

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 75 (1984)

Heft: 4

Artikel: Die Bestimmung [i.e. Bestimmung] der Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz von Futtermitteln = Determination of nitrogen solubility in feedstuffs

Autor: Rihs, T.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982716>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 08.02.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Die Bestimmung der Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz von Futtermitteln

Determination of Nitrogen Solubility in Feedstuffs

T. Rihs

Eidg. Forschungsanstalt für viehwirtschaftliche Produktion, Grangeneuve, Posieux

Einleitung

Bisher stützte sich die Bewertung der stickstoffhaltigen Substanz von Wiederkäuerfutter auf den nach dem Kjeldahl-Verfahren ermittelten Rohproteingehalt beziehungsweise den daraus berechneten Wert an verdaulichem Rohprotein (VP). Vor allem bei hoher Produktionsleistung ist die Ermittlung der Proteinversorgung der Milchkühe, aufgrund von VP-Werten allein, unbefriedigend. In der Schweiz soll deshalb das verdauliche Rohprotein durch biologisch relevantere APD-Werte (APD = Absorbierbares Protein Darm [Menge Aminosäuren]) ersetzt werden.

Die APD-Werte werden aufgrund der im Futter vorhandenen verdaulichen organischen Substanz, des Rohproteins und der vorzugsweise experimentell bestimmten Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz (SN) ermittelt.

Dieses Stickstoffbewertungssystem für Wiederkäuer wurde anlässlich der Fachtagung des Schweizerischen Verbandes der Ingenieur-Agronomen und der Lebensmittelingenieure (SVIAL) am 11. April 1984 an der ETH-Zürich vorgestellt. Es ging aus einer Zusammenarbeit zwischen dem Institut für Tierproduktion, Gruppe Ernährung, der ETH-Zürich und der Eidg. Forschungsanstalt für viehwirtschaftliche Produktion, Grangeneuve, hervor, stützt sich aber im wesentlichen auf französische Vorschläge (1, 2).

Zur Bestimmung des löslichen Stickstoffanteils der Futtermittel sind verschiedene Methoden und Extraktionsmittel vorgeschlagen worden (zur Übersicht vgl. (3, 4)). Unter Bezugnahme auf das vorgestellte Bewertungssystem übernahmen wir vorerst die entsprechende französische Methode (5). Dieses Verfahren ist jedoch relativ aufwendig und somit für große Probeserien eher ungeeignet. Außerdem sind verschiedene Analysenbedingungen wie Temperatur, Rührintensität und Digerierzeit zu wenig genau angegeben. Dies dürfte sich ungünstig auf die Vergleichbarkeit der Resultate auswirken.

Ziel dieser Arbeit war es, eine einfache, in der Routineanalytik einsetzbare Analysenmethode zur Bestimmung der löslichen stickstoffhaltigen Substanz zu

entwickeln, die anstelle der französischen Methode vor allem in den schweizerischen Futtermittellaboratorien eingesetzt werden kann.

Definition, Anwendungsbereich der Methode

Die «Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz», abgekürzt «SN» (französisch: «Solubilité de la matière azotée»), wird definiert als der Anteil des gesamten Rohproteins der unter den angegebenen Arbeitsbedingungen (siehe Ausführung) löslich oder dispergierbar ist.

Die Methode soll zur Bestimmung von SN in Einzelfuttermitteln, Silagen und Mischfutter für Wiederkäuer eingesetzt werden können.

Experimentelles

Reagenzien

- R.1 Phosphatpufferlösung, pH-Wert = 7: in 1 l dest. Wasser werden 6,9 g prim. Natriumphosphat, p. a. ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 14,3 g sec. Natriumphosphat, p. a. ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$), 1,0 g Kaliumchlorid, p. a. (KCl) und 0,10 g Merthiolat, purum (Na-ethylmercurithiolsalicylat, Fluka Nr. 71230) gelöst.
Der pH-Wert dieser Lösung soll zwischen $\text{pH} = 7 \pm 0,1$ liegen.
- R.2 Reagenzien zur Rohproteinbestimmung nach dem Kjel-Foss-Verfahren (Einzelheiten siehe (6):
Schwefelsäure, 95–97%ig, rein
Wasserstoffperoxid, 35%ig, reinst
Natronlauge, 30%ig, zur Stickstoffbestimmung
Natriumhydroxid, Plätzchen, rein
Natriumthiosulfat-5-hydrat, reinst
Katalysatortabletten: 5 g Kaliumsulfat und 0,25 g HgO pro Tablette
Ammoniumsulfat-Standardlösungen mit 0,159 und 6,36 g N/l
Acetanilid, Testsubstanz für Elementaranalyse
Nikotinsäure, für biochemische Zwecke
Methylrot-Methylenblau-Mischindikator.

Apparaturen, Materialien

- A.1 Brabender-Messermühle, System «Wiley», ausgerüstet mit einem 1 mm Rundlochsieb.
A.2 Rollenmischgerät, Taumelrollenmischer «Assistent 348», Mod. RM 5, 40 U./min.
A.3 Inkubationshaube, Infors, Mod. ITH-1, eingestellt auf 40 ± 1 °C, oder geeigneter Brutschrank, in dem das Rollenmischgerät betrieben werden kann.

- A.4 Mischgläser: Pyrexglas, zylindrische Form, Rundboden, 100 ml Inhalt, Außendurchmesser 36 mm, Höhe 157 mm, Außengewinde mit Schraubdeckel und teflonbeschichteter Dichtung (Hersteller: Tewis, Laborbedarf AG, 3012 Bern).
- A.5 Faltenfilter, Schleicher & Schüll, 125 mm Durchmesser, Typ S + S 595 1/2.
- A.6 Trockenschrank, Dispenser, Filtrierstand u. a. übliche Laborausrüstung.
- A.7 Kjel-Foss-Automatic[®], Modell 16200, A/S N. Foss Electric, Hillerød, Dänemark, Automat zur Stickstoffbestimmung nach dem Kjeldahl-Prinzip.

Ausführung der SN-Bestimmung

Probenvorbereitung: Wasserreiche Proben werden in einem Trockenschrank mit Luftumwälzung während 24 Stunden bei höchstens 60 °C getrocknet. Alle Proben werden einheitlich in der Brabender-Messermühle (A.1) gemahlen.

Lösungsprozeß: In einem auf 40 °C vorgewärmten Mischglas (A.4) werden 2 g Probe, auf 1 mg genau gewogen, mit 80 ml 40 °C warmer Phosphatpufferlösung (R.1) versetzt. Das Mischglas wird verschlossen und während 2 Stunden in liegender Position auf dem Taumelrollenmischer (A.2) in der Inkubationshaube (A.3) bei 40 °C gerollt.

Filtration: Die noch warme Lösung wird sofort durch ein trockenes Faltenfilter (A.5) filtriert. Auch trübe Filtrate können weiter analysiert werden (siehe unten).

Analyse: Nach dem Abkühlen der Lösung wird in einem aliquoten Teil des Filtrates, z. B. in 20 ml, der lösliche Stickstoff nach der Kjel-Foss-Methode (6) bzw. nach dem laborüblichen Kjeldahl-Verfahren (7) bestimmt.

$$\text{Berechnung: } SN = \frac{100 \cdot f \cdot N_a \cdot V_1}{RP \cdot E \cdot V_a}$$

SN = Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz (in % des Rohproteins)

N_a = Stickstoffgehalt in Aliquot des Filtrates (mg)

RP = Rohproteingehalt der Probe (g/kg)

E = Einwaage (g)

V_a = Volumen des zur Bestimmung eingesetzten Aliquots (ml)

V_1 = Volumen der Pufferlösung (ml) – normalerweise 80 ml

f = Faktor zur Umrechnung des Stickstoffgehalts auf Rohproteingehalt; für Mischfutter und die meisten Einzelfuttermittel ist $f = 6,25$ (7).

Anmerkung: Höchstens 12 Proben sollten in der gleichen Serie angesetzt werden.

Resultate und Diskussion

In Vorversuchen wurden verschiedene Extraktions- und Trennbedingungen experimentell überprüft.

Extraktionslösung: Durch Änderung der Zusammensetzung wurde die Pufferkapazität der Extraktionslösung erhöht, ohne die Ionenstärke wesentlich zu verändern. Bei Verwendung dieser Pufferlösung (R.1) liegen die pH-Werte der Probenextrakte zwischen 6,8–7,2. Da sich die Proteinlöslichkeit im pH-Bereich zwischen 6,5–7,5 kaum ändert (8), kann ein unerwünschter pH-Effekt ausgeschlossen werden.

Die von den französischen Autoren vorgeschlagene Extraktionslösung – auf sec. Phosphat- und Bikarbonatlösung – vermochte den pH-Wert nicht immer konstant genug zu halten. Je nach Produkt variierte der pH-Wert der Extrakte zwischen 6,4–8,0.

Temperatur: Die Extraktion wird bei 40 °C durchgeführt. Eine mögliche Beeinflussung der Löslichkeit durch Raumtemperaturschwankungen wird dadurch vermieden. Die gleiche Temperatur wird zudem bei der Europäischen Standardmethode zur Bestimmung des pepsinsalzsäurelöslichen Rohproteins (9) und bei amerikanischen Untersuchungen (10) vorgeschrieben. Höhere Temperaturen kommen wegen beginnender Proteindenaturierungsprozesse kaum mehr in Frage.

Inhibitoren: Bei einer Extraktionstemperatur von 40 °C können unerwünschte mikrobielle Prozesse und enzymatisch gesteuerte Abbaureaktionen stattfinden. Der Einsatz von Merthiolat, Chloramphenicol und Tween 80 wurde zur Verhinderung solcher Reaktionen geprüft. Dabei bewährt sich Merthiolat am besten (siehe unten).

Lösungsprozeß: Die Ergebnisse der Tabelle 1 zeigen, wie stark die Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz (SN) durch unterschiedliches Durchmischen der Lösung beeinflußt wird. Bei der schwachen Mischintensität (Rundschüttler) wird

Tabelle 1. Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz (SN) bei unterschiedlichen Extraktionsbedingungen (Mittelwerte aus 3 Bestimmungen)

Substanz	A: Extraktion in Rundschüttler, 180 U/min Mischgläser stehend		B: Extraktion nach SN-Methode. Roller, 40 U/min. Mischgläser liegend
	Ohne Merthiolat	Mit Merthiolat	Mit Merthiolat
Hafer	28,4	10,9	25,7
Weizen	27,6	11,7	26,8
Fischmehl	37,1	21,1	38,1
Leinkuchen	69,8	15,8	69,8
Erdnußschrot	67,4	33,4	67,4
Sonnenblumenextraktionsschrot	35,2	17,3	35,7

der Auflösungsprozeß in Anwesenheit von Merthiolat stark gehemmt. Die Löslichkeit sinkt um die Hälfte bis auf einen Viertel des ursprünglichen Wertes, vermutlich, weil sich ein Schutzfilm ausbilden kann. Ohne Merthiolatzusatz liegen dagegen die im Rundschtüttler bestimmten SN-Werte erstaunlich nahe bei den entsprechenden Zahlen des Rollenmischers (vgl. Kolonne 2 und 4, Tabelle 1).

Aus Tabelle 2 geht der Einfluß der Extraktionszeit und die Wirkung von Merthiolat auf die Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz hervor. In Gegenwart von Merthiolat steigt die Löslichkeit bei einer Extraktionsdauer zwischen 2–6 Stunden nur unwesentlich an (Kolonne 5–7). Trotz der leicht höheren Streuung wird deshalb, auch aus Gründen der Zeitersparnis, eine zweistündige Extraktionsdauer beibehalten. Zum Teil werden sogar noch kürzere Extraktionszeiten verwendet (8).

Bei Weglassen des Merthiolatzusatzes treten vor allem bei Getreideproben erratiche Resultate auf (vgl. Kolonnen 2–4 in Tabelle 2). Außerdem liegt die durchschnittliche Streuung (\bar{s}) deutlich über den entsprechenden Werten, die in Gegenwart von 0,01% Merthiolat bestimmt wurden (Tabelle 2, letzte Zeile).

Phasentrennung: Wegen des geringeren Aufwandes wird das vorgeschlagene zweimalige Zentrifugieren (5) durch eine einfache Filtration ersetzt. Bei gewissen Proben, wie zum Beispiel bei Leinkuchen, gelingt die saubere Abtrennung des unlöslichen Probenanteils allerdings nur schwer, weil kolloidale Suspensionen entstehen können. Selbst bei Einsatz von Filtrierhilfsmitteln bilden sich meist trübe Filtrate, und die Filtriergeschwindigkeit kann stark zurückgehen. Versuche mit Ultrazentrifugation und Amylaseinkubation zeigten jedoch, daß diese kolloiden

Tabelle 2. Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz (SN) bei unterschiedlicher Extraktionsdauer mit und ohne Zugabe des Stabilisators Merthiolat

Substanz	A: Extraktion ohne Merthiolat			B: Extraktion mit 0,1 g/l Merthiolat		
	Dauer in h			Dauer in h		
	2	4	6	2	4	6
Gerste	22,7	25,8	21,0	23,6	23,1	24,2
Hafer	30,1	30,3	37,8	30,0	30,5	30,1
Mais	17,1	19,1	11,7	18,5	17,9	18,6
Weizen	26,7	28,5	28,1	25,7	26,4	27,3
Fischmehl	34,9	35,5	35,8	35,9	36,1	36,3
Leinkuchen	68,3	68,8	68,8	68,6	69,1	69,2
Rapsschrot	61,8	62,4	62,5	63,3	61,9	63,6
Sojaschrot	14,0	13,7	13,7	17,9	18,8	19,0
Durchschnittliche Streuung \bar{s}	0,69	0,43	1,1	0,38	0,31	0,24

Teilchen hauptsächlich Stärke, aber keinen Stickstoff enthielten. Trübe Filtrate dürften deshalb die Bestimmung des löslichen Stickstoffs kaum beeinflussen.

SN-Werte von Futterproben: Zur Überprüfung der Methode wurden selbst hergestellte Mischfutter analysiert. In Tabelle 3 wird die berechnete Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz dieser Proben (SN_b), die aufgrund der Zusammensetzung und der experimentell bestimmten SN-Werte der Einzelkomponenten berechnet wurde, mit den tatsächlich analysierten Löslichkeitswerten (SN_a) verglichen. Die Unterschiede zwischen SN_a und SN_b sind nicht signifikant. Selbstverständlich gilt dies nur, wenn die experimentell ermittelten SN-Werte und nicht etwa korrigierte, sogenannte SC-Werte zur Berechnung eingesetzt werden.

Tabelle 3. Vergleich zwischen experimentell bestimmten Löslichkeiten der stickstoffhaltigen Substanz (SN_a) und der aufgrund der Zusammensetzung berechneten Löslichkeitswerte (SN_b) für Mischfutter

Mischfutter	Anzahl Komponenten	SN_a	SN_b	Differenz ($SN_a - SN_b$)
1	2	18,1	18,4	- 0,3
2	2	19,7	19,1	+ 0,6
3	4	21,7	22,9	- 1,2
4	4	23,9	22,9	+ 1,0
5	5	21,4	23,1	- 1,7
6	8	22,3	22,9	- 0,6

Erste Richtwerte über die nach der vorgeschlagenen Methode bestimmte Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz (SN) sind für verschiedene Futtermittel in Tabelle 4 zusammengestellt. Die Futtermittel weisen zum Teil beträchtliche Löslichkeitsunterschiede auf (Extremwerte: 0,4% für Blutmehl, 85,6% für Maissilagen).

Innerhalb der gleichen Futterart liegt der Schwankungsbereich zwischen 1–60% (vgl. Kolonne 4, Tabelle 4), wobei die Variationskoeffizienten – in Tabelle 4 nicht aufgeführt – zwischen 5–45% schwanken.

Die letzte Kolonne der Tabelle 4 enthält die bisher publizierten, französischen Löslichkeitswerte. Im allgemeinen stimmen die nach der französischen Methode (5) ermittelten Löslichkeitswerte gut mit unseren Werten überein. Für Getreide finden wir allerdings etwas tiefere und für Extraktionsschrote dagegen höhere Werte.

Die in der Tabelle 4 angegebene Wiederhol-Standardabweichung (s_r) wurde aufgrund der Differenzen aus Doppelbestimmungen nach folgender Formel berechnet:

$$s_r = \left[\frac{\sum (x_1 - x_2)^2}{2n} \right]^{1/2} \quad n = \text{Anzahl Doppelbestimmungen}$$

Tabelle 4. Erste Richtwerte der nach der vorgeschlagenen Methode bestimmten Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz (SN) für Futtermittel

Futtermittel	Anzahl Proben <i>n</i>	SN (% des Rohproteins)		Standard-Abweichung <i>s</i>	Wiederhol-Standard-Abweichung <i>s_r</i>	Publizierte SN-Werte nach Demarquilly et al. (5)
		Mittelwert	Bereich SNMin–SNMax			
<i>1. Rauhfutter</i>						
Gras (Mischbestände)	13	33,8	24,0–48,8	8,3	0,48	35
Heu	7	29,2	24,5–37,2	5,7	0,42	33
Trockengraswürfel	24	16,3	12,3–22,9	2,7	0,32	
Luzernengraswürfel	1	27,8	— —	—	—	25
Grassilage	63	50,8	33,2–69,5	7,5	0,40	56
Maissilage	17	50,5	25,6–85,6	14,3	0,88	48
<i>2. Getreide</i>						
Gerste	5	19,1	14,3–25,4	4,1	0,23	25
Hafer	6	30,3	25,7–34,4	2,8	0,70	35
Mais	6	13,8	9,2–18,5	2,7	0,65	15
Roggen	1	31,7	— —	—	—	51
Triticale	28	24,6	19,5–29,1	2,1	0,44	—
Weizen	5	22,7	18,6–26,8	3,1	0,33	30
Weizenkleie	4	38,3	36,4–40,2	1,7	0,41	41
<i>3. Extraktionsschrote bzw. Preßkuchen</i>						
Erdnuß	5	66,1	63,2–72,1	3,6	0,20	61
Kokos	1	9,5	— —	—	—	12
Lein	4	54,8	38,4–69,8	11,0	0,40	34
Raps	6	52,2	48,2–64,2	2,4	0,20	40
Soja	9	20,8	16,6–25,0	2,5	0,12	15
Sonnenblumen	3	39,5	35,2–43,3	—	—	34
<i>4. Futtermittel tierischer Herkunft</i>						
Fischmehl	10	27,9	22,2–39,3	7,1	0,30	
Fleischmehl	7	25,8	22,5–30,4	2,8	0,27	
Blutmehl	7	0,8	0,4– 1,3	0,4	0,10	
Federmehl	7	8,9	8,0–10,3	0,9	0,41	
<i>5. Andere gewerbliche Produkte</i>						
Futterhefe	6	31,5	24,5–35,9	5,4	0,20	
Kartoffelflocken	4	43,8	36,0–49,5	5,7	0,64	
Kartoffelproteine	2	3,1	3,0– 3,3	—	—	
Maiskleber	13	3,7	1,9– 6,8	1,7	0,10	
Milchviehfutter	9	26,0	21,0–35,5	5,2	0,25	

Aus s_r lässt sich die Wiederholbarkeit (r) der Methode direkt berechnen. Für eine Überschreitungswahrscheinlichkeit von 5% ist $r = 2 \cdot \sqrt{2} \cdot s_r = 2,83 \cdot s_r$ (11, 12).

In Tabelle 5 ist die bei verschiedenen Futterklassen erreichte Wiederholbarkeit aufgeführt. Die unter Berücksichtigung aller analysierten Futterproben ermittelte Wiederholbarkeit von $r = 1,1$ liegt sehr nahe bei dem entsprechenden Wert, der kürzlich anhand eines Ringversuches mit einer internationalen Standardmethode zur Bestimmung des pepsinsalzsäurelöslichen Rohproteins gefunden wurde (13). Die Ermittlung der Vergleichbarkeit der hier vorgestellten Methode ist geplant.

Tabelle 5. Wiederholbarkeit der vorgeschlagenen Methode zur Bestimmung der Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz

Futterklasse	Anzahl analysierte Proben n	Wiederholstandardabweichung s_r	Wiederholbarkeit (r) $r = 2,83 \cdot s_r$ ($P = 95\%$)
Rauhfutter	67	0,43	1,2
Getreide	55	0,48	1,4
Schrote und Preßkuchen	27	0,22	0,62
Kraftfutter und andere gewerbliche Futter	34	0,27	0,76
Futtermittel tierischer Herkunft	31	0,29	0,82
Alle Futtermittel	211	0,38	1,1

Dank

Fräulein *C. Morel* und Frau *A. Limat* danke ich für die praktische Durchführung der SN-Analysen.

Zusammenfassung

Die hier vorgeschlagene Methode zur Bestimmung der Löslichkeit der stickstoffhaltigen Substanz (SN) von Futtermitteln basiert auf einer zweistündigen Extraktion in einer Phosphatpufferlösung bei pH 7, unter Zusatz des Stabilisators Merthiolat. Gegenüber dem ursprünglichen französischen Verfahren ist die Methode vereinfacht worden, und relevante Analysenbedingungen wurden genauer festgehalten. Erste SN-Richtwerte werden für 28 verschiedene Futtermittel angegeben.

Résumé

Une méthode est décrite pour déterminer la solubilité de la matière azotée (SN) dans les aliments pour animaux. Elle est basée sur l'extraction de l'azote soluble dans une solution tampon à base de phosphate à pH 7, en plaçant les échantillons pendant 2 heures sur un

agitateur à rouleaux à 40 °C. Après filtrage, l'azote est dosé dans un aliquot du filtrat selon la méthode Kjell-Foss. L'adjonction d'un stabilisateur s'avère nécessaire, surtout pour les échantillons de céréales.

Les premières valeurs SN indicatives, obtenues selon cette méthode, sont données pour 28 aliments ou fourrages.

Summary

A method is described for the determination of nitrogen solubility (SN) in feedstuffs. It is based on a 2 hours extraction of the soluble nitrogen in a mineral buffer solution at pH 7, by rotating the samples continuously in horizontal position on a rolling-mixer at 40 °C. The soluble nitrogen is analyzed in an aliquot of the filtrate using the Kjell-Foss or the Kjeldahl procedure.

The addition of an inhibitor — merthiolate — is recommended. It is particularly important in the analysis of cereal samples. First results, obtained with this method are given. The SN-values ranged from 0.4% for blood meal to 81% for a groundnut meal.

Literatur

1. Jarrige, R., Journet, M. et Vérité, R.: Azote. In: Jarrige, R. (Ed.): Alimentation de ruminants, 2. Aufl. S. 89 ff. INRA Publications, Versailles 1980.
2. Vérité, R., Journet, M. and Jarrige, R.: A new System for the protein feeding of ruminants: The PDI-system. *Livestock Prod. Sci.* **6**, 349—367 (1979).
3. Waldo, D. R. and Goering, H. K.: Insolubility of proteins in ruminant feeds by four methods. *J. Anim. Sci.* **49**, 1560—1568 (1979).
4. Stern, M. D. and Satter, L. D.: Evaluation of nitrogen solubility and the dacron bag technique as methods for estimating protein degradation in the rumen. *J. Anim. Sci.* **58**, 714—724 (1984).
5. Demarquilly, C., Andrieu, J. et Sauvant, D.: Composition et valeur nutritive des aliments. In: Jarigge, R. (Ed.): Alimentation des ruminants, 2. Aufl., S. 484 ff. INRA Publications, Versailles 1980.
6. Noel, R. J.: Collaborative study of an automated method for the determination of crude protein in animal feeds. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* **59**, 141—147 (1976).
7. Naumann, C., Bassler, R., Seibold, R. und Barth, C.: Die chemische Untersuchung von Futtermitteln. Methodenbuch, Band III des Verbandes Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten, 3. Aufl., Kapitel 4.1.1. Verlag Neumann-Neudamm, Basel 1976.
8. Wohlt, J. E., Sniffen, C. J. and Hoover, W. H.: Measurement of protein solubility in common feedstuffs. *J. Dairy Sci.* **56**, 1052—1057 (1973).
9. Schipper, H. W. (Ed.): Determination of nitrogen content soluble in pepsin and hydrochloric acid. Doc. ISO/TC 34/SC 10 Nr. 301. International Standard Organization, Nederlands Normalisatie-Instituut, Delft 1982.
10. Crooker, B. A., Sniffen, C. J., Hoover, W. H. and Johnson, L. L.: Solvents for soluble nitrogen measurements in feedstuffs. *J. Dairy Sci.* **61**, 437—447 (1978).
11. Youden, W. J.: Statistical techniques for collaborative tests. In: Youden, W. J. und Steiner, E. H. (Eds.): Statistical manual of official analytical chemists, 2. Aufl. Assoc. Off. Anal. Chem. Press, Arlington 1979.

12. *Hadorn, H.*: Ringversuche zur Wasserbestimmung in Lebensmitteln nach Karl Fischer. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **71**, 220–235 (1980).
13. *Schipper, H. W.* (Ed.): Animal feeding stuffs – determination of soluble nitrogen content after treatment with pepsin in hydrochloric acid solution. Doc. ISO/TC 34/SC 10 Nr. 341. International Standard Organization, Nederlands Normalisatie-Instituut, Delft 1984.

Dr. T. Rihs
Eidg. Forschungsanstalt für
viehwirtschaftliche Produktion
Grangeneuve
CH-1725 Posieux