

Dopo il lavaggio finale e l'essiccazione sotto vuoto, scollegare il crogiolo contenente il residuo e collegarlo all'unità di estrazione a freddo (4.6). Applicare il vuoto e lavare il residuo nel crogiolo 3 volte con acetone (3.4), impiegandone ogni volta 25 ml. Dopo ciascun lavaggio fare sempre in modo che tutto il residuo sia raccolto sul filtro, mantenendo il vuoto fino a completa eliminazione dell'acetone.

Essiccare il crogiolo in stufa a 130 °C fino a peso costante. Raffreddarlo poi in essiccatore e pesarlo rapidamente. Trasferire il crogiolo in muffola ed incenerire il contenuto a 475-500 °C per almeno 30 minuti, sino a peso costante.

Dopo ogni incenerimento raffreddare il crogiolo prima in muffola e poi in essiccatore prima della pesata.

Eeguire una prova in bianco con solo i reattivi. La perdita di peso risultante dopo l'incenerimento non deve superare i 4 mg.

## 6. Calcolo dei risultati

Il contenuto percentuale di fibra grezza nel campione è dato dall'espressione:

$$\frac{[b-c] \times 100}{a}$$

dove

a = massa del campione in g.

b = perdita della massa dopo incenerimento a 475-500 °C del residuo del campione essiccato a 130 °C in g.

c = perdita della massa dopo incenerimento del residuo del bianco essiccato a 130 °C in g.

## 7. Ripetibilità

La differenza tra due determinazioni parallelamente effettuate sullo stesso campione non deve eccedere:

— 0,3 valore assoluto per contenuto in fibra grezza più basso del 10 %,

— 3 % sul risultato più elevato, per contenuto in fibra grezza uguale o maggiore di 10 %.

## 8. Osservazioni

8.1. I mangimi contenenti più del 10 % di lipidi grezzi debbono essere, prima dell'analisi, sgrassati con etere di petrolio (3.5). A tale scopo, porre il crogiolo (4.2) contenente il campione pesato nell'unità di estrazione a freddo (4.6), applicare il vuoto a lavare per tre volte consecutive con 30 ml di etere di petrolio (3.5). Mantenere il crogiolo sotto vuoto fino a completa eliminazione del solvente dal campione, e trasferirlo poi nell'unità di estrazione a caldo (4.1) e continuare come descritto al punto 5.

8.2. I mangimi, contenenti lipidi che non possono essere estratti direttamente con etere di petrolio (3.5), debbono essere sgrassati come indicato al punto 8.1 e sgrassati un'altra volta dopo ebollizione con acido.

Dopo ebollizione con acido e successivo lavaggio, collegare il crogiolo nell'unità di estrazione a freddo (4.6) e lavarlo tre volte con acetone impiegandone ogni volta 30 ml. Lavare poi con etere di petrolio sempre 3 volte con aliquote di 30 ml. Mantenere il campione sotto vuoto fino a completa eliminazione del solvente e continuare l'analisi come descritto al punto 5 iniziando con il trattamento con idrossido di potassio.

8.3. Se i mangimi contengono più del 5 % di carbonati, espressi come carbonato di calcio, porre il crogiolo contenente il campione (4.2) nell'unità di estrazione a caldo (4.1) e lavare il campione tre volte con acido cloridrico (3.6) usando aliquote di 30 ml. Dopo ciascuna addizione lasciare riposare il campione per almeno 1 minuto prima della filtrazione. Lavare una volta con acqua e poi continuare come descritto al punto 5.

8.4. Se viene impiegato un apparecchio a più posti (diversi crogioli posti nella stessa unità a caldo) non deve essere eseguita nella stessa serie di analisi la determinazione in doppio dello stesso campione.

8.5. Se dopo ebollizione è difficile filtrare la soluzione acida o basica, introdurre aria compressa attraverso il condotto di scarico dell'unità a caldo proseguendo poi la filtrazione.

8.6. La temperatura di incenerimento non deve superare i 500 °C allo scopo di allungare la vita dei filtri di vetro dei crogioli. Evitare con attenzione di procurare sbalzi termici durante i cicli di riscaldamento e raffreddamento ai crogioli.