

5.3. Titolazione

Titolare nel matraccio collettore l'eccesso di acido solforico per mezzo di una soluzione di idrossido di sodio (3.9) o (3.10), secondo la concentrazione dell'acido solforico utilizzato, sino a raggiungimento del punto finale.

5.4. Prova in bianco

Per controllare se i reattivi sono esenti da azoto, effettuare una prova in bianco (mineralizzazione, distillazione e titolazione) usando g 1 di saccarosio (3.13) invece del campione.

6. Calcolo dei risultati

Calcolare il tenore di proteine gregge con la formula seguente :

$$\frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0,014 \times 100 \times 6,25}{m}$$

dove :

V_0 = volume di NaOH (3.9 o 3.10) usato nella prova in bianco

V_1 = volume (ml) di NaOH (3.9 o 3.10) usato nella titolazione del campione

c = concentrazione (mol/l) di idrossido di sodio (3.9 o 3.10)

m = massa (g) del campione

7. Verifica del metodo**7.1. Ripetibilità**

La differenza tra i risultati di due determinazioni parallele effettuate sullo stesso campione non deve oltrepassare :

- 0,2 % in valore assoluto, per contenuti in proteine gregge inferiore al 20 %
- 1,0 % sul risultato più elevato, contenuti compresi tra 20 e 40 %
- 0,4 % in valore assoluto, per contenuti superiori al 40 %.

7.2. Accuratezza

Eeguire l'analisi (mineralizzazione, distillazione e titolazione) su 1,5–2,0 g di acetanilide (3.12) in presenza di g 1 di saccarosio (3.13): g 1 di acetanilide consuma 14,80 ml di acido solforico (3.5). Il recupero deve essere di almeno il 99 %.

8. Osservazioni

- 8.1. Gli apparecchi possono essere del tipo manuale, semiautomatico od automatico. Se un apparecchio richiede un travasamento tra mineralizzazione e distillazione, in questo caso il travasamento deve essere effettuato senza perdite. Se il pallone dell'apparecchio di distillazione non è provvisto di un imbuto separatore, aggiungere la soluzione d'idrossido di sodio immediatamente prima di collegare il pallone al refrigerante, lasciando colare lentamente il liquido lungo le pareti.
- 8.2. Se il prodotto mineralizzato si solidifica, ricominciare la determinazione usando un quantitativo di acido solforico (3.4) superiore a quello specificato in precedenza.
- 8.3. Per i prodotti poveri di sostanze azotate, il volume di acido solforico (3.6) da introdurre nel matraccio può essere ridotto, se necessario, a ml 10 o 15 e portato a ml 25 con acqua.