

Afdeling Microscopie 1981-12-11

VERSLAG 81.95 Pr.nr. 505.2090

Onderwerp: Een vergelijking van de be-
palingsmethode van ricinus-
zaadschillen in veevoeders
met de ISO-methode en de
RIKILT-methode

Verzendlijst: directeur, sektorhoofd (3x), direktie VKA, afd.
Microscopie, afd. Normalisatie (Humme), Projektbeheer,
Hollman.

Project: Normalisatie/harmonisatie van onderzoekmethoden voor dier-
voeders.

Onderwerp: Een vergelijking van de bepalingsmethode van ricinuszaad-
schillen in veevoeders met de ISO-methode en de RIKILT-
methode.

Doel

In het kader van de normalisatie/harmonisatie van veevoederonderzoek-
methoden werd verzocht om commentaar op een door de ISO voorgestelde
methode voor de bepaling van ricinuszaadschillen in veevoeders.

Samenvatting

Onder A wordt de ISO-methode vergeleken met de op het RIKILT gebruike-
lijke methode voor wat betreft de uitvoering.

Onder B worden beide methoden vergeleken aan de hand van een bekend
gehalte aan ricinuszaadschillen voor wat betreft de te verkrijgen
resultaten.

Conclusie

- A. Beide methoden wijken wat uitvoering betreft niet sterk van elkaar
af. Slechts het toepassen van de correctiefactor 1,3 bij de
ISO-methode leidt tot heel andere resultaten.
- B. Zonder de toepassing van de correctiefactor ontlopen de resultaten
verkregen met beide methoden elkaar niet veel. Het verlies aan
gewicht door koken in zuur en loog en daarna drogen van de rici-
nuszaadschilletjes is aanzienlijk (ca. 40%).

Verantwoordelijk: drs W.J.H.J. de Jong

Medewerker(s)/Samensteller(s): De Jong/Pricken

A. Vergelijking van de ISO-methode met de RIKILT-methode voor wat betreft de bepaling van het gehalte aan ricinuszaadschillen in veevoeders

ISO-methode UDC 636.085/.087:543.8

Interne RIKILT-methode

Commentaar indien deze methode afwijkt van de ISO methode.

Animal feeding stuffs - Determination of castor oil seed husks - Microscopical methods

1. Scope and field of application

This International Standard specifies two methods for the determination of castor oil seed husks in animal feeding stuffs. The limit of detection is 5 mg/kg¹).

Door ons wordt slechts een methode aangehouden. N.l. die welke met een aantal wijzigingen het meest met methode A. overeenkomt.

2. Principle

2.1 Method A

Suspension of a test portion, by boiling successively with nitric acid solution and sodium hydroxide solution. Washing and separation by decantation. Drying, microscopical identification of fragments of castor oil seed husks and weighing.

Deze methode (A) komt het meest met de onze overeen n.l. hier wordt het monstermateriaal eerst "gekookt" voordat gedecanteerd wordt i.p.v. andersom. (Zie methode B).

2.2 Method B

Suspension of a test portion in water. Separation of the residue in suspension by boiling successively with nitric acid solution and sodium hydroxide solution. Washing and drying of the residue, microscopical identification of fragments of castor oil seed husks and weighing.

3. Reagents

All reagents shall be of recognized analytical quality and the water used shall be distilled water or water of at least equivalent purity.

3. Idem

3.1 Nitric acid, 10% (V/V) solution.

3.1 Idem

3.2 Sodium hydroxide, 2,5% (m/m) solution.

3.2 Idem

4. Apparatus

Ordinary laboratory apparatus and in particular.

4. Idem

- | | |
|--|--|
| 4.1 Porcelain dish, of capacity 1000 to 2000 ml (for method A), or | 4.1 Geen porseleinen schalen maar bekersglazen van 2 l. |
| 4.2 Porcelain dish, of capacity 250 to 500 ml (for method B). | |
| 4.3 Nylon gauze, of mesh size 100 μ m, resistant to dilute acids and alkalis. | 4.3 Zelfde gaas, maaswijdte 0,1 mm.
Opm. Het gaas is niet zo resistent tegen zuur en loog, vandaar dat voordat gefiltreerd wordt eerst geneutraliseerd wordt. |
| 4.4 Measuring cylinder, of capacity at least 1000 ml. | 4.4 Maatcilinder wordt niet gebruikt. |
| 4.5 Stereomicroscope or binocular lens, of magnification X 10 to 15. | |
| 4.6 Microscope. | 4.6 t/m 4.13 Idem. |
| 4.7 Flat bottomed dish, approximately 140 mm x 80 mm. | |
| 4.8 Microscope slides. | |
| 4.9 Microscope cover slides. | |
| 4.10 Analytical balance. | |
| 4.11 Sieve, of aperture size 3 mm. | |
| 4.12 Oven, capable of being controlled at 100°C. | |
| 4.13 Desiccator. | |
| 5. Procedure | |
| 5.1 Method A | 5.1 RIKILT methode. |
| 5.1.1 Preparation of the test sample. | 5.1.1 Idem |
| 5.1.1.1 Powdered feeding stuffs. Thoroughly mix the powdered sample. | 5.1.1.1 Idem |
| 5.1.1.2 Cakes or compressed feeding stuffs.
Grind the samples coarsely so that they pass completely through the sieve (4.11). Mix well after sieving. | 5.1.1.2 Idem |

5.1.2 Test portion

Weigh, to the nearest 0,1 g, about 100 g of the test sample into the porcelain dish (4.1).

5.1.3 Determination

5.1.3.1 Add 500 to 700 ml of the nitric acid solution (3.1), bring to the boil, stirring continuously with a glass rod, and allow to boil for half a minute. Filter through the nylon gauze (4.3). Wash the residue in hot water and transfer back to the porcelain dish. Add 500 to 700 ml of the sodium hydroxide solution (3.2), bring to the boil, stirring continuously with a glass rod, and allow to boil for half a minute. Transfer the suspension into the measuring cylinder (4.4) and fill the measuring cylinder with water.

5.1.3.2 Pass a slight flow of water through the measuring cylinder by means of a glass tube immersed to a depth of two-thirds of the height of the measuring cylinder. Adjust the flow so that only the very finest particles remain in suspension and the husk fragments remain at the bottom. Continue this operation until the majority of the particles in suspension have been removed. Decant two-thirds of the liquid and filter the remainder through the nylon gauze (4.3).

5.1.3.3 Transfer the residue into the flat-bottomed dish (4.7). Examine under the stereomicroscope or the binocular lens (4.5) and isolate the husk fragments on a white background using tweezers. Dry in the oven (4.12) for 4 h at 100°C, allow to cool to ambient temperature in the desiccator and identify the fragments using the microscope (4.6) by comparing them with castor oil seed husks which have been subject to the same treatment.

5.1.2 Analysemonster. Door ons wordt i.p.v. 100 g (0,1 g nauwkeurig) twee maal 50 g (0,1 g nauwkeurig) monstermateriaal in twee bekers van 2 l gebracht. Beide monsters worden verder vlg. onderstaande procedure behandeld.

5.1.3 Bepaling. Door ons wordt 500 ml zuur resp. loog toegevoegd. I.p.v. een halve minuut wordt door ons 3 minuten doorgekookt. Na het koken wordt geneutraliseerd met sterk loog (of sterk zuur) om aantasting van het gas te voorkomen. (Zie 4.3.) Na filtratie wordt het residu met een waterstraaltje van ca. 60°C nagewassen.

5.1.3.2. Het materiaal wordt niet in een maatkolf gebracht om vervolgens met behulp van een continue waterstraal op tweederde van de hoogte te worden "gedecanteerd" maar teruggebracht in het bekersglas, gevuld met water omgeroerd en het zwevend materiaal wordt afgegoten (een paar maal herhaald).

5.1.3.3 Idem.

Opm. Het afwegen van de schillettjes gebeurt door ons tot op 0,01 mg nauwkeurig. Er wordt eerst gewogen alvorens een preparaat wordt gemaakt.

Castor oil seed husks have a particular structure - the characteristic pitted surface of the black or brown, acutely angled husk fragments can be seen when examined under low magnification (see the figures).

Collect the husks and weigh them to the nearest 0,1 mg.

5.2 Method B

5.2 Methode B wordt door ons niet toegepast. Het "koken" na het sedimenteren heeft weinig effect. Bij het decanteren van het ongekookte materiaal bestaat de mogelijkheid dat ricinuszaadschillen verwijderd worden.

5.2.1 Preparation of the test sample.

Use the laboratory sample directly as the test sample.

5.2.2 Test portion

5.2.2.1 Powdered feeding stuffs

Transfer a test portion of about 100 g, weighed to the nearest 0,1 g directly into the measuring cylinder (4.4)

5.2.2.2 Cakes or compressed feeding stuffs

Grind a test portion, without previous milling or sieving, of about 100 g, weighed to the nearest 0,1 g in hot water, until the agglomerates are completely mixed with the water; then transfer into the measuring cylinder (4.4).

5.2.3 Determination

5.2.3.1 Fill the measuring cylinder with water. Pass a slight flow of water through the measuring cylinder by means of a glass tube immersed to a depth of two-thirds of the height of the measuring cylinder. Adjust the flow so that only the very finest particles remain in suspension and the husk fragments remain at the bottom. Continue this operation until the majority of the particles in suspension have been removed. Decant two-thirds of the liquid and filter the remainder through the nylon gauze (4.3).

5.2.3.2 Transfer the residue into the porcelain dish (4.2), add 100 to 200 ml of the nitric acid solution (3.1), bring to the boil, stirring continuously with a glass rod, and allow to boil for half a minute. Filter through the nylon gauze (4.3). Wash the residue in hot water and transfer it back to the porcelain dish. Add 100 to 200 ml of sodium hydroxide solution (3.2), bring to the boil, stirring continuously with a glass rod, and allow to boil for half a minute. Filter through the nylon gauze.

5.2.3.3 Wash the residue in hot water and transfer it to the flat-bottomed dish (4.7). Carry out the microscopical examination and determination as specified for method A (see 5.1.3.3).

5.3 Number of determinations
Carry out two determinations on test portions taken from the same test sample.

6 Expression of results
The castor oil seed husks content, expressed as a percentage by mass of the product as received, is equal to

$$m_1 \times 1,3 \times \frac{100}{m_0}$$

where

m_0 is the mass, in grams, of the test portion;

m_1 is the mass, in grams, of dried castor oil seed husk fragments;

1,3 is the factor used to compensate the loss of mass experienced by the fragments during the course of the analysis.

7 Test report

The test report shall show the method used (A or B) and the results obtained. It shall also mention any operating conditions not specified in this International Standard, or regarded as optional, as well as any circumstances that may have influenced the results. The report shall include all details required for complete identification of the samples.

5.3 Bij de ISO methode dient men dus 2 maal 100 g te onderzoeken. Door ons wordt 2 maal 50 g onderzocht. Het resultaat van beide bepalingen wordt opgeteld.

Het resultaat wordt door ons uitgedrukt in mg per kg. De factor 1,3 wordt door ons niet meer toegepast. Dit is uiteraard een kwestie van afspreken. Volgens ons is het niet nodig om het gehalte terug te rekenen op het gewicht van de oorspronkelijke schillen.

7. Op het analyseverslag wordt het gehalte vermeld in ppm's. Soms wordt een grens aangegeven b.v. minder dan 10 ppm.

B. Een vergelijkend onderzoek van de ricinusbepalingsmethoden vlgs, de ISO-methode en de interne RIKILT-methode.

Ter vergelijking van beide methoden werd aan 100 g sojameel resp. aan twee maal 50 g sojameel een bekende hoeveelheid ricinuszaadschillen toegevoegd. Het gehalte aan ricinuszaadschillen werd in de 100 g sojameel bepaald vlgs. de ISO-methode en in de twee maal 50 g vlgs. onze methode.

Uitvoering

Aan 100 g monster werd 0,06861 g ricinuszaadschillen toegevoegd. Aan twee maal 50 g monster werd resp. 0,03992 g en 0,04246 g ricinuszaadschillen toegevoegd.

In het 100 g monster werd het gehalte aan ricinuszaadschillen bepaald vlgs. de ISO-methode (UDC 636.085/.087:543.8) Methode A.

In de twee maal 50 g monster werd het gehalte aan ricinuszaadschillen bepaald vlgs. de interne RIKILT-methoden (Handleiding: Het microscopisch Veevoeder-, Meststoffen- en Voedingsmiddelenonderzoek p.97 e.v.).

Resultaat

Volgens ISO-methode: 0,04110 g werd terug gevonden d.i. $\frac{0,04110}{0,06861} \times 100\% = 59,9\% \sim 60\%$.

Wanneer men dit vermenigvuldigt met de factor 1,3 is dit 77,9% \sim 80%.

Volgens de RIKILT-methode: 0,02182 g resp. 0,02043 g (totaal 0,04225 g) werd in beide monsters van 50 g teruggevonden d.i. $\frac{0,04225}{0,08238} \times 100\% = 51,3\%$.

Diskussie

Zowel bij de ISO-methode als de RIKILT-methode wordt ca. 50 à 60% van de ricinuszaadschillen teruggevonden. Het verlies is niet toe te schrijven aan verlies van schilletjes tijdens de bepaling maar waarschijnlijk worden de schilletjes een stuk lichter door koken met zuur en loog en daarna drogen.

De factor 1,3 is vermoedelijk aan de lage kant om hierop voldoende te corrigeren.

Conclusie

De resultaten verkregen uit de beide methoden ontlopen elkaar niet veel. Het verlies aan gewicht door koken in zuur en loog en daarna drogen van de ricinuszaadschilletjes is aanzienlijk (ca. 40%).