

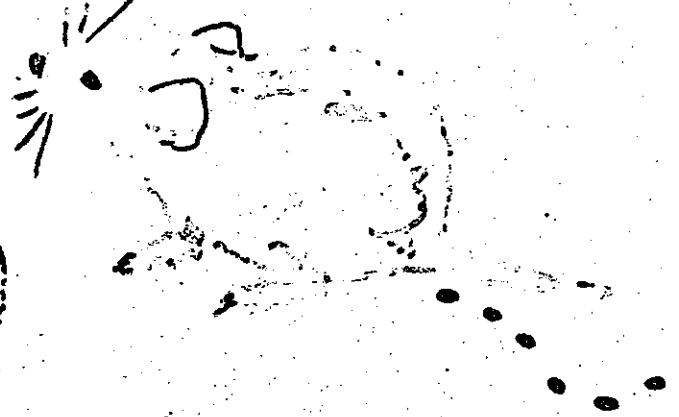
Monsters en monsterverwerking  
voor het verkrijgen van betrouwbare  
proefuitkomsten

J.M.van der Meer, A.Steg

Rapport nr. 111

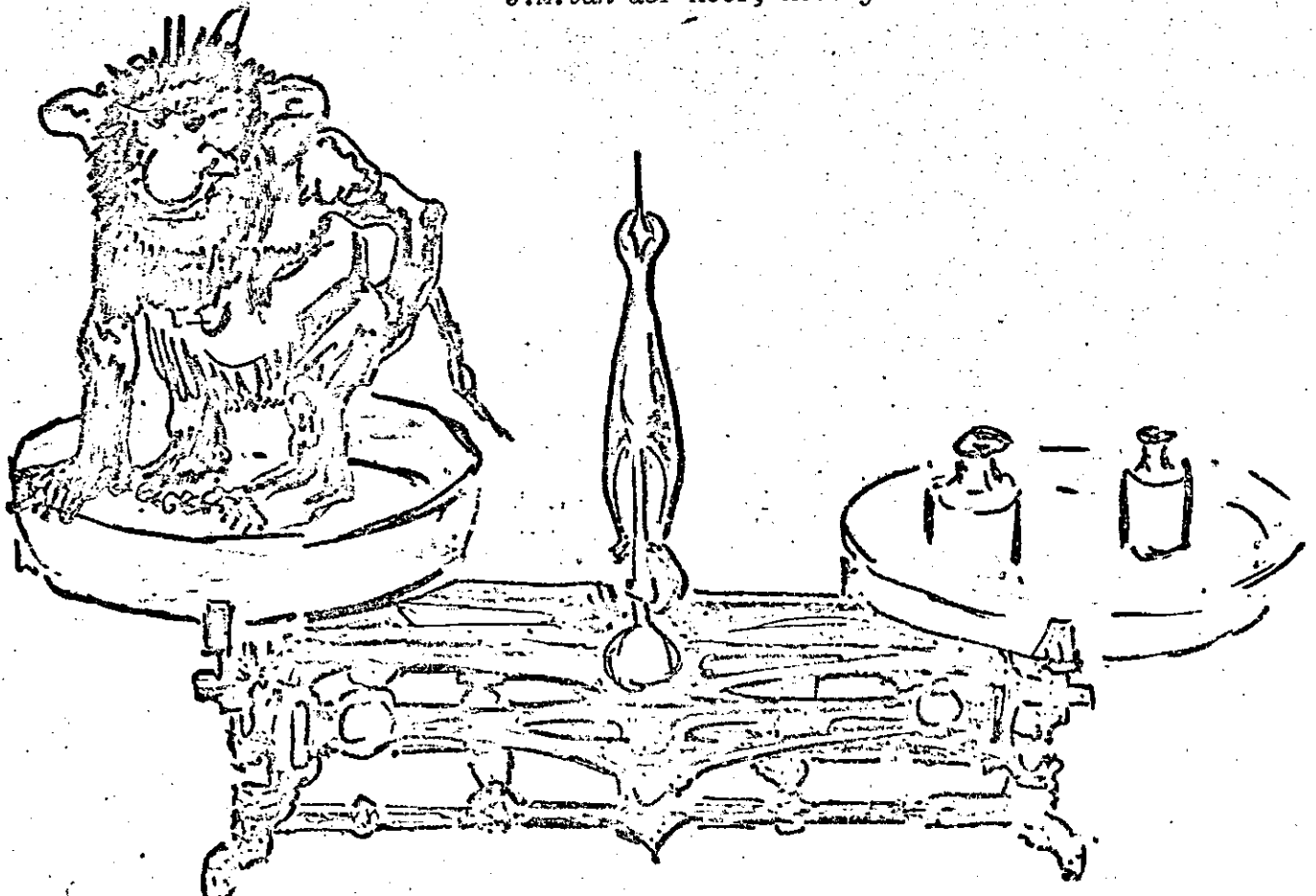


Monsters zijn  
aan bederf  
onderhevig.



Monsters en monsterverwerking  
voor het verkrijgen van  
betrouwbare proefuitkomsten

*J.M. van der Meer, A. Steg*



<u>Inhoud</u>	<u>blz.</u>
1. Inleiding	1
2. Bemonstering algemeen	2
2.1 aard van het materiaal	2
2.2 bemonsteringstechniek	2
2.3 het aantal monsters	2
2.4 grootte van de monsters	2
2.5 toegepaste analysemethode	3
3. Praktische uitvoering monsternamen	5
3.1 hooi	5
3.2 silage	7
3.3 vers gras	7
3.4 krachtvoer	8
3.5 voerresten	8
3.6 mest	9
3.7 urine	11
3.8 melk	11
3.9 pensvloeistof	12
3.10 darminhoud	13
4. De monsterverwerking/voorbereiding	14
4.1 hooi	14
4.2 silage	15
4.3 vers gras	16
4.4 krachtvoer	16
4.5 voerresten	16
4.6 mest	17
5. Bemonsteren in relatie tot de analytische methoden	18
5.1 de standaardafwijking van de bepalingsmethode	19
5.2 uitbijters	19
6. Slotopmerkingen	20
Literatuur	21

Tabel 1. Gemiddelde waarden en varianties

### Bijlagen.

- a. Overzicht uitvoerbare analyses
- b. Het aantal monsters en chemische bepalingen per produkt
- c. Schema monsternamen en voorbereiding

## 1. Inleiding.

Er bestaat geen specialist, die precies van elk voorkomend monster kan voorspellen, wat de invloed zal zijn van de wijze van nemen van het monster, de verwerking en de bepalingmethode op de nauwkeurigheid van de analyseuitkomsten.

Toch zijn wel een aantal regels te geven. De algemene lijn is in 1971 door Van Es op papier gezet.

Nu de verplaatsing van het Instituut voltooid is, is het zinnig, dat de gang van zaken van monstername tot analyseresultaat nog eens op een rij gezet wordt, temeer daar de samenvoeging van de afdeling 'Wageningen' met de 'Hoornse' afdelingen soms leidt tot misverstanden. In wezen zijn de verschillen in opvattingen gering, maar ze lijken groot, doordat zij soms tot verschillen in monster-techniek leiden. Primair dient te staan, dat voorkomen moet worden, dat ergens in de lijn van monstername tot analyseresultaat duidelijk fouten worden gemaakt; vaak zijn drie proeven nodig om de foute uitkomsten van één proef, waarin de fout niet naar voren kwam, te weerleggen.

Dit stuk is vooral bedoeld om fouten, veroorzaakt door onvoldoende duidelijke afspraken over de gang van zaken bij bemonstering en verwerking, zoveel mogelijk te voorkomen.

## 2. Algemeen.

Uiteindelijk doel van bemonsteren en analyseren van monsters is, om aan de hand van de (gemiddelde) analyse-uitkomsten van de monsters konklusies te trekken ten aanzien van de samenstelling, die met een zekere nauwkeurigheid gelden voor de gehele partij. Bepalend voor de te bereiken nauwkeurigheid zijn:

- 1- de aard van het te bemonsteren materiaal
- 2- de bemonsteringstechniek
- 3- het aantal monsters
- 4- de grootte van de monsters
- 5- de toegepaste analysemethode.

2.1 Om een juiste bemonstering te kunnen toepassen, moet men tevoren enig idee hebben over de mate van heterogeniteit van de partij. Zo zal men b.v. een partij silage met broei aan de zijkanten in principe anders moeten bemonsteren dan een niet gebroeide partij. In het hierna volgende is ervan uitgegaan, dat de partij niet zichtbaar heterogener is dan gemiddeld voor soortgelijk materiaal mag worden verwacht. Duidelijk afwijkende delen van een partij dient met apart te bemonsteren en te verwerken.

2.2 De wijze van bemonstering is afhankelijk van de aard van het materiaal. Feitelijk mag slechts die wijze van bemonstering worden toegepast waardoor geen wijziging van de samenstelling van het te bemonsteren produkt optreedt. Het nemen van boormonsters van natte silages bijvoorbeeld is slechts verantwoord als geen vocht wordt uitgeperst bij het bemonsteren. Wat in dit soort situaties nog wel of niet meer verantwoord is, dient van geval tot geval te worden beoordeeld. Natuurlijk zal een slordige wijze van bemonstering de betrouwbaarheid van de uiteindelijke analyse-uitkomst verminderen. Vooral systematische fouten (fouten, die elke keer bij het monstereen op dezelfde wijze gemaakt worden) zijn gevaarlijk. In tegenstelling tot de niet-systematische fouten wordt hun invloed niet uitgeschakeld door grotere aantallen monsters te nemen.

2.3 Wat betreft aantallen monsters wordt onderscheid gemaakt tussen:

- a) primair monster : een (kleine) hoeveelheid produkt van een bepaalde plaats in de partij;
- b) verzamelmonster : de verzameling van een aantal primaire monsters;
- c) analyse-submonster : deel van het verzamelmonster, dat dient voor de chemische analyses.

Het aantal primaire monsters per verzamelmonster is afhankelijk van de heterogeniteit van de partij en de gewenste nauwkeurigheid, maar is minstens  $20n$ , waarbij  $n$  = de grootte van de te bemonsteren partij in tonnen droge stof ( $n$  is minstens 1). Aangezien het bij de in ons instituut onderzochte produkten gemakkelijk voorkomt, dat door toevallige oorzaken toch een afwijkend monster voor onderzoek wordt aangeboden, is men er enige jaren geleden toe overgegaan van een te onderzoeken partij veelal 2 en soms meer onafhankelijke monsters te laten onderzoeken. Hoeveel onafhankelijk genomen monsters voor onderzoek worden aangeboden, wordt weer bepaald door de mate van heterogeniteit van het produkt en de gewenste nauwkeurigheid.

2.4 Dat de grootte van de monsters invloed heeft op de nauwkeurigheid van de analyse-uitkomst wordt duidelijk als men zou voorstellen om van b.v. een snijmaissilage een monster van 1 gram te nemen. De kans is aanwezig, dat dit monster uitsluitend

uit een stuk spil bestaat, waardoor de analyse-uitkomst een volkomen verkeerd beeld van de silage geeft. De grootte van de monsters dient afhankelijk te zijn van de deeltjesgrootte, dus in die zin van de mate van heterogeniteit van de partij.

2.5 Over de standaardafwijking van de analysetechniek, dus de grootte van de toevallige fouten, die bij de chemische analyse niet te vermijden zijn, kan informatie worden verkregen uit vroegere gegevens van soortgelijke produkten. Eventueel kan een apart onderzoek plaatsvinden.

Zo is bekend, dat de standaardafwijking van de ruwe-celstofbepaling veel groter is dan die van de ruw-eiwitbepaling. Indien het aantal analyses voor beide bepalingen even groot is, zal de nauwkeurigheid van de schatting van het gemiddelde rc-gehalte van een produkt derhalve minder zijn dan dat van het re-gehalte. De nauwkeurigheid van de bepaling verschilt ook vaak afhankelijk van het soort produkt.

De kans, dat het gemiddelde  $\bar{x}_n$  van n onafhankelijk uitgevoerde analyses (van b.v. ruwe celstof) in een monster de juiste waarde  $\mu$  van de partij benadert, is groter naarmate n groter is. Er geldt:

$$\bar{x}_n - \frac{t\sigma}{\sqrt{n}} < \mu < \bar{x}_n + \frac{t\sigma}{\sqrt{n}} \text{ behoudens een onbetrouwbaarheid}$$

van b.v. 5%.

De t-waarde (student-toets) dient ingevuld te worden, deze komt voor  $n > 5$  dicht bij 2. Bij een overschrijdingskans van 2½% (tweezijdig) is de waarde van t bij verschillende vrijheidsgraden als volgt:

n = 1	t = 12,7
2	4,30
4	2,78
8	2,31
16	2,12
32	2,04
64	2,00
∞	1,96

Uit dit overzicht komt duidelijk naar voren, dat het effect van twee naar drie analyses per monster veel groter is dan het effect van vier naar vijf analyses per monster.

$\sigma$  is de standaardafwijking van de bepaling. Indien meer monsters van dezelfde partij worden onderzocht, dient ook rekening te worden gehouden met de standaardafwijking van de bemonstering:

$$\bar{x}_{n_1 m} - \frac{t_1 \sigma_1}{\sqrt{m}} - \frac{t_2 \sigma_2}{\sqrt{n \cdot m}} < \mu < \bar{x}_{n_1 m} + \frac{t_1 \sigma_1}{\sqrt{m}} + \frac{t_2 \sigma_2}{\sqrt{n \cdot m}} \quad 1)$$

$\sigma_1$  = standaardafwijking monstername  
 $\sigma_2$  = standaardafwijking bepalingsmethode  
 $m$  = aantal onafhankelijke monsters  
 $n$  = aantal analyses per monster

In feite moet ook nog rekening gehouden worden met het feit, dat mengmonsters zijn samengesteld uit primaire monsters. Door het samenvoegen van  $p$  primaire monsters tot 1 mengmonster wordt de formule:

$$\bar{x}_{n_1 m} - \frac{t_1 \sigma_1}{\sqrt{p \cdot m}} - \frac{t_2 \sigma_2}{\sqrt{m \cdot n}} < \mu < \bar{x}_{n_1 m} + \frac{t_1 \sigma_1}{\sqrt{p \cdot m}} + \frac{t_2 \sigma_2}{\sqrt{m \cdot n}} \quad 2)$$

De onderzoeker dient bij de planning van proeven te formuleren welke nauwkeurigheid en betrouwbaarheid van de resultaten wordt geëist, of wel hoe groot de standaardafwijking van het gemiddelde mag zijn.

Om dit te bereiken is aanpassing mogelijk van het aantal proeven, het aantal dieren per proef en ook van het aantal monsters en analyses.

Bij intensievere dierproeven kan uit arbeidstechnische overwegingen vaak slechts met een gering aantal dieren worden gewerkt en zal veelal herhaling van proeven in de tijd nodig zijn, met name als de tussen-diersverschillen door de behandeling groter worden. Vaak weet men bij nieuwe varianten van intensieve proeven niet van tevoren hoe groot de door de dieren geïntroduceerde fout van de einduitkomst zal zijn.

In zulke gevallen kan het zinvol zijn aan de bemonstering en de verwerking van de monsters wat hogere eisen te stellen. Mocht de 'dier'fout tegenvallen, dan is de kans aanwezig, dat door de lagere 'monster'fout toch betrouwbare konklusies kunnen worden getrokken. Dat betekent, dat met minder van die intensieve proeven kan worden volstaan.

Vanaf de monstername tot en met de analyse moet worden gewaakt tegen het niet-representatief worden van het monster, doordat er tijdens de verwerking b.v. vocht verdampt, zand niet wordt meegenomen e.d. Vooral goed homogeniseren bij subbemonstering is belangrijk.

De kans is groot, dat men ongemerkt een systematische fout invoert, d.w.z. dat men bij elk monster dezelfde fout, dus in dezelfde richting, maakt. Zo'n fout wordt niet  $\sqrt{n}$  keer kleiner als men de uitkomsten van  $n$  van zulke monsters middelt, de fout blijft even groot ondanks het vele werk. Vandaar dat er vaak gevraagd wordt meer monsters van dezelfde partij niet door dezelfde persoon te laten nemen of te laten analyseren of niet in dezelfde serie, niet met dezelfde analysemethodiek, enz.

### 3. Praktische uitvoering monstername.

Zonder naar volledigheid te streven, lijkt het toch zinnig de bemonsteringsprocedure bij een aantal produkten, dat op ons instituut regelmatig moet worden bemonsterd, te bespreken. In dit hoofdstuk wordt de bespreking beperkt tot het nemen van de primaire monsters en de vorming van verzamelmonsters. De verdere verwerking in de monstervoorbereidingsruimte komt in het volgende hoofdstuk aan de orde.

#### 3.1 Hooi (stro, kunstmatig gedroogd gras in lange vorm).

a) Veelal zal hooi bij het afwegen van het rantsoen worden bemonsterd. Als voor een bepaalde proef (veelal verteringsbalansproef) het hooi in één keer wordt afgewogen, dient de partij tevoren zeer goed te worden gemengd. Hakselen is voor een goede homogeniteit aan te bevelen. Tijdens het afwegen worden 2 of 3 verzamelmonsters gemaakt (verschillende personen). De bemonstering geschiedt door regelmatig tijdens het afwegen voorzichtig onderhands plukjes uit de partij te nemen. Nooit trekken of slordig werken, men krijgt dan een niet-representatief monster: door trekken breken de tere delen af, door slordig werken verliest men de fijnere delen. Een primair monster (= plukje) weegt  $\pm$  50 g. Per verzamelmonster moeten tenminste 10 handjes (liefst meer) worden verzameld. De verzamelmonsters gaan in een afgesloten zak of vat onverwijld naar de monstervoorbereidingsruimte.



- b) Wanneer proefhooi niet in één keer kan worden afgewogen, zullen noodgedwongen verzamelmonsters 'in de tijd' moeten worden gemaakt door elke keer wanneer proefhooi wordt afgewogen monsters te nemen en deze te voegen bij het verzamelmonster 'in wording'. Deze procedure is noodgedwongen, omdat het praktisch niet mogelijk is elk monster per keer afwegen te analyseren. Doordat echter deze verzamelmonsters 'in wording' een tijd moeten worden bewaard, bestaat het gevaar, dat de samenstelling verandert (voor deze produkten kan met name het ds-gehalte veranderen). Men tracht dit zoveel mogelijk te voorkomen, door de verzamelmonsters in goed gesloten ketels te bewaren (zoveel mogelijk luchtdicht) en de periode van verzameling ook niet te lang te maken. De ketels moeten in een niet te vochtige of te droge omgeving staan; liefst nabij de plaats waar het hooi is opgeslagen.
- c) Om, voordat een proef start, oriënterende gegevens over het proefhooi te krijgen, zal veelal de partij in de berg of op de hoop bemonsters moeten worden. Dit gebeurt met een monsterboor. Meerdere keren steken is noodzakelijk om aan het vereiste aantal primaire monsters te voldoen. Volgens instructies van 'Oosterbeek' moet minstens op de volgende plaatsen worden bemonsterd:

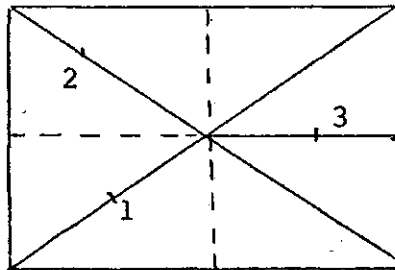


Fig. 1.

1. Op  $2/5$  van de halve diagonaal, gerekend vanuit het snijpunt der diagonalen
2. Op  $3/5$  van de halve diagonaal, gerekend vanuit het snijpunt der diagonalen.
3. Op  $2/3$  van de halve deellijn, gerekend vanuit het snijpunt der deellijnen, en wel zodanig van 1e en 2e boring verwijderd als op tekening is aangegeven.

Omdat het om een oriënterende bemonstering gaat, zal veelal volstaan kunnen worden met het maken van één verzamelmonster. Dit monster gaat onverwijld naar de monstervoorbereidingsruimte.

### 3.2 Silage (van groenvoeders)

De bemonstering van silage verloopt in grote trekken op dezelfde wijze als bij hooi. Bij silage dient men echter nog meer aandacht te schenken aan het voorkomen van een verandering in samenstelling tijdens de bemonstering en daarna. Silage blootgesteld aan de lucht verliest gemakkelijk vocht en vluchtige bestanddelen ( $\text{NH}_3$ , vluchtige vetzuren en alcohol), terwijl daarnaast broei kan optreden. Het maken van een verzamelmonster over meerdere dagen is dan ook veelal niet mogelijk, tenzij een vriesruimte voor opslag in de buurt is. Wel kan men de dagmonsters dagelijks drogen en van het gedroogde materiaal verzamelmonsters maken. Daarnaast zijn dan apart monsters nodig om de verliezen aan  $\text{NH}_3$ , vluchtige vetzuren en alcohol tijdens het drogen te bepalen. Bemonstering van silage bij afwegen vindt ook bij voorkeur plaats door het nemen van plukjesmonsters. Een primair monster is ca. 100 g. Bij het nemen van boormonsters moet men voorkomen, dat tijdens het boren vocht wordt uitgeperst.

### 3.3 Vers gras (en andere groenvoeders)

- a) Bemonstering van vers gras voor stalproeven gebeurt op een wijze, vergelijkbaar met wat daarover van silage is vermeld. Ook bij dit produkt dient men zeer attent te zijn op het voorkomen van vochtverlies of broei. Vaak worden voor de zekerheid meer monsters genomen, juist voor het ds-gehalte. De plukjesgrootte is  $\pm$  100 g.
- b) Bij de lopende beweidingsproeven (proj. 231) worden bij het begin en het eind van een proefperiode 10 stroken uitgemaaid. De kwantitatief verzamelde opbrengst wordt per strook gewogen en bemonsterd. Dit gebeurt uit praktische overwegingen met een grasboor. Men dient er bij het gebruiken van een boor erg op bedacht te zijn, dat geen vocht wordt uitgeperst. Na drogen van de monsters worden enkele verzamelmonsters gemaakt.

- c) Van een te velde staand gewas kunnen ook monsters worden genomen zonder maaimachine. Daartoe loopt men evenwijdig aan de diagonalen of zigzag (met een zekere systematiek) over het te bemonsteren perceel en snijdt (met een spinaziemes) regelmatig (b.v. om de 5 of 10 passen) een hoeveelheid gras weg, vlak voor de laatste voetstap die gezet werd. Op deze wijze worden minstens 20 primaire monsters per verzamelmonster genomen (+ 100 g per primair monster).

Monsters van vers gras e.d. dienen onverwijld naar de monstervoorbereidingsruimte gebracht te worden om daar (ook onverwijld) analyseklaar gemaakt te worden!

### 3.4 Krachtvoer en krachtvoergrondstoffen (ook grasbrok)

- a) Bij de intensievere proeven kan het krachtvoer in het algemeen voor de hoofdperiode in één keer afgewogen worden. Daartoe wordt de partij intensief gemengd, waarna tijdens het afwegen regelmatig een kleine hoeveelheid (+ 25 g) materiaal wordt genomen (schepje) voor het maken van de verzamelmonsters. Per verzamelmonster worden minstens 10 primaire monsters genomen.
- b) Bij langer durende voederproeven worden dagelijks tijdens het afwegen monsters genomen. Deze monsters worden tot verzamelmonsters samengevoegd. Bewaring vindt plaats in potten, natuurlijk met goed passend (schoref) deksel op een niet te droge en zeker niet te natte plaats. Op de potten duidelijk aangeven wat de inhoud is.

### 3.5 Voerresten.

Voerresten worden per dier (of bij groepsvoeding: per groep) verzameld en gewogen. Veelal is het niet mogelijk de voerresten van meerdere dagen zonder meer bij elkaar te doen (broei e.d.). Bij bewaring van de resten in een koelruimte heeft men van dit probleem weinig last. Indien luchtdroog maken van de resten tot de mogelijkheden behoort, kan dit in het algemeen worden aanbevolen. Het luchtdroge materiaal wordt dan over een 'hoofd'periode bij elkaar gevoegd. Na beëindiging van de hoofdperiode wordt na wegen van de verzamelrest bemonsterd. Omdat het bemonsteren van voerresten door de vaak grote heterogeniteit moeilijkheden kan geven, kan het

nemen van boormonsters van het 'droge' materiaal worden aanbevolen. Per (verzamel)monster worden meerdere steken uitgevoerd (minstens 5).

Als het niet mogelijk is totale voerresten te drogen, zal vaak noodgedwongen per dag moeten worden bemonsterd (voor bemonsteren wegen!). Indien van de voerrest per dag steeds een vast percentage van het gewicht als monster wordt genomen, kan een verzamelmonster over meerdere dagen worden gemaakt (liefst na het luchtdroog maken van het dagmonster). Ook bij het bemonsteren van voerresten als zodanig is boren vaak aan te bevelen om selectie bij de bemonstering te verminderen. Bij natte resten dient echter te worden voorkomen, dat vocht bij het boren wordt uitgeperst.

### 3.6 Mest.

Het bemonsteren van mest speelt vooral in verterings/balansproeven. Incidenteel wordt ook mest bemonsterd in andere proeven, b.v. bij beweidingsproeven, waarin getracht wordt de voederopname te schatten met de indicatormethode. Bij dit soort proeven is een bemonsteringsprocedure gewenst, die in dit stuk niet wordt behandeld.

In verterings/balansproeven zal men liefst de per dier geproduceerde hoeveelheid mest over de hele hoofdperiode (= mestopvangperiode) totaal verzamelen, omdat dan slechts 1 keer hoeft te worden bemonsterd. Bij verterings/balansproeven met hamels en varkens wordt dit gedaan. Wel wordt de mest gekoeld bewaard in goed afgesloten vaten en wordt een conserveringsmiddel (formaline) toegevoegd. (Bij aminozuur-verteringsproeven kan aan mest geen formaline worden toegevoegd in verband met aantasting van tyrosine. Bij die proeven wordt de mest in de diepvriescel opgeslagen). Na afloop van de hoofdperiode gaat hamelmest in de verzamelvaten naar de monster voorbereidingsruimte, nadat het netto-gewicht van de mest is bepaald en geregistreerd. De mest wordt in de monstervoorbereidingsruimte onverwijld behandeld (zie hoofdstuk 4).

Varkensmest wordt in de stofwisselingseenheid voorgemengd met 30 à 70% water (afhankelijk van de mestconsistentie, hoeveelheden mest en water exakt bekend) en met behulp van een mengapparaat zeer intensief gemengd (ook de hoeken van de vaten worden meegenomen). Ca. 3 kg mengsel, tijdens de

menging aan het totaal ontnomen, gaat naar de monstervoorbereidingsruimte en wordt daar onverwijld verder verwerkt. Het verschil in behandeling van hamel en varkensmest moet vooral worden toegeschreven aan de verschillen in consistentie. Hoewel ook de mest van runderen in principe over de hoofdperiode als totaal kan worden verzameld, gaat het vaak om dermate grote hoeveelheden, dat bewaren, mengen of bemonsteren van de totale hoeveelheid op moeilijkheden stuit. Het is dan ook gebruikelijk om van de per dag geproduceerde hoeveelheid mest een afgesproken percentage (b.v. 1%) te nemen en de procentuele monsters samen te voegen tot een verzamelmonster over de hoofdperiode. Voor het (na wegen van de mest) nemen van de procentuele monsters van de mest per dag kennen we twee procedures:

- a) De mest wordt na niet al te zorgvuldig mengen uitgespreid in een platte bak. Het procentuele monster wordt samengesteld door kleine schepjes (minstens 10) van de mest te nemen op verschillende plaatsen verspreid over het oppervlak van de bak.
- b) De mest wordt in het mestvat met behulp van een mengapparaat zeer intensief gemengd (ook de hoeken worden meegenomen). Daarna wordt onder afwisselend bemonsteren en mengen een procentueel monster samengesteld door op verschillende plaatsen in het vat schepjes te nemen (minstens 10). Een bezwaar van deze handelwijze is, dat feitelijk slechts monsters worden genomen van wat op dat moment de bovenlaag is. Anderzijds wordt dit bezwaar aanzienlijk minder door de intensieve menging die plaatsvindt.

Voorshands wordt aan methode a de voorkeur gegeven gezien de hoeveelheid en consistentie van de mest.

Het via methode a of b verzamelde mestmonster wordt in het verzamelmonstervat gedaan. Het verzamelmonster wordt gekoeld bewaard. Ter conservering wordt formaline toegevoegd. Na afloop van de mestopvangperiode wordt het verzamelmonster (dat dan ongeveer 5 kg is) naar de monstervoorbereidingsruimte gebracht om onverwijld verwerkt te worden.

### 3.7 Urine.

Wanneer in een balansproef urine wordt verzameld voor analyse-doeleinden, wordt in het algemeen dagelijks een procentueel (b.v. 1%) monster genomen. Veelal gebeurt dit door te werken met een vat met 'stijgbuis'. Het is dan zaak, dat de inhoud van de stijgbuis in samenstelling overeenkomt met die van het vat. Daartoe wordt nadat de urine is afgewogen of het volume is bepaald naast het s.g., het vat eerst goed omgeroerd, de stijgbuis gevuld en weer geledigd en nogmaals gevuld. Als de laatste vulling langzaam geschiedt, is er een verstopping en moet men aftappen en opnieuw laten vollopen. Pas dan kan het monster afgetapt worden.

De dagmonsters komen bij elkaar in een verzamelvat, dat gekoeld wordt bewaard, terwijl de urine tevens geconserveerd wordt door aan te zuren naar pH4 (op lakmoes) met 40% w/w zwavelzuur. Wanneer een Ca-bepaling moet gebeuren, wordt met HCl in plaats van  $H_2SO_4$  aangezuurd en voor een  $CO_2$ -bepaling wordt met formaline geconserveerd. Om  $NH_3$ -verliezen te voorkomen, wordt geconserveerd met HgI. Dit laatste moet duidelijk worden aangegeven vanwege de grote giftigheid van het kwikjodide.

### 3.8 Melk.

Melk is slechts goed te bemonsteren als ze warm is. Het is daarom aan te bevelen te bemonsteren tijdens of direkt na het melken. Het bemonsteren wordt tijdens het melken uitgevoerd als met een melkleidingsysteem wordt gemolken zonder opvangvat. In dat geval wordt bemonsterd via de milkoscoop. Bij deze techniek moet men zich nauwkeurig aan de voorschriften houden. Als de melk uiteindelijk in een emmer terecht komt, kan na roeren met een pollepel worden bemonsterd. Het nemen van een procentueel monster is dan echter bewerkelijk. Daarom wordt meestal gebruik gemaakt van een vat met stijgbuis als onder 3.7 is aangegeven. Uit praktische overwegingen worden in 'Lelystad' meestal geen procentuele verzamelmonsters gemaakt (uitgezonderd bij balansproeven), maar worden soms enige 'morgen' monsters bij elkaar gedaan waarna het mengmonster wordt geanalyseerd. Evenzo bij enige 'avond' monsters.

Koude melk dient eerst tot 40°C te worden opgewarmd, voordat na roeren bemonsterd kan worden. Verzamelmonsters over meerdere dagen dienen gekoeld bewaard te worden onder toevoeging van een conserveringsmiddel (afhankelijk van de bepalingen, b.v. natriumazide of kwikchloride). De grootte van de melkmonsters is afhankelijk van de bemonsteringsapparatuur en de aard van de bepaling.

### 3.9 Pensvloeistof.

Bemonstering van de pensvloeistof kan op verschillende manieren worden uitgevoerd. Bij niet-gefistuleerde dieren zal dit met behulp van een slokdarmsonde moeten geschieden. Hierbij kan bijmenging van speeksel optreden, wat met name de pH-waarde van de pensvloeistof kan beïnvloeden.

Bij gefistuleerde dieren kan de pensvloeistof met behulp van een rollenpomp via een slangensysteem worden rondgeleid.

Op gezette tijden wordt dit systeem onderbroken teneinde een monster op te vangen. Op het IVVO wordt vaak onderstaande methode toegepast. Hiervoor worden twee hulpmiddelen gebruikt:

- 1° Janet-spuit, waaraan een slangetje is bevestigd van ca. 70 cm.
- 2° Roestvrij stalen buis, die aan het ene uiteinde is dichtgemaakt met één plaatje roestvrij staal. De lengte van de buis voor koeien is 50 cm. In het dichte uiteinde zijn over een afstand van 5 cm vanaf het einde ca. 120 gaatjes geboord met een doorsnede van 2,5 mm. Ook in het metaal waarmee het uiteinde van de buis is dichtgemaakt zijn gaatjes geboord. Voor het verkrijgen van een monster pensvloeistof wordt de buis bij koeien 45 tot 50 cm en bij schapen 25 tot 30 cm in het geopende pensfistel gedaan onder een hoek van 60 tot 80° met de grond en wel zodanig, dat het dichte uiteinde van de buis onder de structuurlaag in de pensvloeistof komt. Het slangetje van de Janet-spuit wordt in de buis gedaan en hierin wordt ca. 100 ml pensvloeistof opgezogen. Wordt het bemonsteren bemoeilijkt, doordat zich in de pens een papperige massa bevindt, dan wordt om het slangetje een doorgestoken kurk bevestigd, waardoor het mogelijk is de buis tijdens het opzuigen van de pensvloeistof af te sluiten.

De opgezogen hoeveelheid pensvloeistof wordt in een bekerglas gebracht, waaruit submonsters kunnen worden genomen.

Voor de verschillende bepalingen, die in pensvloeistof worden uitgevoerd, wordt als volgt gekonserveerd:

- lagere vluchtige vetzuren: 5 ml pensvloeistof + 1 ml  $H_3PO_4$  5%
- verdunningssnelheid en vloeistof volume bepaling: ca 50 ml invriezen in plastic flesje
- melkzuur: 5 ml pensvloeistof + 5 ml  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  in HCl 0,5 N
- $NH_3$ : 5 ml pensvloeistof + 5 ml  $H_2SO_4$  1 N.

Voor alle bepalingen, in het bijzonder voor de melkzuur-bepaling, is het belangrijk, dat de monsters zo snel mogelijk in de koelkast ( $4^{\circ}C$ ) worden geplaatst.

### 3.10 Darminhoud.

Bij darmdoorstromingsproeven wordt gedurende een onafgebroken periode van 96 uur een proportioneel monster (1,65%) genomen van de door het fistel stromende darminhoud. Dit gebeurt door het opvangvat, wanneer het voor  $\frac{3}{4}$  gevuld is met darminhoud, te legen in de monsteremmer, welke een inhoud heeft van 4 à 4,5 kg. Het gewicht van de darminhoud wordt bepaald en de darminhoud wordt in de monsteremmer gemengd door een in de emmer passende, van gaten voorziene, stamper enkele malen krachtig op en neer te bewegen.

Als de darminhoud goed gemengd is, wordt een monster genomen met behulp van de zich aan de emmer bevindende stijgbuis.

De monsters worden per etmaal samengevoegd in een emmer, die in de koelkast wordt bewaard. Ter conservering wordt met het eerste monster 10 ml tolueen in de emmer gedaan.

Aan het einde van het etmaal worden gewicht en pH bepaald van de inhoud van de emmer, waarna de darminhoud wordt gehomogeniseerd m.b.v. een Ultra-Turrax homogenisator (5 minuten bij stand 6,5) en in vier delen verdeeld.

Hiervoor wordt de volgende procedure gevolgd:

1. Een derde gedeelte van het dagmonster wordt op een kleine vriesdroogplaat gebracht en in een diepvrieskist bewaard tot het moment van droogvriezen (drooggevroren dagmonster).



2. Een derde gedeelte wordt op een grote vriesdroogplaat gebracht en in een diepvrieskist geplaatst. Van de dagmonsters van de volgende etmalen wordt ook een derde gedeelte op dezelfde plaat gebracht. De plaat wordt in een diepvrieskist bewaard tot het moment van vriesdrogen (drooggevroren verzamel- of mengmonster).
3. Een zesde gedeelte wordt in een plastic monsterfles gedaan en in een diepvrieskist geplaatst totdat het wordt geanalyseerd (vers dagmonster).
4. Een zesde gedeelte wordt in een plastic emmer gedaan en diepgevroren. Van de dagmonsters van de volgende etmalen wordt ook een zesde deel in dezelfde emmer gedaan. De emmer wordt diepgevroren bewaard tot de inhoud wordt geanalyseerd (vers verzamel- of mengmonster).

#### 4. De monsterverwerking/voorbereiding.

In de monstervoorbereidingsruimte (m.v.r.) komen zeer verschillende monsters binnen, die dan ook zeer verschillende eisen stellen aan de verdere verwerking. Aangezien bovendien voor alle monsters geldt, dat bij de verdere verwerking moet worden gewaakt tegen het niet-representatief worden ervan, vergt het werken in de m.v.r. een voortdurende kritische aandacht voor de te verrichten werkzaamheden.

Voor de monsterverwerking is reeds een korte handleiding van kracht. Voor de volledigheid worden de daarin aangegeven richtlijnen hier nog eens kort weergegeven, gerangschikt naar de soorten monsters zoals in hoofdstuk 3 is aangegeven.

Algemeen: als het enigszins mogelijk is, moeten binnengebrachte monsters direkt worden verwerkt. Vooral voor natte produkten is dat een eis, tenzij het materiaal op adequate wijze gekonserveerd kan worden.

##### 4.1 Hooi (stro, kunstmatig gedroogd gras in lange vorm)

Veelal zijn de in de m.v.r. binnenkomende monsters te groot om als zodanig gedroogd te worden, zodat eerst een submonster getrokken moet worden. Hiertoe wordt het hooi met een snijapparaat verkleind tot stukjes van ca. 2 cm. Het verkleinde materiaal wordt goed gemengd. Een vaste regel is om van de verkregen hoop regelsgewijs, dus verticaal, delen af te nemen

en deze over een groot vlak ( $\frac{1}{2} \text{ m}^2$ ) uit te spreiden. Dit wordt nog 2x herhaald. Daarna worden regels gemaakt door opschuiven en worden handjes monsters van de regels genomen en samengevoegd tot 1 monster van ca. 200 gram voor de lds-bepaling. Pas op voor verlies van fijne deeltjes: zware (zand) en lichte (blad)! Tijdens de behandeling mag het monster uiteraard niet veranderen, dus dient snel gewerkt te worden om vochtverlies of vochtwinst tegen te gaan. Voor het luchtdroog maken van het monster wordt dit vooraf gewogen (alle wegingen geschieden tot op 0.1 g nauwkeurig). Het monster wordt (op een schaal) gedurende 24 uur in een stoof bij  $70^\circ\text{C}$  gedroogd. Het monster moet gedurende minstens 1 uur buiten de droogstoof staan om af te koelen en zo nodig nog wat vocht op te nemen. De ruimte, waarin dit conditioneren plaatsvindt, moet niet te droog zijn, omdat het monster dan later in een andere ruimte weer te gemakkelijk vocht opneemt, maar aan de andere kant ook niet te nat, omdat het gedroogde materiaal dan te taai wordt. Na terugwegen van het monster wordt het onmiddellijk gemalen. Uiteraard moet worden voorkomen, dat het slagkruis bij het malen meer dan handwarm wordt, omdat daardoor vochtverlies optreedt. Tijdens het malen moet verlies van stof voorkomen worden. Het is dus zaak na het malen de molen goed schoon te poetsen en alle aanhang in de monsterfles te brengen.

#### 4.2 Silage (van groenvoeders).

Voorzover nodig (ongehakselde produkten) worden monsters silage m.b.v. een snijapparaat verkleind. Snijmaissilage b.v. hoeft in het algemeen niet verkleind te worden. De bewerkingen aan nog niet gedroogde silage vinden plaats in een koele en vooral niet te droge ruimte. Pas op voor vochtverlies; dit moet worden tegengestaan door afdekken met vellenplastic en snel werken! Na verkleinen van het silagemonster wordt op de wijze als voor hooi is beschreven een submonster genomen voor de lds-bepaling. De hoeveelheid monster die hiervoor genomen wordt is afhankelijk van het geschatte ds-gehalte en varieert van 200-500 g. Een apart monster wordt genomen voor de bepaling van  $\text{NH}_3$ , vluchtige vetzuren en alcohol in vers. De procedure voor het luchtdroge monster is als bij hooi.

#### 4.3 Vers gras en andere verse produkten.

Bewerkingen vinden plaats in een koele, vochtige ruimte. Vochtverlies dient men voorts tegen te gaan door afdekken met vellen plastic en door snel (maar zorgvuldig) te werken. Ook verse produkten worden m.b.v. een snijapparaat verkleind (2 cm). Bij het snijden mag geen vocht verloren gaan. De bemonstering voor de lds-bepaling vindt plaats als voor hooi werd beschreven. De in te wegen hoeveelheid submonster is 250 tot 500 gram, afhankelijk van het geschatte ds-gehalte. Bij het luchtdrogen bij 70°C moet de schaal-inhoud, om broei te voorkomen, na ca. 2 uur worden gekeerd. De procedure bij het luchtdroge monster is als bij hooi.

N.B. Wanneer gras- of silagemonsters in een koelcel worden opgeslagen treedt condensvorming op tegen de wand van de zak. Opslag dient dus zo mogelijk vermeden te worden. Mocht het toch nodig zijn, dan moet bij de verdere verwerking door kneden van de zak en door met een deel van het monster de zak van binnen schoon te vegen, alle water weer in het monster gebracht worden.

#### 4.4 Krachtvoer (en krachtvoergrondstoffen, grasbrok).

Na eventueel verkleinen van de deeltjesgrootte van het monster wordt na zorgvuldige menging door schepjes een submonster van 200 à 300 gram samengesteld voor de lds-bepaling. De verdere procedure is als bij hooi.

N.B.\_1) Produkten, die erg stroperig zijn als melasse en vinasse, worden niet luchtdroog gemaakt. De chemische bepalingen in dit soort produkten worden in vers uitgevoerd (liefst zo snel mogelijk). Eventuele bewaring van de monsters vindt plaats in de koelcel in luchtdicht afgesloten flessen.

N.B.\_2) Zeer vetrijke produkten (> 10% vet) zijn slecht te malen zonder dat de samenstelling verandert. Deze produkten ondergaan voor het malen een voorextraktie.

#### 4.5 Voerresten.

De procedure in de m.v.r. is voor voerresten meestal dezelfde als voor het soort produkt waarvan de voerrest afkomstig is.

#### 4.6 Mest.

Verwerking van mest als zodanig vindt plaats in een koele en vochtige ruimte. Vlot afwerken van de handelingen om vochtverlies tegen te gaan is bij mest zeer belangrijk.

##### 4.6.1 Hamelmest (schapenmest).

De totale hoeveelheid mest per dier wordt (na wegen) op de schotelmenger gehomogeniseerd. Door schepjes te nemen worden twee submonsters van elk 400-800 g samengesteld (minstens 10 schepjes) voor de lds-bepaling. Na submonsteren worden van de schalen met de submonsters, monsters genomen voor de chemische bepalingen in vers materiaal (ds, re, enz.) (monsters afdekken!). Ook wordt van beide schalen een reservemonstertje genomen. Daarna wordt alles zo snel mogelijk ingewogen om vochtverlies te voorkomen. Bij het luchtdroog maken wordt de mest eventueel na 12 uur drogen gekeerd. De verdere behandeling van de luchtdroge monsters is als bij hooi is aangegeven.

N.B. In uitzonderingsgevallen is de totale hoeveelheid mest per dier groter dan in 1 keer op de schotelmenger kan (meer dan 10 kg). In die gevallen wordt uit de mestvaten afwisselend een schepje mest in de schotelmenger en een schepje mest in een vuilnisemmer gedaan.

##### 4.6.2 Varkensmest.

De binnengekomen + 3 kg mest (+ water) per dier wordt gedurende 5 minuten gemengd in de deegmenger, die om eventueel uitzakken weer ongedaan te maken. Daarna worden op dezelfde wijze als bij hamelsmest door schepjes twee submonsters gemaakt. De verdere behandeling is als bij hamelmesten.

##### 4.6.3 Rundermest.

Er wordt van uitgegaan, dat per dier 1 mestmonster op de m.v.r. wordt afgeleverd. Elk monster wordt afzonderlijk met de deegmenger gemengd, waarna twee submonsters worden samengesteld. De verdere behandeling is als bij hamelmesten.

Urine, melk, pensvloeistof en darminhoud worden in de m.v.r. in het algemeen niet verder verwerkt. Eventueel worden monsters daar gevriesdroogd.

5. Bemonsteren in relatie tot de analytische methoden.

Veel van de moderne analysetechnieken hebben een grote gevoeligheid verkregen. Zij kunnen zeer kleine gehalten meten, maar vaak zijn zij niet in staat grote hoeveelheden monsters te verwerken.

Ook in het geval van inhomogene monsters moeten de submonsters dus klein zijn en toch nog representatief. Wanneer die niet is bereikt, kan alsnog gehomogeniseerd worden mits dat op zich geen gevaar voor verlies aan een bestanddeel van het monster geeft. Een andere mogelijkheid is meerdere analyses uit te voeren en het gemiddelde daarvan te nemen. Dit laatste kan betekenen, dat bij een onjuiste keuze van het aantal, toch een onjuist gehalte doorgegeven wordt.

Het nemen van één monster waarop alle typen analyses uitgevoerd worden, zal bij de voortdurende verkleining van monster hoeveelheden een onmogelijke zaak worden. Daarom moeten de analysetechnieken goed begrepen worden en moet de bemonstering hierop zo mogelijk worden aangepast. Gewoonlijk is het beter wat meer analyses uit te voeren op een matig homogeen monster, dan deze met veel moeite verder proberen te homogeniseren om zo tot één juist resultaat na één enkele analyse te komen.

Bij produkten als snijmais, krachtvoer en hooi waarvan na malen op een 1 mm zeef niet zonder meer een klein representatief monster genomen kan worden, leidt dit met de moderne methoden tot problemen. Een voorbeeld hiervan is de ruw-eiwit-bepaling met de micro-rapid-N die bij de gebruikte standaard "acetanilid" een standaardafwijking van 0,50% heeft. Voor mesten werd echter een standaardafwijking van 1,5% en voor sommige ruw- en krachtvoerders zelfs 2,5% gevonden. Bij deze methode werd slechts 40 mg ingewogen. Om de gevonden variantie bij voedermiddelen kleiner te maken, verdient het aanbeveling speciaal voor deze methode de deeltjes nog eens te verkleinen. De huidige maalmethoden zijn ongeschikt, omdat zij ontmenging geven. Een goede algemene verkleiningsmethode om een zeer klein monster nog representatief te doen zijn, is nog niet bekend.

### 5.1 De standaardafwijking van de bepalingmethode.

In tabel 1 wordt een aantal betrouwbaarheidsgegevens voor de analyses gegeven.

In de toekomst zullen bij de analyses dit soort statistische gegevens uitgebreid (moeten) worden. Op grond van deze gegevens dienen de onderzoekers samen met de statisticus het nodige aantal monsters en analyses te berekenen.

De kwaliteit van de analyses dienen op peil gehouden te worden. Daarvoor worden regelmatig standaarden of standaardmonsters geanalyseerd. Met de eerstgenoemde wordt de juistheid van de methode geanalyseerd, terwijl de resultaten van de tweede de som van de standaardafwijkingen in de handelingen weergeven en daarmee de nauwkeurigheid van de methode. Regelmatig zal een overzicht van de uitkomsten van standaarden en standaardmonsters worden gemaakt.

Dit noodzakelijke werk is echter alleen zinvol wanneer er ook naar de resultaten worden gekeken.

Ook kan het niveau van de analyses waarvoor geen standaarden bestaan, worden gecontroleerd door uitwisselingsmonsters te analyseren. Van verschillende analyses zijn betrouwbaarheidsmetingen gedaan en er bestaan lijsten met de variantie over meerdere jaren. Dit moet uitgebreid worden tot alle analyses die worden uitgevoerd.

### 5.2 Uitbijters.

Een duplo is niet alleen goed wanneer de twee waarden direkt bijeen liggen. Bij een normale verdeling is te verwachten, dat ook grote spreidingen acceptabel zijn. Daarom moet er een criterium worden geformuleerd volgens welke tot herhaling wordt besloten, b.v.  $2\sigma$ . Na herhaling mag de waarde met de grootste afwijking niet zo maar verworpen worden. Ook dan moet vaststaan, dat de afwijking significant is. Wanneer geregeld de derde waarde geen aanleiding tot verwerpen geeft, moet het herhalingscriterium worden verzwaaard.

Het beste kunnen alle verkregen waarden aan de onderzoeker gegeven worden. Wanneer er iets is misgegaan tijdens de analyse, mag de afwijkende analyse steeds worden verworpen.

6. Slotopmerkingen.

De monstername en verwerking is een proces dat al vele jaren loopt, waarschijnlijk zelfs heel redelijk. Desalniettemin zijn er kleine veranderingen nodig om dit zo te houden. In dit verhaal wordt een en ander nog eens uitgebreid besproken.

Er moet nog veel gebeuren aan betrouwbaarheidsonderzoek van monstername en analyse. Daarbij is het regelmatig analyseren van standaarden, standaard- en uitwisselingsmonsters een zaak van groot belang. Met behulp van de statistikus moeten dan criteria worden gezocht voor het optimale aantal monsters en analyses bij ieder project. Hopelijk zal de discussie over al deze punten in de komende jaren levendig blijven.

Met dank aan al diegenen welke hebben bijgedragen aan het tot standkomen van dit rapport.

Lelystad, 1-2-1978

LITERATUUR

- Es, A.J.H. van; Verslag discussie over monsterneming en verwerking; stencil 1971.
- Burema, H.J.; Bemonsteringstechniek; publ. 141; I.L.R. Wageningen.
- Booster, P.; Statistische methoden voor het laboratorium; Agon Elsevier; 1972.
- NEN 3328 dec. 1967 Veevoeders; Richtlijnen voor de behandeling van monsters.
- Verslagen van een tweetal besprekingen over monsterneming en verwerking in 1975 (stencil).
- Kemmink, A.; Behandeling van monsters; 1967 (stencil).
- Nijenhuis, A.; Korte handleiding voor de monsterverwerking; 1976 (stencil).
- Koch, K. en G.Hehl; Influence of different preparation and extraction methods on changes in the content of carbohydrates, aminoacids and nitrate of plant fresh and dry matter; Z.Anal.Chem.; 273 (1975) 203.
- McLead, M.N. en D.I.Minson; The analytical and biological accuracy of estimating the dry matter digestibility of different legume species; Animal Feed Sci. and Techn. 1 (1976) 61.
- Anders, O.U.; Representative sampling and proper use of reference materials; Anal. Chem. 49 (1977) 33A.
- Bassler, R. en E.Gläser; Probennahmeverfahren für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln; Kraftfutter (12/76) 504.
- Horwitz, W.; Problems of sampling and analytical methods; J.AOAC 59 (1976) 787.
- Kwolek, W.F. en E.B.Lillehoj; Analytical variation when proportions of sampled units contain the active agent; J.AOAC 59 (1976) 787.
- Geidel, H. en P.Schäfer; Stichprobenproblemen bei der Entnahme und Analyse von Bödenproben; Landwirtsch.Forsch. 29 (1976) 149.
- Thompson, M. en R.J.Howarth; Duplicate Analysis in Geochemical Practice, Part I, Part II; Analyst 101 (1976) 690, 699.
- Kobabe, G.; Der Einfluss der Standardabweichung eines Messverfahrens auf der Selektionserfolg; Landwirtsch.Forsch. 29 (1976) 28.

Concept ISO normen

Notes on the sampling of animal feeding stuffs 370.10	77/10
Animal feeding stuffs - sampling	77/11
Introduction to special sampling procedures	77/12



Tabel 1. Gemiddelde waarden en varianties.

	gem. sub-monster 1	gem. sub-monster 2	n	variantie <sup>1</sup> ( $\sigma^2$ ) 1975		variantie <sup>2</sup> ( $\sigma^2$ ) 1971	
				abs	rel	n	abs
<b>KRACHTVOER</b>							
lds	91,04	91,04	33	0,197	0,22%		
ds/lds	95,18	95,66	34	0,253	0,27	0,223	114
re	19,21	19,12	33	9,385	2,0	0,286	114
vet	4,55	4,58	28	0,163	3,6	0,227	( 92)
rc	11,19	10,90	29	0,728	6,6	0,778	( 96)
as	6,94	7,02	34	0,122	1,74	0,142	(114)
cal	(4139)	(4157)	15	(25)	0,56		
WE	15,58	15,93	18	0,840	5,3	0,707	( 95)
<b>RUWOER</b>							
lds	57,08	57,13	33	0,783	1,37%		
ds/lds	94,21	94,25	34	0,350	0,37	0,123	(127)
re	16,53	16,46	34	0,377	2,3	0,255	(127)
vet	2,78	2,88	14	0,191	6,7	0,158	( 47)
rc	25,49	25,58	32	0,796	3,1	1,02	(127)
as	9,70	9,52	34	0,375	3,9	0,234	(127)
cal	(4020)	(4035)	2	(11,5)	(0,21)		
WE	10,79	10,50	7	0,522	4,9	0,302	( 78)
VRE	9,36	8,73	5	0,513	5,7		
<b>MEST</b>							
lds	27,04	27,02	63	0,057	0,21%		
ds/lds	95,23	95,18	63	0,334	0,35		
ds invers	26,10	26,10	63	0,092	0,35	0,236	(119)
re	5,10	5,07	63	0,114	2,2	0,155	(199)
vet	4,74	4,63	48	0,283	6,0	0,311	( 87)
rc	23,72	23,94	48	0,797	3,3	1,071	(119)
as	15,11	15,18	63	0,166	1,1	0,344	(119)
cal	(4226)	(4228)	12	(16,3)	0,39		
WE	5,25	5,20	17	0,077	1,48	0,141	(119)

1) twee simpto bepalingen

2) een duplobepaling - niveau onbekend

Bijlage a.

ANALYSES.

Hier volgt een lijst van analyses, welke min of meer routinematig kunnen worden uitgevoerd.

Het zal duidelijk zijn, dat er vele overlappende technieken bij zijn, allen echter met hun eigen voor- en nadelen. Daarom is het verstandig voor een optimale keuze vooraf te overleggen. In de loop van de tijd zullen bepaalde analysemogelijkheden verdwijnen, zoals de ruwecelstof-peermethoden. Nieuwe methoden zullen verschijnen. Eventuele wensen moeten liefst ruim te voren worden besproken.

Koolhydraatanalyses.

- a. reducerende suikers (Luff Schoorl)
- b. oplosbare suikers (polarimeter)
- c. glucose (glucose oxidase)
- d. zetmeel. via a, b, c.
- e. ruwe celstof-peermethode
  - NEN 3327
  - NEN 3326
- f. neutral detergent residue (Van Soest)
- g. acid detergent residue (Van Soest)
- h. lignine Klason  
Morrison.

Eiwit-analyses en N-verbindingen.

- a. ruw eiwit
  - Kjeldahl-veevoeders
  - Dumas
  - melk, urine
  - vaste stof
  - in oplossing
- b. oplosbaar eiwit
- c. verteerbaar eiwit
- d. werkelijk eiwit
- e. ureum
- f. aminozuren
- g. cysteine- en methionine sulfonzuur
- h. DAPA, EAP,  
(diamino pimelinezuur, ethylamino fosfonzuur)

Vetten, vetzuren en keto-verbindingen.

- a. extractie - ether
- b. - hexaan
- c. - na zure hydrolyse
- d. totaal vet volgens uitschudmethode
- e. vetzuurtitratie NEFA, FFA, UFA
- f. vetzuren in silages
- g. triglyceriden
- h. gaschromatografisch - NEFA
- i. - VFA
- j. vetzuursamenstelling vetten - dierlijk vet
- k. - plantaardig vet
- l. - melkvet
- m. vrije vetzuren in vetten
- n. lagere vetzuren in serum
- o. hogere vetzuren in serum
- p. azijnzuur
- q. aceton + aceto azijnzuur (isoboterzuur)
- r. melkzuur
- s. alcohol

Elementanalyse.

- a.  $\text{NH}_3$  - in oplossing  
- in gewassen en silages
- b.  $\text{NO}_3$
- c.  $\text{NO}_2$
- d-p. Na, K, Ca, Mg, P, Cl (Volhard), Cl in melk (Davies), Cu, Fe, Zn,  
Cr, S, Ti, Mn
- q-s. caroteen, vitamine A+D, chromogenen
- t. polyethyleen in mest
- u. polyethyleen glycol 4000
  - pensvloeistof
  - darminhoud
  - verse mest
- v. kreatine
- w. haemaglobine

Andere analyses.

- a. lds, ds(drogen 104<sup>o</sup>, vacuumstoof, vriesdrogen)
- b. as (550<sup>o</sup>, onoplosbaar in loog en zuur)
- c. sg urine
- d. "in vitro" verteerbaarheid (Tilley and Terry, NDR)
- e. Bom-calorimeter - vaste stof  
- urine
- f. CO<sub>2</sub> bepaling - na calorimeter  
- in oplossing
- g. waterbepaling (Tolueen destillatie, Karl Fisher)

Bijlage b.

Het aantal monsters en chemische bepalingen per produkt.

Hoewel, zoals eerder gesteld is, het gewenste aantal monsters en analyses afhankelijk is van de vereiste nauwkeurigheid, moet toch een poging worden gedaan om normen te geven, aangezien ook het begrip 'vereiste nauwkeurigheid' rekbaar is en tussen gelijksoortige proeven soms nauwelijks gemotiveerde grote verschillen voorkomen in het aantal uit te voeren bepalingen.

1. Per partij van een proefvoer worden in principe minstens 3 monsters genomen en maximaal drie volledige analyses uitgevoerd. Eventueel meer te nemen monsters worden in het algemeen luchtdroog gemaakt (lds-gehalte) en kunnen dienen als reservemonster. Indien een partij proefvoer in meer dan één proef wordt gebruikt, bijvoorbeeld in een verteringsproef bij varkens zowel als in een proef bij hamels, worden tijdens de eerst plaatsvindende proef 2 voermonsters genomen, die volledig (in enkelvoud) worden geanalyseerd. Tijdens de tweede proef (met de andere diersoort) werden eveneens 2 monsters genomen. Daarvan wordt 1 volledig geanalyseerd, het andere monster wordt luchtdroog gemaakt (lds-cijfer) en dient verder als reserve. De onderzoeker houdt er toezicht op, dat de analyselijsten volgens deze afspraak wordt ingevuld. Wanneer beide proeven vrijwel gelijktijdig plaatsvinden en niet bekend is of het proefvoer al eerder bemonsterd is, wordt dit aangegeven door een \* op de analyselijst te plaatsen, zodat het laboratorium geattendeerd is. Bij verterings/balansproeven met proefvoer, dat ook in andere dan verterings/balansproeven wordt gebruikt, worden van dit proefvoer 2 monsters genomen, die beide volledig geanalyseerd worden (dit in verband met tijdstip van bemonstering, enz.).
2. Mest. Bij hamelmest gaat de totale hoeveelheid, die in een hoofdperiode is geproduceerd, maar de m.v.r. Bij varkens- en rundermest is dat slechts een deel (zie onder 3.6). In de m.v.r. komt dus één hoeveelheid mest per proefdier. Van deze hoeveelheid mest per dier worden na zorgvuldige menging twee monsters genomen. Per monster worden de bepalingen in enkelvoud uitgevoerd (uitgezonderd bij energie-balansproeven). Daarnaast wordt per monster

een extra submonster genomen, die bij mest van energiebalansproeven wordt geanalyseerd op  $ds_{\text{vers}}$  en  $re_{\text{vers}}$  en die bij mest van andere proeven wordt bewaard voor eventuele herhaling van  $ds_{\text{vers}}$  en  $re_{\text{vers}}$ .

3. Urine, melk. Van melk en urine wordt in het algemeen slechts 1 monster genomen. De bepalingen daarin worden in duplo uitgevoerd.

monster- naam	RUWVOER	SCHEMA MONSTERNAAM	EN VOORBEREIDING		URINE	MELK			
			HAMELS	MEST					
monster- naam	HOOI	VERS GRAS	KRACHTVOER	HAMELS	VARKENS	KOEIEN	URINE	MELK	
verzamel- monsters samengesteld uit handjes	als bij vers gras	verzamel- monsters samengesteld uit plukjes of boommon- sters	verzamelmonster nemen bij voer inwegen uit elke zak, zondig in duplo	alle mest verzamelen en naar m.v.r.	30 à 70% water toevoegen, + 3 kg monster naar m.v.r.	procentuele dagmonsters verzamelen en naar m.v.r.	volumetrisch een procentueel monster nemen uit vat met stijgball		
monster- prootte	> 500 g	> 1 kg	> 1 kg	totale mest	+ 3 kg	+ 5 kg			
monster- voorberei- ling	hakselen op 2 cm, sub- monster vlags. regelverdeling (oppassen voor vochtverlies)	eventueel hakselen op 2 cm submonster vlags. regelverde- ling (oppassen voor vochtverlies)	als bij hooi	mest op schotel- menger mengen tot fijn	plasticzak in degemenger leeg knippen en 5 minuten mengen	idem			
monster- prootte voor lds	200 gram	500-1000 gram	500-1000 gram	200 gram	700 gram			pas op voor vochtverlies	
p.m. Denk om de condens wanneer in de koelkast bewaard									
drogen	24 uur bij 70°C	48 uur bij 70°C na equilibre- terugwegen	48 uur bij 70°C	24 uur bij 70°C na equilibre- terugwegen	tenminste 48 uur bij 70°C. Na 12 uur keren en na equilibre- terugwegen				
malen	dan direkt malen op zeef 1 mm	idem	idem	idem	dan direkt malen op zeef 1 mm				
p.m.	olierijke producten eerst 24 uur extraheren							koel bewaren, meestal niet conserveren, bepaling in vers uitvoeren	