

Protokollnummer: 4
 Untersuchungsbeginn: 14⁵⁰ Uhr

Datum: 13. 2. 2003
 Untersuchungsende: 19⁰⁰ Uhr

Futtermittelanalyse

PROBE: KLEE-LUZERNE-GRAS-SILAGE, 2. SCHNITT
BEZEICHNUNG: JAN 277

1. TROCKENSUBSTANZGEHALTBESTIMMUNG

Prinzip:

Gravimetrische Trockensubstanzbestimmung durch Trocknung

Geräte:

Verschließbares Wiegegläschen
 Exsikkator
 Analysenwaage
 Trockenschrank

Durchführung:

Die Wiegegläschen werden mit Deckel gewogen. In diese gibt man 3-5 g des luftgetrockneten, feingemahlten Futtermittels und wiegt wieder. Dann stellt man die offenen Wiegegläschen 3 Stunden in den Trockenschrank bei 105°C. Danach kommen die offenen Gläschen zum Abkühlen in einen Exsikkator. Die Wiegegläschen werden geschlossen und danach gewogen. Der Rohwassergehalt entspricht dem Gewichtsverlust.

Ergebnis:

	Wiegegläschen 1	Wiegegläschen 2
Wiegegläschen leer	55,0647 g	55,4756 g
Einwaage (nur Probe)	3,287 g	3,0408 g
Wiegegläschen + trockene Probe	58,1559 g	58,3339 g
Auswaage (trockene Probe)	3,0912 g	2,8583 g
% Trockensubstanz	94,04 %	94 %

% Trockenmasse = (Auswaage * 100) / Einwaage (nur Probe)

Der Unterschied zwischen den Trockensubstanzgehalten von Wiegegläschen 1 und Wiegegläschen 2 sollte max. 0,1 % betragen

2. ROHASCHEBESTIMMUNG

Prinzip:

Bestimmung der Rohasche durch Veraschung der organischen Substanz.

Geräte:

Exsikkator
 Analysenwaage
 Glühtiegel (aus Porzellan oder Platin)
 Dreifuß
 Tondreieck
 Tiegelzange
 Bunsenbrenner
 Muffelofen mit Temperaturregelung

Durchführung:

Als erstes werden die leeren Porzellantiegel abgewogen.
 Danach wird in jeden Tiegel ca. 3 g des Futtermittels eingewogen.
 Das Futtermittel wird in diesen Glühtiegeln über dem Bunsenbrenner vorverascht.
 Dann wird ca. 2 Stunden bei ca. 550°C im Muffelofen zu einer hellgrauen bis weißen Färbung verascht - bis zur Gewichtskonstanz .
 Es bleiben die nicht brennbaren anorganischen Salze (=Rohasche) zurück.
 Dabei muss man darauf achten, dass die Verbrennungstemperatur 550°C nicht überschreitet, da sonst auch die anorganischen Salze gespalten werden.
 Der Glühtiegel muss vor dem Veraschen ausgeglüht werden.
 Verunreinigungen des Futters, wie z.B. ein erhöhter Sandgehalt können zu einem erhöhten Rohaschegehalt führen.

Ergebnis:

	Porzellantiegel 1	Porzellantiegel 2
Porzellantiegel leer	33,5079 g	31,8240 g
Einwaage (nur Probe)	3,0017 g	3,0034 g
Porzellantiegel + Rohasche	33,7072 g	32,0207 g
Auswaage (veraschte Probe)	0,1993 g	0,1967 g
% Rohasche	6,63 %	6,55 %

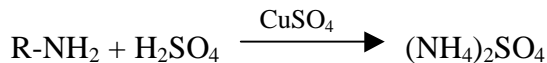
$\% \text{ Rohasche} = (\text{Auswaage} * 100) / \text{Einwaage (nur Probe)}$

3. ROHPROTEINBESTIMMUNG

Prinzip:

Aufschluss:

Durch Aufschließung wird der im Futtermittel enthaltene Stickstoff, welcher hauptsächlich in Aminosäuren gebunden ist, in Ammoniak übergeführt. Dieser reagiert mit Schwefelsäure und es bildet sich Ammoniumsulfat, welches in NH_4^+ und SO_4^{2-} - Ionen gelöst ist.



Anschließend Destillation und Titration.

Geräte und Chemikalien:

Geräte: Aufschlussgläser 250 ml mit Gestell
 Aufschlussapparatur mit Absaugvorrichtung
 Analysenwaage
 Uhrglas

Chemikalien: konzentrierte Schwefelsäure (Dichte = $1,84 \text{ kg/dm}^3$; ca. 95 – 97 M%)
 Kupfer(II)sulfat
 Kaliumsulfat

Durchführung:

In einem 250 ml Aufschlussglas werden ca. 2 g gemahlene Futtermittel genau eingewogen (auf Uhrglas abwiegen und in Aufschlussglas überführen).

Dazu gibt man 1 Aufschlusstablette „Kjeltabs“ (besteht aus 5g Kaliumsulfat zur Siedepunkterhöhung und 0,5 g Kupfer(II)sulfat als Katalysator) zur Verstärkung der Reaktion und Verkürzung der Kochzeit.

Mit einem Messzylinder oder besser mit einem Dispensor werden 25 ml obiger Schwefelsäure zugegeben.

Dieses Gemisch wird in die Aufschlussapparatur gestellt, mit der Absaugvorrichtung verbunden und so lange gekocht, bis die festen Bestandteile aufgelöst sind bzw. sich die Lösung grün verfärbt. Wird die Lösung grün, wird noch ca. 30 Minuten mäßig weitergekocht. Danach nimmt man die Aufschlussgläser aus der Apparatur, lässt ca. 15 Minuten abkühlen und fügt 50 ml dest. Wasser zu. Das so aufgeschlossene Futtermittel kann über längere Zeit (auch eine Woche) aufbewahrt werden.

Ergebnis:

Einwaage: 1,0000 g

Meine Probe musste leider verworfen werden, da der Inhalt des Aufschlussglases während des Aufschlussvorganges zu hoch aufschäumte.

4. ROHFETTBESTIMMUNG

Prinzip:

Das vorgetrocknete Futtermittel wird mit Petroleumbenzin (40 – 60 °C) extrahiert.

Geräte und Chemikalien:

Geräte: fettfreie Papierhülle
Soxhlet-Extraktionsapparat
Analysenwaage
Soxhletbecher
Becherglas (zum Wiegen)
Siedesteinchen

Chemikalien: Petroleumbenzin 40 – 60 °C

Durchführung:

Ca. 10 g Probe werden in eine fettfreie Papierhülle genau eingewogen. Das Leergewicht des Soxhletbechers mit 2 bis 3 Siedesteinchen wird ermittelt (Tara).

Zur Extraktion mit Petroleumbenzin dient der Extraktionsapparat nach Soxhlet mit Normschliffen.

Danach wird am Wasserbad bis zum lebhaften Sieden des Lösungsmittels erhitzt.

Die Extraktion ist nach 2 Stunden beendet (laut ÖNORM nach 6 Stunden).

Das Lösungsmittel wird abdestilliert.

Der Kolben kommt anschließend noch 1 Stunde bei 105°C in den Trockenschrank.

Nach dem Abkühlen im Exsikkator wird gewogen (Brutto).

Ergebnis:

Berechnung: g Rohfett = Brutto – Tara
 $\% \text{ Rohfett} = \text{g Einwaage} / \text{g Rohfett}$

Da ich die Rohfettbestimmung nicht durchführen musste, kann ich hier keine Berechnung und keine Ergebnisse anführen.