în suspensie apoasă. Esențele de muștar sunt eliberate sub acțiunea fermenților, antrenate prin distilare în prezența etanolului și recuperate din amoniacul diluat. Soluția este tratată la cald într-un volum determinat de soluție de nitrat de argint, răcită și filtrată. Excesul de nitrat de argint este titrat cu o soluție de tiocianat de amoniu.

3. Reactivi

- 3.1. Muștar alb (*Sinapis alba*)
- 3.2. Etanol: de la 95 la 96 procente (m/v)
- 3.3. Emulsie antispumantă (de exemplu, silicon)
- 3.4. Amoniac, d: 0,958
- 3.5. Soluție de nitrat de argint 0,1 N
- 3.6. Soluție de tiocianat de amoniu 0,1 N
- 3.7. Acid azotic d: 1,40
- 3.8. Soluție saturată de sulfat de amoniu feric

4. Aparatura

- 4.1. Balon de 500 ml, cu fund plat și dop de sticlă rotată.
- 4.2. Aparat de distilare dotat cu frigider și un dispozitiv care permite evitarea antrenării picăturilor.

5. Modul de lucru

Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, o cantitate de 10 g de probă, se introduce în balonul de 500 ml cu fundul plat și se adaugă 2 g de muștar alb fin măcinat (sursa de ferment) (3.1) 200 ml de apă la 20 °C. Se închide balonul și se menține timp de două ore la 20 °C agitându-se frecvent. Se adaugă aproximativ 40 ml etanol (3.2) și o picătură de emulsie antispumantă (3.3). Se distilează aproximativ 150 ml și se adună distilatul în balonul gradat având 250 ml, conținând 20 ml de amoniac (3.4), supraveghindu-se ca extremitatea răcitorului să fie introdusă în lichid. Se adaugă la soluția amoniacală 50 ml (sau mai mult, dacă este necesar) de soluție de nitrat de argint 0,1 N (3.5), cu o mică pâlnie, și se încălzește amestecul timp de o oră într-o baie de apă la temperatura de fierbere. Se lasă să se răcească, se completează volumul cu apă, se agită și se filtrează. Se recoltează 100 ml filtrat limpede, se adaugă 5 ml acid nitric (3.7) și aproximativ 5 ml soluție sulfat de amoniu feric (3.8). Se titrează la revenire excesul de nitrat de argint cu o soluție de tiocianat de amoniu 0,1 N (3.6).

Se efectuează o încercare comparativă aplicând același mod de lucru la 2 g de muștar alb fin măcinat, în absența probei de analizat.

6. Calculul rezultatelor

Se scade volumul de soluție de nitrat de argint 0,1 N consumat în încercarea comparativă din același consumat la încercarea probei. Valoarea obținută este valoarea în mililitri de soluție nitrat de argint 0,1 N consumat de esență de muștar din doza de probă. 1 ml de AgNO₃ 0,1 N corespunde la 4,956 mg izotiocianat de alil. Rezultatul se exprimă în procente de probă.

9. DOZAREA LACTOZEI

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Metoda permite determinarea conținutului de peste 0,5 % de lactoză din furaje.

2. Principii

Zaharurile sunt dizolvate în apă. Soluția este supusă la fermentare cu drojdia *Saccharomyces cerevisiae* ce lasă lactoza intactă. După limpezire și filtrare, conținutul în lactoză al filtratului este determinat prin metoda Luff-Schoorl.

3. Reactivi

3.1. Suspensie de *Saccharomyces cerevisiae*: se plasează în suspensie o cantitate de 25 g drojdie proaspătă cu 100 ml apă. Suspensia se conservă maximum o săptămână în frigider.

3.2. Soluție Carrez I: Se dizolvă în apă 24 g acetat de zinc, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ și 3 g acid acetic înghețat. Se completează până la 100 ml cu apă.

3.3. Soluție Carrez II: Se dizolvă în apă 10,6 g de ferocianură de potasiu, $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$. Se completează până la 100 ml cu apă.

3.4. Reactiv Luff-Schoorl:

Se varsă, agitând foarte prudent, soluția de acid citric (3.4.2) în soluția de carbonat de sodiu (3.4.2). Se adaugă soluția de sulfat de cupru (3.4.1) și se completează până la 1 l cu apă. Se lasă la decantare o noapte și se filtrează. Se controlează normalitatea reactivului astfel obținut (Cu 0,1 N; Na_2CO_3 2 N). pH-ul soluției obținute trebuie să fie de aproximativ 9,4.

3.4.1 Soluție de sulfat de cupru: se dizolvă 25 de g de sulfat de cupru $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ fără fier în 100 ml de apă.

3.4.2. Soluție de acid citric: Se dizolvă 50 de g de acid citric $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ în 50 ml de apă.

3.4.3. Soluție de carbonat de sodiu: Se dizolvă 143,8 g de carbonat de sodiu anhidric în aproximativ 300 ml de apă caldă. Se lasă să se răcească.

3.5. Granule de piatră ponce fierte în acid clorhidric, spălate în apă și uscate.

3.6. Soluție 30 procente (m/v) de iodură de potasiu.

3.7. Acid sulfuric 6 N.

3.8. Soluție de tiosulfat de sodiu 0,1 N.

3.9. Soluție de amidon: se adaugă un amestec de 5 g amidon solubil în 30 ml de apă la 1 l de apă la temperatura de fierbere. Se fierbe timp de 3 minute, se lasă să se răcească și se adaugă eventual 10 mg de iodură de mercur ca agent de conservare.

4. Aparatura

Baie de apă dotată cu termostat, reglat de la 38 la 40 °C.

5. Modul de lucru

Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, 1 g de probă și se introduce această doză de încercare într-un balon gradat de 100 ml. Se adaugă de la 25 la 30 ml de apă. Se introduce balonul timp de 30 de minute într-o baie de apă la temperatura de fierbere și se răcește apoi la aproximativ 35 °C. Se adaugă 5 ml de suspensie de drojdie (3.1) și se omogenizează. Se lasă să se decanteze timp de două ore în baia de apă la temperatura de 38-40 °C. Se lasă să se răcească apoi până la aproximativ 20 °C.

Se adaugă 2,5 ml de soluție Carrez I (3.2) și se agită timp de treizeci de secunde; se adaugă apoi 2,5 ml de soluție Carrez II (3.3) și se agită din nou timp de treizeci de secunde. Se completează până la 100 ml cu apă, se amestecă și se filtrează. Se recoltează cu pipeta o cantitate de filtrat ce nu trebuie să depășească 25 ml și să conțină de preferință de la 40 la 80 mg de lactoză, introducându-se într-un vas Erlenmeyer de 300 ml. Dacă este necesar, se completează până la 25 ml cu apă.

Se procedează în același fel la o încercare comparativă cu 5 ml de suspensie de drojdie (3.1).

Se determină după cum urmează conținutul de lactoză conform metodei Luff-Schoorl: se adaugă exact 25 ml de reactiv conform metodei Luff-Schoorl (3.4) și două granule de piatra ponce (3.5). Se încălzește, agitând cu mâna, la o flacără liberă de înălțime medie și aducând lichidul la fierbere în aproximativ două minute. Se plasează imediat vasul Erlenmeyer pe o sită metalică prevăzută cu un ecran de azbest de hornblendă dotat cu un orificiu de aproximativ 6 cm în diametru, sub care în prealabil s-a aprins o flacără. Aceasta este reglată astfel încât numai fundul vasului să fie încălzit. Se adaptează în continuare un răcitor cu reflux pe vasul Erlenmeyer. Pornind din acest moment, se fierbe exact zece minute. Se răcește imediat în apă rece și după aproximativ cinci minute se titrează după cum urmează:

Se adaugă 10 ml de soluție de iodură de potasiu (3.6) și, imediat, cu foarte multă prudență (datorită riscului formării unei spumații abundente), 25 ml acid sulfuric 6 N (3.7). Se titrează în continuare cu soluție de tiosulfat de sodiu 0,1 N (3.8) până la apariția unei coloraturi galben șters, adăugând ca indicator soluția de amidon (3.9) și încheind titrarea.

Se efectuează aceeași titrare pe un amestec măsurat de exact 25 ml reactiv conform metodei Luff-Schoorl (3.4) și 25 ml de apă, după ce am adăugat 10 ml de soluție de iodură de potasiu (3.6) și 25 ml de acid sulfuric 6 N (3.7) fără a mai efectua fierberea.

6. Calculul rezultatelor

Se stabilește cu ajutorul tabelului următor cantitatea de lactoză în mg corespunzând diferenței dintre rezultatele celor două titrări de mai sus, exprimate în ml de tiosulfat de sodiu 0,1 N.

Se exprimă rezultatul în părți de lactoză anhidră pe procent de probă.

7. Observații

Pentru produsele care conțin mai mult de 40 procente de zahăr fermentescibil, se utilizează mai mult de 5 ml suspensie de drojdie (3.1).

Tabel cu valorile pentru 25 ml de reactiv conform metodei Luff-Schoorl

ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N, încălzit două minute, zece minute de fierbere

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N	Glucoză, fructoză, zaharuri $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$		Lactoză $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$		Maltoză $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$		$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N
	ml	mg	diferență	mg	diferență	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. DOZAREA POTASIULUI

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea conținutului de potasiu din furaje.

2. **Principiul**

Proba este incinerată și cenușile sunt puse într-o soluție de acid clorhidric. Conținutul de potasiu al soluției este determinat prin fotometrie prin flacără în prezența clorurii de cesiu și a nitratului de aluminiu. Aditivarea acestor substanțe elimină, într-o mare măsură, interferența elementelor perturbatoare.

3. **Reactivi**

- 3.1. Acid clorhidric, p.a. d: 1,12.
- 3.2. Clorură de cesiu, p.a.
- 3.3. Nitrat de aluminiu $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$, pur din punct de vedere chimic.
- 3.4. Clorură de potasiu, p.a., anhidră.
- 3.5. Soluție tampon: se dizolvă în apă 50 g clorură de cesiu (3.2) și 250 g de nitrat de aluminiu (3.3), se completează până la 1 l cu apă și se omogenizează. Se conservă în flacoane de material plastic.
- 3.6. Soluție etalon de potasiu: se dizolvă în apă 1,907 g de clorură de potasiu (3.4) și se adaugă 5 ml de acid clorhidric (3.1), se completează până la 1 l cu apă și se omogenizează. Se conservă în flacoane din material plastic. 1 ml din aceasta soluție conține 1,00 mg de potasiu.

4. **Aparatura**

- 4.1. Creuzet de incinerare din platină, cuarț sau porțelan, eventual prevăzut cu capac.
- 4.2. Cuptor electric cu termostat.
- 4.3. Fotometru de flacără.

5. **Modul de lucru**5.1. *Analiza probei*

Ca regulă generală, se cântăresc 10 g de probă, cu o precizie de 10 mg, într-un creuzet de incinerare, după care se incinerază substanța la 450 °C timp de trei ore. După răcire se transvazează cantitativ reziduiul incinerat cu ajutorul a 250-300 ml apă într-un balon gradat de 500 ml, se adaugă apoi 50 ml acid clorhidric (3.1). După oprirea eventualelor degajări de gaz carbonic, se încălzește și se menține timp de două ore la o temperatură apropiată de 90 °C, agitând din timp în timp. Se lasă să se răcească la temperatura ambiantă, sau prin răcire cu apă, se agită și se filtrează. Se introduce într-un balon gradat de 100 ml o cantitate de filtrat ce conține maxim 1,0 mg potasiu, se amestecă cu 10,0 ml de soluție tampon (3.5) și se omogenizează. Dacă avem un conținut foarte ridicat de potasiu, se diluează soluția de analizat, într-o proporție adecvată, adăugând soluția tampon.

Tabelul de mai jos ne oferă titrarea pentru o doză de încercare de aproximativ 10 g.

Conținut prevăzut al conținutului de potasiu din probă (% K)	Factor de diluare	Parte proporțională în mm de soluție
Până la 0,1	–	50
0,1 – 0,5	–	10
0,5 – 1,0	–	5
1,0 – 5,0	1: 10	10
5,0 – 10,0	1: 10	5
10,0 – 20,0	1: 20	5

Se efectuează măsurarea prin fotometrie cu flacără la o lungime de undă de 768 nm. Se calculează rezultatul cu ajutorul curbei de etalonare.

5.2. Curba de etalonare

Se introduc exact 10 ml de soluție etalon (3.6) într-un balon gradat de 250 ml, se răcește cu apă și se omogenizează. Se introduce în baloane gradate de 100 ml exact 5, 10, 15, 20 și 25 ml din această soluție ce corespund la cantitățile respective de potasiu de 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 și 1,0 mg. Se completează seria cu un balon martor exceptând soluția etalon. Se completează în fiecare balon cu 10 ml de soluție tampon (3.5), se tratează balonul cu apă și se omogenizează. Se efectuează măsurările conform celor indicate la punctul 5.1. Alura curbei de etalonare este în general liniară până la o concentrație de potasiu de 1 mg în 100 ml de soluție.

6. Calculul rezultatelor

Rezultatul se exprimă în procente de probă.

7. Observații

Adăugarea soluției tampon (3.5) pentru eliminarea interferenței elementelor perturbatoare nu este întotdeauna necesară.

11. DOZAREA SODIULUI

1. Obiectul și domeniul de activitate

Metoda permite determinarea conținutului de sodiu din furaje.

2. Principii

Proba se incinerează, iar cenușile sunt puse în soluție de acid clorhidric. Conținutul de sodiu al soluției este determinat prin fotometrie cu flacără în prezența clorurii de cesiu și a nitratului de aluminiu. Adăugarea acestor substanțe elimină, într-o mare măsură, interferența elementelor perturbatoare.

3. Reactivi

- 3.1. Acid clorhidric, p.a., d: 1,12.
- 3.2. Clorură de cesiu, p.a.
- 3.3. Nitrat de aluminiu $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$, pur din punct de vedere chimic.
- 3.4. Clorură de sodiu, p.a. anhidră.
- 3.5. Soluție tampon: se dizolvă în apă 50 g clorură de cesiu (3.2) și 250 g de nitrat de aluminiu (3.3), se completează până la 1 l cu apă și se omogenizează. Se conservă în flacoane de material plastic.
- 3.6. Soluție etalon de sodiu: se dizolvă în apă 2,542 g de clorură de sodiu (3.4) și se adaugă 5 ml de acid clorhidric (3.1), se completează până la 1 l cu apă și se omogenizează. Se conservă în flacoane de material plastic. 1 ml din această soluție conține 1,00 mg de potasiu.

4. Aparatura

- 4.1. Creuzet de incinerare din platină, cuarț sau porțelan, eventual prevăzut cu capac.
- 4.2. Cuptor electric cu termostat.
- 4.3. Fotometru cu flacără.

5. Modul de lucru

5.1. Analiza probei

Ca regulă generală, se cântărește o cantitate de 10 g de probă, cu o precizie de 10 mg, într-un creuzet de incinerare (4.2), după care se incinerează substanța la 450 °C timp de trei ore. Se evită supraîncălzirea (inflamarea). După răcire, se transvazează cantitativ reziduul incinerat cu ajutorul a 250-300 ml apă și 50 ml acid clorhidric (3.1) într-un balon cu capacitatea de 500 ml. După oprirea eventualelor degajări de gaz carbonic, se încălzește soluția și se menține timp de două ore la o temperatură apropiată de 90 °C, agitând

din timp în timp. Se lasă să se răcească la temperatura ambiantă, se completează volumul cu apă, se agită și se filtrează. Se introduce într-un balon gradat de 100 ml o cantitate de filtrat ce conține maxim 1,0 mg sodiu, se amestecă cu 10,0 ml de soluție tampon (3.5) și se omogenizează. Dacă avem un conținut foarte ridicat de sodiu, se diluează soluția de analizat, într-o proporție adecvată, înaintea adăugării soluției tampon.

Tablelul de mai jos ne oferă titrarea pentru o doză de încercare de aproximativ 10 g.

Conținut anticipat de sodiu din probă (% Na)	Factor de diluare	Alicotă în mm de soluție
Până la 0,1	–	50
0,1 – 0,5	–	10
0,5 – 1,0	–	5
1,0 – 5,0	1: 10	10
5,0 – 10,0	1: 10	5
10,0 – 20,0	1: 20	5

Se efectuează măsurarea prin fotometrie cu flăcără la o lungime de undă de 589 nm. Se calculează rezultatul cu ajutorul curbei de etalonare.

5.2. Curba de etalonare

Se introduc exact 10 ml de soluție etalon (3.6) într-un balon gradat de 250 ml, se completează volumul cu apă și se omogenizează. Se introduc în baloane gradate de 100 ml exact 5, 10, 15, 20 și 25 ml din această soluție, valori ce corespund exact cantităților de sodiu de 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 și 1,0 mg. Se completează seria cu un balon martor, exceptând soluția etalon. Se completează în fiecare balon cu 10 ml de soluție tampon (3.5), se completează balonul cu apă și se omogenizează. Se efectuează măsurările conform celor indicate la punctul 5.1. Evoluția curbei de etalonare este în general liniară până la o concentrație de sodiu de 1 mg în 100 ml de soluție.

6. Calculul rezultatelor

Rezultatul se exprimă în procente de probă.

7. Observații

- 7.1. Pentru produsele al căror conținut de sodiu este superior valorii de 4 %, este preferabil să se incinerze substanța timp de 2 ore într-un creuzet prevăzut cu capac. După răcire, se completează cu apă, se plasează reziduul în suspensie cu ajutorul unui fir de platină, se usucă și se incinerază din nou timp de două ore în creuzet.
- 7.2. Dacă proba este constituită numai din materii minerale, se procedează numai la dizolvare, fără incinerare prealabilă.

12. DOZAREA ZAHARURILOR

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Metoda permite dozarea zaharurilor dezoxidante și a zaharurilor totale după inversie exprimate în glucoză sau, în cazuri deosebite, în zaharoză, prin conversie cu ajutorul unui factor de 0,95. Este aplicabilă în cazul furajelor combinate. Se prevăd modalități specifice pentru alte furaje. În cazuri particulare, se face o dozare separată a factorilor și se ține cont de aceștia în calculul rezultatelor.

2. Principiul

Zaharurile sunt dizolvate în etanol diluat; soluția este limpezită cu ajutorul reactivilor Carrez I și II. După eliminarea etanolului, dozarea se execută înainte și după inversie, în conformitate cu metoda Luff-Schoorl.

3. Reactivi

- 3.1. Etanol 40 % (v/v), d: 0,948 la 20 °C, determinat ca un punct de viraj al fenolftaleinei.
- 3.2. Soluție Carrez I: Se dizolvă în apă 24 g de acetat de zinc $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2 H_2O$ și 3 g de acid acetic înghețat. Se completează până la 100 ml cu apă. 2 H_2O și 3 g acid acetic înghețat. Se completează cu 100 ml apă.
- 3.3. Soluție Carrez II: se dizolvă în apă 10,6 g de ferocianură de potasiu $K_4[Fe(CN_6)] \cdot 3 H_2O$. Se completează până la 100 ml cu apă.
- 3.4. Soluție 0,1 % (m/v) metilorange.
- 3.5. Acid clorhidric 4 N.
- 3.6. Acid clorhidric 0,1 N.
- 3.7. Soluție de hidroxid de sodiu 0,1 N.

3.8. Reactiv în conformitate cu metoda Luff-Schoorl:

Se varsă, agitând foarte prudent, soluția de acid citric (3.8.2) în soluția de carbonat de sodiu (3.8.3). Se adaugă soluția de sulfat de cupru (3.8.1) și se completează până la 1 l cu apă. Se lasă la decantare o noapte și se filtrează. Se controlează normalitatea reactivului astfel obținut (Cu 0,1 N; $Na_2 CO_3$ 2 N). Soluția astfel obținută trebuie să aibă un pH de aproximativ 9,4.

- 3.8.1. Soluție de sulfat de cupru: se dizolvă 25 de g de sulfat de cupru $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ fără fier în 100 ml de apă.
- 3.8.2. Soluție de acid citric: se dizolvă 50 g de acid citric $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ în 50 ml de apă.
- 3.8.3. Soluție de carbonat de sodiu: se dizolvă 143,8 g de carbonat de sodiu anhidric în aproximativ 300 ml de apă caldă. Se lasă să se răcească.
- 3.9. Soluție de tiosulfat de sodiu 0,1 N.
- 3.10. Soluție de amidon: se dizolvă un amestec de 5 g amidon solubil în 30 ml de apă, într-un litru de apă la temperatura de fierbere. Se fierbe timp de 3 minute, se lasă să se răcească și se adaugă 10 mg de iodură de mercur ca agent conservator.
- 3.11. Acid sulfuric 6 N.
- 3.12. Soluție 30 % (m/v) iodură de potasiu.
- 3.13. Granule de piatră ponce, fierte în acid clorhidric, spălate în apă și uscate.
- 3.14. Izopentanol.

4. Aparatura

Centrifugă (culbutor):aproximativ 35-40 rot/min.

5. Mod de lucru

5.1. Punerea în soluție

Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, o cantitate de 2,5 g de probă și se introduce într-un balon gradat de 250 ml. Se adaugă 200 ml etanol (3.1) și se amestecă timp de o oră în centrifugă. Se adaugă 5 ml de soluție Carrez I (3.2) și se agită timp de un minut. Se adaugă aproximativ 5 ml de soluție Carrez II (3.3) și se agită din nou timp de un minut. Se amestecă împreună cu etanolul (3.1), se omogenizează și se filtrează. Se recoltează 200 ml de filtrat și se vaporizează aproximativ jumătate din volum, în scopul eliminării majorității etanolului. Se transvazează cantitativ reziduul rămas după evaporare, cu ajutorul apei calde, într-un balon gradat de 200 ml, se răcește, se completează în volum cu apă, se omogenizează și filtrează, dacă este necesar. Această soluție va fi utilizată pentru dozarea zaharurilor deoxidante și, după inversie, pentru dozarea zaharurilor totale.

5.2. Dozarea zaharurilor dezoxidante

Se recoltează cu pipeta o cantitate de soluție care nu trebuie să depășească 25 ml și care să conțină mai puțin de 60 mg de zaharuri dezoxidante, exprimate în glucoză. Dacă este necesar, se completează până la 25 ml cu apă distilată și se determină conținutul în zaharuri dezoxidante prin metoda Luff-Schoorl. Rezultatul este exprimat în procente de glucoză.

5.3. Dozarea zaharurilor totale după invesie

Se recoltează cu pipeta 50 ml de soluție și se introduce într-un balon gradat de 100 ml. Se adaugă câteva picături de soluție de metilorange (3.4), apoi, cu multă prudență și agitând în permanență, acid clorhidric 4 N (3.5), până la obținerea culorii roșu persistent. Se adaugă 15 ml de acid clorhidric 0,1 N (3.6), se introduce balonul într-o baie de apă și se face o fierbere puternică timp de 30 minute. Se răcește rapid la 20 °C și se adaugă 15 ml de soluție de hidroxid de sodiu 0,1 N (3.7). Se completează până la 100 ml cu apă și se omogenizează. Se recoltează o cantitate ce nu trebuie să depășească 25 ml și nici să conțină mai puțin de 60 mg de zaharuri dezoxidante, exprimate în glucoză. Dacă este necesar, se completează până la 25 de ml cu apă distilată și se determină conținutul în zaharuri dezoxidante după metoda Luff-Schoorl. Rezultatul este exprimat în procente de glucoză sau eventual în zaharoză, multiplicată cu factorul 0,95.

5.4. Titrarea conform metodei Luff-Schoorl

Se recoltează cu pipeta 25 ml de reactivi conform metodei Luff-Schoorl (3.8) și se introduce într-un vas Erlenmeyer de 300 ml; se adaugă 25 ml, măsurați exact, de soluție limpezită de zaharuri. Se adaugă 2 granule încălzite de piatra ponce (3.13) și se agită cu mâna pe o flacără liberă de înălțime medie, aducându-se lichidul la fierbere în aproximativ 2 minute. Vasul se așează imediat pe o sită metalică prevăzută cu un ecran din azbest de hornblendă cu diametru de 6 cm, sub care în prealabil a fost aprinsă flacăra, astfel încât numai fundul vasului să fie încălzit. Se introduce răcitorul în refluxul vasului. Plecând din acest moment, se fierbe timp de exact 10 minute, se răcește imediat în apă rece și, după aproximativ 5 minute, se titrează după cum urmează:

Se adaugă 10 ml de iodură de potasiu (3.12) și, imediat după aceea și cu multă prudență (datorită riscului formării unei spume abundente), 25 ml de acid sulfuric 6 N (3.11). Se tratează în continuare cu tiosulfat de sodiu 0,1 N (3.9) până la apariția unei coloraturi galben șters, se adaugă impicatorul de amidon (3.10) și se oprește titrarea.

Se efectuează aceeași titrare pe un amestec, exact măsurat, de 25 ml de reactivi conform metodei Luff-Schoorl (3.8) și 25 ml de apă, după ce a fost adăugată o cantitate de 10 ml de soluție de iodură de potasiu (3.12) și 25 ml de acid sulfuric 6 N (3.11), fără a mai se efectua fierberea.

6. Calculul rezultatelor

Se stabilește cu ajutorul tabeli cantitatea de glucoză în mg corespunzătoare valorilor celor două titrări, exprimată în ml de tiosulfat de sodiu 0,1 N.

Se exprimă rezultatul în procente din probă.

7. Moduri de lucru speciale

7.1. Pentru furajele foarte bogate în melase și pentru alte furaje puțin omogene, se cântăresc 20 g și se introduc într-un balon gradat de un litru cu 500 ml apă. Se amestecă timp de o oră în centrifugă. Se limpește cu ajutorul reactivilor Carrez I (3.2) și II (3.3) conform celor descrise la punctul 5.1 și utilizând, de data aceasta, o cantitate de patru ori mai ridicată din fiecare reactiv. Se completează volumul cu etanol 80 % (v/v).

Se omogenizează și se filtrează. Se elimină etanolul conform celor descrise la punctul 5.1. În absența amidonului dextrinizat, se completează volumul cu apă distilată.

7.2. Pentru melase și furaje simple, bogate în zaharuri și practic fără amidon (roșcove, sfeclă furajeră), se cântăresc 5 g, se introduc într-un balon gradat de 250 ml, se adaugă 200 ml apă distilată și se amestecă timp de o oră sau mai mult, dacă este necesar, în centrifugă. Se limpește cu ajutorul reactivilor Carrez I (3.2) și II (3.3) conform celor descrise la punctul 5.1. Se completează volumul cu apă, se omogenizează și se filtrează. Pentru dozarea zaharurilor totale, se procedează conform indicațiilor de la punctul 5.3.

8. **Observații**

- 8.1. Este recomandabil să se adauge aproximativ 1 ml izopentanol (3.14) (fără a se ține cont de volum), înainte de fierbere cu reactivul Luff-Schoorl, în scopul evitării formării spumei.
- 8.2. Diferența între valoarea de tuturor zaharurilor după inversie, exprimată în glucoză, și conținutul de zaharuri deoxidante, exprimate în glucoză, multiplicată cu 0,95, dă valoarea zaharozei în procente.
- 8.3. Pentru determinarea conținutului de zaharuri deoxidante, cu excepția lactozei, se pot adapta următoarele două metode:
- 8.3.1. Pentru un calcul aproximativ, se multiplică cu 0,675 conținutul de lactoză stabilit printr-un dozaj separat și se scade rezultatul obținut din conținutul de zaharuri deoxidate.
- 8.3.2. Pentru un calcul precis al zaharurilor deoxidate, în absența lactozei, este necesar să pornim de la aceeași doză de încercare pentru două determinări finale. Una din analize se efectuează pe o parte din soluție obținută în conformitate cu punctul 5.1, alta pe o parte din soluție obținută în acest caz din dozarea lactozei în conformitate cu metoda prevăzută în acest sens (după fermentarea altor tipuri de zaharuri și limpezire).

În acest al doilea caz, cantitatea de zaharuri prezentă este determinată conform metodei Luff-Schoorl și calculată în miligrame de glucoză. Cele două valori sunt scăzute una din alta și diferența este exprimată în procente de probă.

Exemplu

Două volume prelevate corespund, pentru fiecare dozaj, unei doze de încercare de 250 mg.

În primul caz, se consumă 17 ml de soluție de tiosulfat de sodiu 0,1 N, ce corespunde la 44,2 mg de glucoză, în al doilea caz 11 ml ce corespunde la 27,6 mg de glucoză.

Diferența se ridică la 16,6 mg de glucoză.

Conținutul de zaharuri deoxidante (lactoza exceptată), calculate în glucoze este atunci:

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

Tabel cu valorile pentru 25 ml de reactiv conform metodei Luff-Schoorl

ml Na₂S₂O₃ 0,1 N, două minute încălzit, zece minute fiert

Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 N	Glucoză, fructoză, zaharuri C ₆ H ₁₂ O ₆		Lactoză C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Maltoză C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 N
	ml	mg	diferență	mg	diferență	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. DOZAREA TEOBROMINEI

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Metoda permite determinarea conținutului de teobromină a subproduselor rezultate din prelucrarea boabelor de cacao.

2. Principiul

Teobromina este extrasă cu ajutorul cloroformului. Extractul este evaporat uscat, pus în soluție cu apă și tratat într-un volum determinat cu soluție de nitrat de argint. Acidul nitric eliberat este titrat cu o soluție de hidroxid de sodiu.

3. Reactivi

- 3.1. Cloroform p.a.
- 3.2. Amoniac d: 0,958.
- 3.3. Sulfat de sodiu p.a., anhidric.
- 3.4. Soluție de hidroxid de sodiu 0,1 N.
- 3.5. Soluție de nitrat de argint 0,1 N.
- 3.6. Soluție etanolică 1 % (m/v) de roșu de fenol.
- 3.7. Eter dietilic.

4. Aparatura

Balon de 500 ml cu fund plat și dop de sticlă rodată.

5. Modul de lucru

Se cântărește, cu precizie de 1 mg, o doză de încercare de maximum 10 mg, ce nu conține mai mult de 80 mg de teobromină. Se introduce doza într-un balon de 500 ml cu fund plat și dop de sticlă rodată, se adaugă 270 ml de cloroform (3.1) și 10 ml de amoniac (3.2). Se închide dopul balonului și se agită energic timp de 5 minute. Se adaugă apoi 12 g de sulfat de sodiu anhidric (3.3), se agită din nou și se lasă să se depună până a doua zi. Se filtrează într-un vas Erlenmeyer de 500 ml și se spală reziduul cu 100 ml de cloroform (3.1). Se distilează solventul și se elimină ultimele urme într-o baie de apă la temperatura de fierbere. Se repune extractul în 50 ml de apă și se introduce la fierbere.

Se răcește, se neutralizează total cu o soluție de hidroxid de sodiu în prezența a 0,5 ml de soluție de roșu de fenol (3.6). Se adaugă în continuare 20 ml de soluție de nitrat de argint (3.5). Se titrează acidul nitric eliberat cu o soluție de hidroxid de sodiu (3.4) până la obținerea unei acidități cu (pH 7,4).

6. Calculul rezultatelor

1 ml de NaOH 0,1 N corespunde la 18 mg de teobromină.

Se exprimă rezultatul în procente de probă.

7. Observații

Produsele al căror conținut brut în materii grase depășește 8 % trebuie în prealabil degresate prin extracție timp de 6 ore cu eter de petrol (la 40 °C).

14. DOZAREA UREEI

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Metoda permite determinarea conținutului de uree din furaje.

2. Principiul

Proba, împreună cu un produs de limpezire, este pusă în suspensie în apă. Suspensia se filtrează. Conținutul de uree al filtratului este determinat, după adăugarea de 4 dimetilaminobezaldehidă (4 – DMAB), prin măsurarea densității optice la o lungime de undă de 420 nm.

3. Reactivi

- 3.1. Soluție de 4-dimetilaminobezaldehidă: se dizolvă 1,6 g de 4-DMAB p.a în 100 ml de etanol 96 % și se adaugă 10 ml acid clorhidric p.a. (D: 1,19). Acest reactiv se conservă pentru maximum două săptămâni.
- 3.2. Soluție Carrez I: se dizolvă în apă 24 g de acetat de zinc $Zn(CH_3COO) \cdot 2 H_2O$ și 3 g de acid acetic înghețat. Se completează până la 100 ml cu apă.
- 3.3. Soluție Carrez II: se dizolvă în apă 10,6 g de ferocianură de potasiu, $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3 H_2O$. Se completează la 100 ml cu apă.
- 3.4. Carbon activ, ce nu absoarbe ureea (de controlat).
- 3.5. Soluție 0,1 % uree.

4. Aparatura

- 4.1. Centrifugă (culbutor): turație 35 - 40 rot/min.
- 4.2. Tub de încercare: 160 × 16 mm, cu bușon rotat.
- 4.3. Spectrofotometru.

5. Modul de lucru

5.1 Analiza probei

Se cântărește, cu precizia de 1 mg, o cantitate de 2 g de probă și se introduce cu 1 g de carbon activ (3.4) într-un flacon gradat de 500 ml. Se adaugă 400 ml de apă și 5 ml de soluții Carrez I (3.2) și II (3.3). Se amestecă timp de 30 de minute în centrifugă. Se completează volumul cu apă, se agită și se filtrează.

Se recoltează 5 ml de filtrat limpede și incolor, se introduce în tubul de încercare cu dop de sticlă rotată, se adaugă 5 ml de soluție de 4 – DMAB (3.1) și se amestecă. Se introduce tubul într-o baie de apă la 20 °C. După 15 minute se măsoară densitatea optică a soluției probei cu spectrofotometrul de 420 nm, prin comparare cu soluția de încercare comparativă a reactivului.

5.2 Curba de etalonare

Se recoltează volume de 1, 2, 4, 5 și 10 ml din soluția de uree, se introduc în baloanele gradate de 100 ml și se completează volumul cu apă. Se recoltează 5 ml din fiecare soluție adăugându-se în fiecare 5 ml de soluție 4 – DMAB (3.1), se omogenizează și se măsoară densitatea optică conform indicațiilor de mai sus cu o soluție martor ce conține 5 ml de 4 – DMAB și 5 ml de apă (exceptând ureea). Se trasează curbele de etalonare.

6. Calculul rezultatelor

Se determină cantitatea de uree a dozei de încercare funcție de curba de etalonare.

Se exprimă rezultatele în procente de probă.

7. Observații

- 7.1. Pentru un conținut în uree superior valorii de 3 %, se reduce doza de încercare la 1 g sau se diluează soluția inițială pentru a nu avea mai mult de 50 mg de uree în 500 ml.
- 7.2. Pentru conținuturi scăzute în uree, se scade greutatea dozei în scopul păstrării filtrantului limpede și incolor.
- 7.3. Dacă proba conține componenți de azot simpli, cum ar fi acizii aminici, este indicat să se efectueze măsurarea densității optice la 435 nm.

15. DOZAREA ALCALOIZILOR DIN LUPIN**1. Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea conținutului de alcaloide din păștile de lupin.

2. Principiul

Alcaloizii sunt puși în soluție într-un amestec cu eter dietilic și cloroform, fiind extrași de acidul clorhidric. Alcaloizii sunt precipitați cu ajutorul acidului silico-tunstic, precipitatul este incinerat, iar rezidul se cântărește.

3. Reactivi

- 3.1. Eter dietilic.
- 3.2. Cloroform.
- 3.3. Soluție de hidroxid de sodiu 4 N.
- 3.4. Acid clorhidric 0,3 N.
- 3.5. Clorură de sodiu p.a.
- 3.6. Soluție 10 % (m/v) de acid silico-tunstic $\text{SiO}_2 \cdot 12 \text{WO}_3 \cdot 26 \text{H}_2\text{O}$.

4. Aparatura

- 4.1. Amestecător mecanic.
- 4.2. Creuzet de incinerare din platină, cuarț sau porțelan.
- 4.3. Cuptor electric.

5. Modul de lucru

Se cântărește, cu o precizie de 5 mg, o cantitate de 15 g de probă într-un recipient de aproximativ 200 ml, prevăzut cu dop de sticlă rotată (de exemplu, fiola pentru decantat). Se adaugă 100 ml de eter dietilic (3.1) și 50 ml de cloroform (3.2), măsurate cu precizie, și apoi cu ajutorul unei eprubete gradate, se adaugă 10 ml de soluție de hidroxid de sodiu (3.3). Se agită puternic pentru a se evita formarea conglomeratelor. Se agită din nou în mai multe reprize și se lasă în repaus până a doua zi. Dacă lichidul de la suprafață nu este în totalitate limpede, se adaugă câteva picături de apă. Se filtrează stratul de eter-cloroform. Se recoltează 50 ml de filtrat într-un balon gradat de 50 ml și se transvazează cantitativ cu ajutorul a 50 ml de eter dietilic (3.1) într-o eprubetă de decantare de 150 ml. Se extrage de trei ori succesiv cu ajutorul a 20 ml acid clorhidric (3.4), se lasă să se decanteze și se recuperează extractul acid după fiecare operație. Se pun la un loc extractele acide într-un vas de 250 ml și se elimină ultimele urme de cloroform și eter încălzind ușor. Se adaugă aproximativ 1 g clorură de sodiu (3.5), se lasă să se răcească și se precipită alcaloizii cu ajutorul soluției acide silico-tunstice (3.6). Se amestecă mecanic timp

de 30 de minute și se lasă să se decanteze o noapte. Se filtrează și se elimină cenușa, apoi se spală precipitatul, succesiv, de 2 ori cu 10 ml și de 2 ori cu 5 ml acid clorhidric (3.4).

Se plasează filtrul conținând precipitatul în creuzet și se incinerează la 900 °C. Se lasă să se răcească și se cântărește.

6. Calculul rezultatelor

Conținutul în alcaloizi al dozei de încercare se obține multiplicând greutatea de cenuși rezultate cu factorul 0,2.

Se exprimă rezultatul în procente de probă.

16. DETERMINAREA ACTIVITĂȚII UREAZICE A PRODUSELOR DERIVATE DIN SOIA

1. Obiectul și domeniul de aplicare

Testul permite determinarea activității ureazei în furajele derivate din soia și punerea în evidență a unei prelucrări insuficiente a acestor produse.

2. Principiul

Activitatea ureazei este determinată de cantitatea de azot amoniacal eliberat de 1 g de produs într-un minut, la 30 °C, pornind de la o soluție de uree.

3. Reactivi

3.1 Acid clorhidric 0,1 N.

3.2 Soluție de hidroxid de sodiu 0,1 N.

3.3 Soluție tampon de fosfați 0,05 M, moli conținuți în 1 000 ml, 4,45 g de fosfat disodic ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) și 3,40 g fosfat monopotasnic (KH_2PO_4).

3.4 Soluție tamponată de uree, proaspăt preparată, conținând 30,0 g de uree la 1 000 ml de soluție tampon (3.3), cu 6,9.-7.0 pH.

4. Aparatura

4.1 Aparat de titrare potențiomtric sau pH-metru foarte sensibil (sensibilitate: 0,02 pH) cu amestecător mecanic.

4.2 Baie de apă, prevăzută cu termostat, reglată la exact 30 °C.

4.3 Tub de încercare: 150×18 mm cu dop de sticlă rotată.

5. Modul de lucru

Se macină (de exemplu într-o râșniță de cafea) aproximativ 10 g de probă până ajunge la granulația care permite trecerea printr-o sită cu ochiuri de 0,2 mm. Într-un tub de încercare cu dop de sticlă rotată se cântărește cu o precizie de 1 mg, o cantitate de 0,2 g de probă măcinată și se adaugă 10 ml de soluție tamponată de uree (3.4). Se închide imediat și se agită foarte puternic. Se introduce tubul în baia de apă reglată la exact la 30 °C și se lasă în repaus exact 30 de minute. Imediat după aceea, se adaugă 10 ml de acid clorhidric 0,1 N (3.1), se răcește rapid la 20 °C și se transvazează cantitativ conținutul tubului într-un recipient de titrare, asigurând clătirea în două

reprize cu ajutorul a 5 ml de apă. Se titrează imediat și rapid cu ajutorul soluției de hidroxid de sodiu 0,1 N (3.2) prin electrometrie cu electrod de sticlă până la 4,7 pH.

Se efectuează o încercare comparativă după cum urmează:

Se introduce rapid și succesiv într-un tub de încercare cu dop de sticlă rodată o doză de încercare 0,2 g, cântărită cu o precizie de 1 mg, 10 ml acid clorhidric 0,1 N (3.1) și 10 ml soluție tamponată de uree (3.4). Se răcește imediat tubul în apă înghețată și se lasă în repaus timp de 30 de minute. Se transvazează în condițiile indicate mai sus, în tubul de filtrare, cu ajutorul soluției de hidroxid de sodiu 0,1 N până la 4,7 pH.

6. Calculul rezultatelor

Activitatea ureazică este dată de formula:

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

în care:

- a = ml soluție de hidroxid de sodiu 0,1 N consumată cu doza de încercare;
- b = ml soluție de hidroxid de sodiu 0,1 N consumat pentru încercarea comparativă;
- E = greutatea dozei de încercare în grame.

7. Observații

- 7.1. Metoda este destinată pentru o activitate ureazică ce poate atinge 1 mg de N/g minim la 30 °C. Pentru produsele mai active, doza de încercare poate fi redusă până la 50 mg.
 - 7.2. Produsele al căror conținut în materii grase brute depășește 10 %, trebuie în prealabil degresate la rece.
-