

## ALLEGATO

Il testo dell'allegato I, punto 3 « Dosaggio della cellulosa grezza » viene sostituito dal testo seguente.

**• 3. DETERMINAZIONE DELLA FIBRA GREZZA****1. Scopo e campo di applicazione**

Questo metodo rende possibile la determinazione nei mangimi della quota di sostanza organica, esente da lipidi, insolubile in mezzi acidi e alcalini e convenzionalmente denominata fibra grezza.

**2. Principio**

Il campione sgrassato, quando necessario, è trattato in sequenza con soluzioni bollenti di acido solforico e idrossido di potassio a determinate concentrazioni. Il residuo è separato per filtrazione su filtro di vetro sinterizzato, lavato, seccato, pesato ed incenerito tra 475 e 500 °C. La perdita di peso, dopo incenerimento, corrisponde alla fibra grezza presente nel campione in esame.

**3. Reattivi**

3.1. Acido solforico,  $c = 0,13$  moli/l.

3.2. Antischiuma (per esempio n-ottanolo).

3.3. Aiuto-filtrazione (Celite 545 o equivalente) trattato a 500 °C per 4 ore (8.6).

3.4. Acetone.

3.5. Etere di petrolio (per esempio 40-60 °C).

3.6. Acido cloridrico,  $c = 0,5$  moli/l.

3.7. Idrossido di potassio,  $c = 0,23$  moli/l.

**4. Apparecchiature**

4.1. Unità al caldo per il trattamento del campione in esame con la soluzione di acido solforico o di idrato di potassio, munita di un supporto per il crogiolo filtrante (4.2) e di un condotto con la valvola a più vie per lo scarico del liquido e per il collegamento al vuoto e possibilmente ad un sistema di aria compressa.

Prima dell'uso, ogni giorno, preriscaldare per cinque minuti l'acqua della caldaia, annessa all'unità per il lavaggio del residuo per il preriscaldamento dei reattivi.

4.2. Crogiolo di vetro filtrante, capacità 50 ml con setto di vetro filtrante sinterizzato di porosità 40-90  $\mu\text{m}$ , condizionato a 500 °C per breve tempo, e raffreddato prima dell'uso.

4.3. Cilindro della capacità di almeno 270 ml portante un refrigerante a ricadere per l'ebollizione.

4.4. Stufa di essiccazione con termostato.

4.5. Forno a muffola con termostato.

4.6. Unità di estrazione a freddo consistente di un supporto per il crogiolo filtrante (4.2) e munita di condotto con valvola per il vuoto e per lo scarico dei liquidi.

4.7. Anelli di connessione in gomma per collegare all'unità a caldo (4.1) il crogiolo (4.2) e il cilindro (4.3) e per collegare all'unità di estrazione a freddo (4.6) il crogiolo.

**5. Procedimento**

Pesare, con la precisione di 1 mg, 1 g del campione preparato e introdurlo nel crogiolo (4.2) (vedere le osservazioni 8.1, 8.2 e 8.3) ed aggiungere 1 g di aiuto-filtrazione (3.3).

Sistemare il crogiolo nell'unità a caldo (4.2), collegarlo poi al cilindro (4.3). Introdurre nel cilindro a crogiolo, già collegati, 150 ml di acido solforico (3.1) preriscaldato vicino al punto di ebollizione e poche gocce di antischiuma (3.2). Portare il liquido all'ebollizione entro  $5 \pm 2$  minuti e far bollire in modo vigoroso esattamente per 30 minuti.

Aprire la valvola di scarico e filtrare l'acido solforico sotto vuoto (4.1) attraverso il crogiolo filtrante. Lavare il residuo raccolto sul crogiolo tre volte consecutive con porzioni di acqua bollente, impiegandone ogni volta 30 ml, cercare di eliminare sotto vuoto il liquido fino a secchezza dopo ciascun lavaggio.

Disinserire il vuoto e introdurre 150 ml di idrossido di potassio (3.7) preriscaldato vicino al punto di ebollizione, nel cilindro e crogiolo collegati, aggiungere poche gocce di antischiuma (3.2). Portare il liquido all'ebollizione  $5 \pm 2$  minuti e fare bollire in modo vigoroso esattamente per 30 minuti. Filtrare e ripetere le operazioni di lavaggio usate per il trattamento con acido solforico.