

**1560****ROZPORZĄDZENIE MINISTRA ROLNICTWA I ROZWOJU WSI**

z dnia 15 listopada 2001 r.

**w sprawie szczegółowych wymagań jakościowych dla zielonki przeznaczonej do produkcji suszu paszowego oraz metod badań stosowanych w ocenie wymagań jakościowych.**

Na podstawie art. 62 ust. 2 ustawy z dnia 29 listopada 2000 r. o organizacji rynków owoców i warzyw, rynku chmielu, rynku tytoniu oraz rynku suszu paszowego (Dz. U. z 2001 r. Nr 3, poz. 19) zarządza się, co następuje:

§ 1. 1. Zielonka przeznaczona do produkcji suszu paszowego, zwana dalej „zielonką”:

- 1) powinna cechować się:
  - a) świeżością,
  - b) zapachem i barwą charakterystycznymi dla danej rośliny,
  - c) wilgotnością nie niższą niż 30%,
- 2) nie może być stęchła, spleśniała i zaparzona,
- 3) nie może zawierać:
  - a) roślin trujących lub więcej niż 2% roślin szkodliwych,
  - b) zanieczyszczeń mineralnych w postaci kamieni, piasku, grudek ziemi i mułu,
  - c) zanieczyszczeń obcych w postaci szkła, metalu i kawałków drewna,

d) więcej niż 5% obumarłych, podsuszonych lub podgniętych części roślin.

2. Wykaz roślin trujących i szkodliwych, o których mowa w ust. 1 pkt 3 lit. a), określa załącznik nr 1 do rozporządzenia.

§ 2. 1. Oceny wymagań jakościowych dla zielonki dokonuje się na podstawie badań mających na celu określenie parametrów jakościowych tej zielonki i wyprodukowanego z niej suszu paszowego.

2. Badania, o których mowa w ust. 1, wykonuje się na pobranych próbkach zielonki i suszu paszowego.

3. Opis metod badań stosowanych do oceny wymagań jakościowych dla zielonki i parametrów jakościowych suszu paszowego określa załącznik nr 2 do rozporządzenia.

§ 3. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 14 dni od dnia ogłoszenia.

Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi: *J. Kalinowski*

Załączniki do rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 15 listopada 2001 r. (poz. 1560)

**Załącznik nr 1**

**WYKAZ ROŚLIN TRUJĄCYCH I SZKODLIWYCH****A. Rośliny trujące:**

- 1) Bieleń dziędzierzawa, *Datura stramonium* L.,
- 2) Jaskier jadowity, *Ranunculus sceleratus* L.,
- 3) Lulek czarny, *Hyoscyamus niger* L.,

- 4) Orlica pospolita, *Pteridium aquilinum* (L.) Kuhn,
  - 5) Skrzyp błotny, *Equisetum palustre* L.,
  - 6) Skrzyp bagienny, *Equisetum limosum* L.,
  - 7) Szalej jadowity, *Cicuta virosa* L.,
  - 8) Szczwół plamisty, *Conium maculatum* L.,
  - 9) Tojad mocny, *Aconitum callibotryon* Rchb.,
  - 10) Życica Inowa, *Lolium remotum* Schrk.,
  - 11) Życica roczna, *Lolium temulentum* L.,
  - 12) Zimowit jesienny, *Colchicum autumnale* L.,
  - 13) Kropidło piszczatkowate, *Oenanthe fistulosa* L.,
  - 14) Kropidło wodne, *Oenanthe aquatica* L.
- B. Rośliny szkodliwe:**
- 1) Gnidosz błotny, *Pedicularis palustris* L.,
  - 2) Jaskry (wszystkie gatunki), *Ranunculus* sp.L., z wyjątkiem jaskra jadowitego, *Ranunculus sceleratus* L.,
  - 3) Knieć błotna, *Caltha palustris* L.,
  - 4) Ostrożeń (wszystkie gatunki), *Cirsium* sp., z wyjątkiem ostrożenia warzywnego, *Cirsium oleraceum* (L.) Scop.,
  - 5) Osty (wszystkie gatunki), *Carduus* sp.L.,
  - 6) Świetliki (wszystkie gatunki), *Euphrasia* sp.L.,
  - 7) Szczeć (wszystkie gatunki), *Dipsacus* sp.L.,
  - 8) Szelężniki (wszystkie gatunki), *Alectorolophus* All.sp.,
  - 9) Wilczomlec sosnka, *Euphorbia cyparissias* L.,
  - 10) Wilczomlec lancetowaty, *Euphorbia esula* L.,
  - 11) Cieciora pstra, *Coronilla varia* L.,
  - 12) Turzyce (wszystkie gatunki), *Carex* sp. L.,
  - 13) Sity (wszystkie gatunki), *Juncus* sp. L.,
  - 14) Sitowie leśne, *Scirpus silvaticus* L.,
  - 15) Wilżyna bezbronna, *Ononis arvensis* L.,
  - 16) Trzęślica modra, *Molinia coerulea* (L.) Moench,
  - 17) Śmiałek darniowy, *Deschampsia caespitosa* P.B.

## Załącznik nr 2

### METODY BADAŃ STOSOWANYCH DO OCENY WYMAGAŃ JAKOŚCIOWYCH DLA ZIELONKI I PARAMETRÓW JAKOŚCIOWYCH SUSZU PASZOWEGO

#### I. Metody badań stosowane do oceny wymagań jakościowych dla zielonki

##### A. Pobieranie próbek zielonki

1. Próbkę pierwotną zielonki pobiera się ręcznie z uprawy polowej lub trwałego użytku zielonego, z roślin objętych kwadratową ramką o boku 1 m, co najmniej z trzech różnych miejsc albo z pojedynczego środka transportu co najmniej z pięciu różnych miejsc ładunku.

2. Masa pobranej próbki pierwotnej jest nie mniejsza niż 500 g.

3. Z próbek pierwotnych, po ich połączeniu, dokładnym wymieszaniu i równomiernym rozłożeniu (np. na folii, materiale), z kilku miejsc pobiera się rośliny w taki sposób, aby otrzymać próbkę średnią zielonki o masie około 4 kg.

Otrzymaną próbkę średnią wykorzystuje się do badania jakości zielonki. Badanie to wykonuje się niezwłocznie po pobraniu próbki średniej, zwanej dalej „próbką”.

##### B. Określanie barwy i zapachu zielonki

1. Barwę roślin wchodzących w skład zielonki określa się poprzez wzrokowe sprawdzenie, po rozłożeniu

próbki na płaskiej powierzchni (folia, materiał), czy rośliny te w świetle dziennym mają barwę charakterystyczną dla danego gatunku.

2. Zapach zielonki sprawdza się za pomocą powonienia stwierdzając, czy zielonka posiada zapach charakterystyczny dla danego gatunku rośliny i czy nie jest stęchła.

##### C. Oznaczanie wilgotności zielonki

1. Wilgotność zielonki określa się dwiema metodami:

1) na podstawie ilorazu różnicy mas zielonki i suszu paszowego, przeliczonego na suchą masę, przez masę zielonki, określonego w procentach, albo

2) na podstawie różnicy mas zielonki i suszu paszowego, po wysuszeniu zielonki w temperaturze 103°C.

2. Stosując metodę, o której mowa w ust. 1 pkt 2, zielonkę o wysokiej wilgotności, przed zbadaniem, wstępnie podsusza się, a następnie oznacza wilgotność badanego materiału w następujący sposób:

1) badanie wykonuje się niezwłocznie po pobraniu próbki albo po otwarciu opakowania z próbka, co

najmniej w dwóch powtórzeniach, przy zastosowaniu niżej wymienionej aparatury i sprzętu laboratoryjnego:

- a) rozdrabniacza wykonanego z materiału nieabsorbującego wilgoci, łatwego w czyszczeniu, umożliwiającego szybkie rozdrobnienie zielonki bez znacznego rozgrzewania i w miarę możliwości zapobiegającego kontaktowi z powietrzem (np. rozdrabniacz młotkowy chłodzony wodą),
  - b) wagi analitycznej o dokładności do 0,5 mg,
  - c) suchych pojemników z niekorodującego metalu lub szkła, z przykrywkami, o powierzchni umożliwiającej rozłożenie próbki w ilości 0,3 g/cm<sup>2</sup>,
  - d) suszarki elektrycznej odpowiednio wentylowanej, z możliwością ustawienia temperatury z dokładnością do ±1°C i jej szybkiej regulacji,
  - e) suszarki próżniowej wyposażonej w pompę olejową i mechanizm umożliwiający wprowadzenie ogrzanego powietrza lub czynnika suszącego (np. tlenku wapnia),
  - f) eksykatora wyposażonego w płytkę z perforowanego metalu lub porcelanową, zawierającego efektywny czynnik suszący,
- 2) w celu wykonania badania, z próbki średniej pobiera się dwie części zielonki o masie co najmniej 100 g, rozdrabniając i dzieląc ją — jeśli to konieczne — w sposób, który zapobiegnie zmianom wilgotności; oznaczanie wilgotności tych części wykonuje się równolegle,
- 3) przeprowadzanie suszenia:
- a) suche pojemniki z niekorodującego metalu lub szkła, z przykrywkami, waży się z dokładnością do 0,5 mg,
  - b) do pojemników odważa się 5 g próbki, z dokładnością do 1 mg, równomiernie ją rozkładając,
  - c) pojemnik bez przykrywki umieszcza się w suszarce podgrzanej do temperatury 103°C i niezwłocznie zamyka się ją, aby zapobiec spadkowi temperatury,
  - d) próbkę suszy się przez 4 godziny, rozpoczynając liczenie czasu od chwili, gdy temperatura w suszarce osiągnie ponownie 103°C,
  - e) pojemnik zamyka się pokrywką i wyjmuje z suszarki, pozostawiając go przez 30—45 minut w eksykatorze w celu schłodzenia, a następnie waży się go z dokładnością do 1 mg; wyniki pomiarów wilgotności z dwóch powtórzeń nie mogą się różnić o więcej niż 0,1%,
- 4) przeprowadzanie suszenia z podsuszaniem: próbkę średnią zielonki poddaje się wstępnemu suszeniu w następujący sposób:
- a) w celu wykonania badania, z nierozdrobnionej próbki pobiera się dwie części zielonki o masie

od 200 do 300 g, odważa z dokładnością do 10 mg do odpowiednich pojemników (np. płytka aluminiowa o wymiarach 20 x 12 cm z 0,5 cm obrzeżem albo płytka szklana); oznaczanie wilgotności tych części wykonuje się równolegle,

- b) odważki z pojemnikami podsusza się w suszarce, w temperaturze od 60 do 70°C, do czasu aż wilgotność pobranych części zielonki zostanie zredukowana do 8—12%,
  - c) pojemniki z próbkami wyjmuje się z suszarki, schładza w ciągu 1 godziny i waży z dokładnością do 10 mg,
  - d) próbki rozdrabnia się niezwłocznie po ich podsuszeniu; z podsuszonej próbki pobiera się dwie próbki o masie 5 g każda, które następnie poddaje się suszeniu w sposób opisany w pkt 3,
- 5) obliczanie wyników:
- a) wilgotność zielonki oblicza się w procentach,
  - b) stosując suszenie bez podsuszania, wilgotność zielonki oblicza się według wzoru:

$$X = (E - m)100/E$$

gdzie:

- E* — oznacza początkową masę próbki w gramach,  
*m* — oznacza masę wysuszonej próbki w gramach,
- c) stosując suszenie z podsuszaniem, wilgotność zielonki oblicza się według wzoru:

$$X = [(M' - m) M/M' + E - M] (100/E) = 100 (1 - Mm/EM')$$

gdzie:

- E* — oznacza początkową masę próbki w gramach,  
*M* — oznacza masę próbki w gramach, uzyskaną po podsuszeniu,  
*M'* — oznacza próbkę o masie 5 g,  
*m* — oznacza masę wysuszonej próbki w gramach,
- d) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wilgotności tej samej próbki nie powinna być większa niż 0,2%.

#### **D. Badanie zielonki na zawartość roślin trujących i szkodliwych, zanieczyszczeń mineralnych, obcych i innych**

1. W celu zbadania, czy zielonka zawiera zanieczyszczenia obce, wykazuje oznaki spleśnienia lub zaparzenia, próbkę rozkłada się na płaskiej powierzchni (np. folia, materiał) i sprawdza organoleptycznie.

2. W celu zbadania, czy zielonka zawiera rośliny trujące, wymienione w załączniku nr 1 do rozporządzenia, próbkę zielonki rozkłada się na płaskiej powierzchni (np. folia, materiał) i ustala jej skład gatunkowy.

3. W celu oznaczenia zawartości roślin szkodliwych, wymienionych w załączniku nr 1 do rozporządzenia, z próbki odważa się 1000 g, usuwa rośliny szkodliwe lub ich części, oznacza ich masę i procentową zawartość według wzoru:

$$X = (c \cdot 100) / b$$

gdzie:

$c$  — oznacza masę wybranych roślin szkodliwych i ich części w próbce, w gramach,

$b$  — oznacza masę próbki w gramach.

Po wykonaniu badania uprzednio usunięte rośliny włącza się do próbki.

4. W celu zbadania, czy zielonka zawiera obumarte, podsuszone i podgnięte rośliny lub ich części, z próbki usuwa się rośliny obumarte, podsuszone i podgnięte lub ich części, oznacza ich masę i określa procentową zawartość według wzoru:

$$X_1 = (c_1 \cdot 100) / b$$

gdzie:

$c_1$  — oznacza masę wybranych roślin obumartych, podsuszonych i podgniętych lub ich części w próbce, w gramach,

$b$  — oznacza masę próbki w gramach.

5. W celu oznaczenia zawartości zanieczyszczeń mineralnych w zielonce, z próbki odważa się zielonkę o masie 1000 g. Pobraną próbkę obmywa się z zanieczyszczeń mineralnych w naczyniu z wodą, a następnie przenosi się sflukane zanieczyszczenia mineralne z naczynia do cylindra pomiarowego, pozostawia na 10 minut do odstania i odczytuje na skali objętość osadu. Przyjmuje się, że 1 cm<sup>3</sup> takiego osadu waży 2 g. Procentową zawartość zanieczyszczeń mineralnych w zielonce określa się według wzoru:

$$X_2 = (c_2 \cdot 100) / b_2$$

gdzie:

$c_2$  — oznacza masę zanieczyszczeń mineralnych w próbce, w gramach,

$b_2$  — oznacza masę próbki w gramach.

## II. Metody badań stosowane w ocenie parametrów jakościowych suszu paszowego

### A. Pobieranie próbek suszu paszowego

1. Sprzęt do pobierania próbek suszu paszowego: sprzęt do pobierania próbek suszu paszowego powinien być wykonany z materiałów, które nie powodują zanieczyszczenia badanej partii suszu paszowego, i składa się z:

- 1) wagi o dokładności ważenia do 0,01 g,
- 2) szufli o płaskim spodzie z pionowymi bokami,
- 3) próbnika z otwieranymi okienkami lub przegrodami, którego wymiary są dostosowane do rodzaju badanej partii suszu paszowego,
- 4) urządzenia do rozdzielania próbek na równe części (np. rozdzielacza stożkowego lub rozdzielacza wieloszczelinowego z układem sortującym, wykorzystywanego do przygotowywania próbek laboratoryjnych).

2. Sposób pobierania próbek:

1) próbki pierwotne suszu paszowego pobiera się:

- a) z jednej partii suszu paszowego lub jej części, jednorodnej jakościowo pod względem składu gatunkowego, wilgotności, zawartości białka ogólnego, włókna surowego oraz popiołu nierozpuszczalnego w kwasie chlorowodorowym (solnym), powstałego w wyniku spalania próbek suszu, przy czym masa partii lub jej części nie może być większa niż 110 t,

b) z kilku partii suszu paszowego o łącznej masie nie większej niż 110 t, uzyskanych z kilku partii zielonki, jednorodnych pod względem składu gatunkowego, wilgotności, zawartości białka ogólnego, włókna surowego oraz popiołu nierozpuszczalnego w kwasie chlorowodorowym (solnym), powstałego w wyniku spalania próbki suszu uzyskanej ze zmieszania partii suszu,

c) próbki suszu paszowego powinny być pobierane w taki sposób, aby nie uległy zmianom lub zanieczyszczeniu,

2) próbki pierwotne suszu paszowego pobiera się równomiernie z całej partii suszu paszowego, przy zachowaniu jednakowej masy tych próbek,

3) próbki pierwotne suszu paszowego występującego luzem (mączka, granulaty) pobiera się:

- a) z badanej partii suszu paszowego o masie do 2,5 t — co najmniej 7 próbek, przy czym masa jednej próbki wynosi nie mniej niż 100 g,
- b) z badanej partii suszu paszowego o masie większej niż 2,5 t — nie więcej niż 40 próbek, przy czym masa jednej próbki wynosi nie mniej niż 100 g

— i oblicza według wzoru:

$$X = (20 \cdot T)^{1/2}$$

gdzie:

$X$  — oznacza liczbę pobranych próbek suszu paszowego,

$T$  — oznacza masę badanej partii suszu paszowego w tonach,

4) próbki pierwotne suszu paszowego znajdującego się w opakowaniach (np. worki, beły itp.) pobiera się:

a) w przypadku liczby opakowań od 1 do 4 — z każdego opakowania próbkę o masie nie mniejszej niż 100 g,

b) w przypadku liczby opakowań od 5 do 16 — losowo 4 próbki o masie nie mniejszej niż 100 g każda,

c) w przypadku liczby opakowań większej niż 16 — losowo liczbę próbek nie większą niż 20, o masie nie mniejszej niż 100 g każda

— i oblicza według wzoru:

$$X = (L)^{1/2}$$

gdzie:

$X$  — oznacza liczbę pobranych próbek suszu paszowego,

$L$  — oznacza liczbę opakowań suszu paszowego,

5) z próbek pierwotnych, o których mowa w pkt 4, po ich połączeniu i dokładnym zmieszaniu, uzyskuje się próbkę ogólną suszu paszowego o masie nie mniejszej niż 4 kg,

6) z próbki ogólnej suszu paszowego, po jej zredukowaniu za pomocą mechanicznego rozdzielacza lub metodą kwadratów, uzyskuje się trzy próbki laboratoryjne o masie nie mniejszej niż 500 g,

7) próbki laboratoryjne, niezwłocznie po ich przygotowaniu, umieszcza się w szczelnych, oznakowanych i opieczutowanych pojemnikach lub workach foliowych,

8) pojemniki lub worki foliowe z próbkami laboratoryjnymi przechowuje się w warunkach uniemożliwiających ich uszkodzenie, w miejscach suchych, chłodnych i zaciemnionych.

## B. Badanie suszu paszowego na zawartość białka ogólnego metodą Kjeldahla

1. Zakres i zasada oznaczania zawartości białka ogólnego w suszu paszowym:

1) zawartość białka ogólnego w badanej partii suszu paszowego oznacza się na podstawie zawartości azotu w tej partii,

2) próbkę suszu paszowego mineralizuje się kwasem siarkowym(VI) w obecności katalizatora, a następnie alkalizuje się produkty reakcji wodorotlenkiem sodu,

3) powstały amoniak oddestylowuje się do znanej ilości roztworu kwasu siarkowego(VI),

4) nadmiar kwasu siarkowego(VI) miareczkuje się roztworem wodorotlenku sodu,

5) do oznaczania można stosować prosty sprzęt laboratoryjny, urządzenia półautomatyczne lub całkowicie zautomatyzowane.

2. Odczynniki używane przy wykonywaniu badania:

1) siarczan(VI) potasu,

2) katalizator w postaci tlenku miedzi(II) (CuO) lub pentahydratu siarczanu(VI) miedzi(II) (CuSO<sub>4</sub> × 5H<sub>2</sub>O),

3) cynk granulowany,

4) kwas siarkowy(VI) o gęstości  $\rho_{20}$  (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) = 1,84 g/ml,

5) kwas siarkowy(VI) o stężeniu  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$ ,

6) kwas siarkowy(VI) o stężeniu  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ ,

7) czerwień metylowa — 300 mg czerwieni metylowej rozpuszcza się w 100 ml etanolu (95—96)% (V/V),

8) wodorotlenek sodu (może być techniczny) — roztwór o stężeniu 40 g w 100 ml wody,

9) wodorotlenek sodu — roztwór o stężeniu  $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$ ,

10) wodorotlenek sodu — roztwór o stężeniu  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ ,

11) pumeks granulowany, przemywany kwasem chlorowodorowym (solnym) i prażony,

12) acetanilid (temperatura topnienia — 114°C, zawartość azotu (N) — 10,36%),

13) sacharoza (bez zawartości azotu).

### 3. Mineralizacja:

1) odważa się dwie próbki analityczne suszu paszowego o masie 1 g każda, z dokładnością do 0,001 g i przenosi je do kolb aparatów do mineralizacji,

2) do każdej próbki analitycznej dodaje się 15 g siarczanu(VI) potasu, odpowiednią ilość katalizatora, tj. od 0,3 g do 0,4 g tlenku miedzi(II) lub od 0,9 g do 1,2 g pentahydratu siarczanu(VI) miedzi(II), 25 ml kwasu siarkowego ( $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$ ) i kilka granul pumeksu, a następnie substancje miesza się,

3) kolby początkowo ogrzewa się ostrożnie, mieszając od czasu do czasu, aż do zwęglenia suszu paszowego i zaniku piany, a następnie zwiększa się intensywność ogrzewania, aż do trwałego wrzenia roztworu; ogrzewanie jest właściwe, jeżeli wrzący kwas kondensuje się na ściankach kolb; należy zapobiegać miejscowemu przegrzewaniu materiału i przyklepaniu cząstek organicznych do wewnętrznej powierzchni kolb,

- 4) po uzyskaniu klarownej cieczy o jasnym, zielononiebieskim zabarwieniu, kolby z cieczą ogrzewa się przez dwie godziny, a następnie pozostawia je do schłodzenia,
- 5) jeżeli zastosowane urządzenie wymaga przeniesienia roztworów po mineralizacji do kolb destylacyjnych, czynność tę wykonuje się bez żadnych strat; jeżeli kolby aparatów destylacyjnych nie są wyposażone we wkraplacz, dodaje się wodorotlenek sodu i natychmiast przyłącza kolby do chłodnic, powodując powolne spływanie cieczy po ściankach,
- 6) jeżeli roztwór po mineralizacji krystalizuje się, w oznaczaniu stosuje się większe ilości kwasu siarkowego ( $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$ ), niż podano powyżej.

#### 4. Destylacja:

- 1) do kolb, w których przeprowadzono mineralizację, dodaje się ostrożnie wodę destylowaną w ilości wystarczającej do całkowitego rozpuszczenia siarczanów; kolby pozostawia się do ostudzenia, a następnie dodaje po kilka granulek cynku,
- 2) do odbieralnika aparatów destylacyjnych odmierza się pipetą po 25 ml kwasu siarkowego(VI) o stężeniu  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$  albo o stężeniu  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ , zależnie od przewidywanej zawartości azotu, i dodaje się po kilka kropel czerwieni metylowej,
- 3) każdą z kolb łączy się z chłodnicami aparatów destylacyjnych w taki sposób, aby koniec każdej z chłodnic był zanurzony w cieczy znajdującej się w odbieralniku do głębokości co najmniej 1 cm,
- 4) do każdej kolby destylacyjnej odmierza się ostrożnie 100 ml roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu 40 g/100 ml, nie dopuszczając do strat amoniaku; następnie kolby ogrzewa się aż do całkowitego oddestylowania amoniaku,
- 5) w przypadku analizy produktów o małej zawartości azotu zmniejsza się objętość kwasu siarkowego o stężeniu  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ , dodawanego do kolb odbieralników, do 10 ml lub 15 ml i dopełnia się wodą do objętości 25 ml.

#### 5. Miareczkowanie:

nadmiar kwasu siarkowego(VI) w kolbach odbieralników miareczkuje się roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu  $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$  albo o stężeniu  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , w zależności od stężenia zastosowanego kwasu siarkowego(VI), aż do uzyskania punktu końcowego, którym jest zmiana barwy z fioletowej na zieloną.

#### 6. Wykonanie próby ślepej:

w celu potwierdzenia, że zastosowane odczynniki nie zawierają azotu, wykonuje się próbę ślepa, stosując metody badań właściwe dla mineralizacji, destylacji i miareczkowania, z tym że do badania uży-

wa się zamiast próbki analitycznej suszu paszowego 1 g sacharozy.

#### 7. Obliczanie wyników:

zawartość białka ogólnego oblicza się w procentach według wzoru:

$$X = (V_0 - V_1) \cdot c \cdot 0,014 \cdot 100 \cdot 6,25/m$$

gdzie:

- $V_0$  — oznacza objętość NaOH zużytego do miareczkowania próby ślepej w ml,  
 $V_1$  — oznacza objętość NaOH zużytego do miareczkowania próbki analitycznej w ml,  
 $c$  — oznacza stężenie roztworu wodorotlenku sodu w molach na litr,  
 $m$  — oznacza masę próbki analitycznej w gramach.

#### 8. Sprawdzanie oznaczania zawartości białka w suszu paszowym:

- 1) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń, wykonanych na tej samej próbce suszu paszowego, nie powinna przekraczać:
  - a) 0,2% wartości bezwzględnej dla zawartości białka ogólnego mniejszej niż 20% w badanej partii suszu paszowego,
  - b) 1,0% względem wyższego wyniku, dla zawartości białka ogólnego od 20% do 40% w badanej partii suszu paszowego,
  - c) 0,4% wartości bezwzględnej dla zawartości białka ogólnego większej niż 40% w badanej partii suszu paszowego,
- 2) w celu sprawdzenia dokładności oznaczania stosuje się badania acetanilidu o masie od 1,5 do 2,0 g w obecności 1 g sacharozy, opisane w ust. 3—7, przy czym 1 g acetanilidu odpowiada 14,80 ml kwasu siarkowego(VI) o stężeniu  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$ ; stopień odzysku powinien wynosić co najmniej 99%.

### C. Oznaczanie wilgotności suszu paszowego

Wilgotność suszu paszowego oznacza się, stosując odpowiednio metodę opisaną w części I C ust. 1 pkt 2 i ust. 2 pkt 3 i 5 lit. b) załącznika nr 2 do rozporządzenia.

### D. Badanie suszu paszowego na zawartość włókna surowego

W celu oznaczenia zawartości włókna surowego w suszu paszowym próbkę analityczną suszu paszowego gotuje się kolejno w roztworach kwasu siarkowego(VI) i wodorotlenku potasu, o stężeniach określonych poniżej. Pozostałość oddziela się na filtrze ze szklanym spiekem, przemywa, suszy i spopieła w temperaturze od 475 do 500°C. Ubytek masy po spopiełnieniu odpowiada zawartości włókna surowego w badanej próbce.

1. Odczynniki używane przy wykonywaniu badania:

- 1) kwas siarkowy(VI) o stężeniu  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,13 \text{ mol/l}$ ,
- 2) środek przeciwpieniący (np. n-oktanol),
- 3) materiał filtracyjny (ziemia okrzemkowa lub jej odpowiednik) wyprażony w temperaturze  $500^\circ\text{C}$  przez cztery godziny,
- 4) aceton,
- 5) kwas chlorowodorowy (solny) o stężeniu  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$ ,
- 6) roztwór wodorotlenku potasu o stężeniu  $c(\text{KOH}) = 0,23 \text{ mol/l}$ .

2. Aparatura i sprzęt laboratoryjny używany przy wykonywaniu badania:

- 1) zestaw grzewczy do gotowania w roztworach kwasu siarkowego(VI) lub wodorotlenku potasu z podstawką pod tygiel filtracyjny, rurką odprowadzającą z kranem i wylewką, przyłączoną do pompy próżniowej; przed użyciem zestaw grzewczy przemywa się wrzącą wodą przez 5 minut,
- 2) tygiel filtracyjny szklany ze spiekami o porach od 40 do  $90 \mu\text{m}$ , który przed pierwszym użyciem wygrzewa się w temperaturze  $500^\circ\text{C}$  przez 5 minut, a następnie schładza,
- 3) cylinder o pojemności co najmniej 270 ml, z chłodnicą zwrotną, przystosowany do gotowania,
- 4) suszarka z termostatem,
- 5) piec muflowy z termostatem,
- 6) zestaw do zimnej ekstrakcji, w którego skład wchodzi:
  - a) stojak do tygla filtracyjnego,
  - b) odłączana rurka z zaworem do pompy próżniowej i wylewką,
- 7) pierścienie łączące tygiel filtracyjny z zestawem grzewczym, cylindrem do gotowania i zestawem do zimnej ekstrakcji,
- 8) eksykator z płytką z perforowanego metalu lub porcelanową, zawierający efektywny czynnik suszący,
- 9) zlewki o pojemności 500 ml.

3. Sposób postępowania:

- 1) dwie próbki analityczne suszu paszowego o masie 1 g każda odważa się z dokładnością do 0,001 g i umieszcza w tyglach filtracyjnych, dodając do nich po 1 g materiału filtracyjnego w postaci ziemi okrzemkowej lub jej odpowiednika; oznaczenie zawartości włókna surowego w tych próbkach wykonuje się równolegle,

- 2) zestawy grzewcze do gotowania w roztworach kwasu siarkowego(VI) lub wodorotlenku potasu łączy się za pomocą pierścieni łączących z tyglami filtracyjnymi i z cylindrami,

- 3) do cylindrów połączonych z tyglami filtracyjnymi wlewa się po 150 ml wrzącego kwasu siarkowego(VI); w przypadku nadmiernego pienienia dodaje się po kilka kropli środka przeciwpieniącego,

- 4) ciecz doprowadza się do wrzenia w ciągu 3—7 minut i gotuje przez 30 minut,

- 5) otwiera się krany w rurkach odprowadzających i odsąca kwas siarkowy(VI) pod próżnią przez tygle filtracyjne, a pozostałości przemywa trzykrotnie porcjami wrzącej wody o objętości 30 ml, upewniając się, że pozostałości są odsączone do sucha po każdym przemyciu; w następnej kolejności krany w rurkach odprowadzających zamyka się, a następnie do cylindrów połączonych z tyglami filtracyjnymi wlewa się po 150 ml wrzącego roztworu wodorotlenku potasu i dodaje po kilka kropli środka przeciwpieniącego,

- 6) ciecz doprowadza się do wrzenia w ciągu 3—7 minut i gotuje przez 30 minut, a następnie przesącza i powtarza przemywanie, tak jak po gotowaniu z kwasem siarkowym(VI); jeżeli po gotowaniu roztwory o odczynie kwaśnym lub zasadowym są zbyt wolno przez spiek tygla filtracyjnego, przepuszcza się sprężone powietrze przez rurki odprowadzające zestawów grzewczych, przyspieszając w ten sposób sączenie,

- 7) po ostatnim przemywaniu i suszeniu odłącza się tygle filtracyjne, wraz z zawartością, od cylindrów i ponownie łączy się je z zestawami do zimnej ekstrakcji; do zestawów podłącza się pompy próżniowe, a pozostałość znajdującą się w tyglach filtracyjnych przemywa kolejno trzema porcjami acetonu o objętości 25 ml, upewniając się, że po każdym przemyciu osady zostały odsączone do sucha,

- 8) tygle filtracyjne, wraz z zawartością, suszy się w suszarce z termostatem, w temperaturze  $130^\circ\text{C}$ , do uzyskania stałej masy; po każdym suszeniu tygle filtracyjne, wraz z zawartością, pozostawia się do schłodzenia w eksykatorze, niezwłocznie waży, a następnie umieszcza w piecu muflowym i spopiepla ich zawartość w temperaturze od  $475$  do  $500^\circ\text{C}$  co najmniej przez 30 min., aż do uzyskania stałej masy; po każdym spopieleniu tygle filtracyjne, wraz z zawartością, schładza się w piecu muflowym, następnie w eksykatorze, a po schłodzeniu waży,

- 9) jeżeli kilka tygli filtracyjnych jest połączonych w jeden zestaw grzewczy, nie jest konieczne wykonywanie dwóch powtórzeń badania próbek analitycznych suszu paszowego na zawartość włókna surowego.

4. W celu sprawdzenia dokładności oznaczania wykonuje się próbę ślepą, powtarzając wszystkie czynności w sposób opisany w ust. 3, bez użycia badanej

próbki analitycznej suszu paszowego. Ubytek masy po spopieleniu zawartości tygla filtracyjnego nie może przekraczać 4 mg.

#### 5. Obliczanie wyników:

- 1) zawartość włókna surowego w próbce analitycznej suszu paszowego oblicza się w procentach według wzoru:

$$\frac{(b - c) \cdot 100}{a}$$

gdzie:

- a* — oznacza masę próbki analitycznej w gramach,  
*b* — oznacza ubytek masy próbki analitycznej po spopieleniu w gramach,  
*c* — oznacza ubytek masy próby ślepej po spopieleniu w gramach,
- 2) różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami zawartości włókna surowego w tej samej próbce nie może przekraczać:
- a) 0,3 wartości bezwzględnej, przy zawartości włókna surowego mniejszej niż 10%,  
b) 3% wartości względnej w stosunku do większego wyniku, przy zawartości włókna surowego równej 10% lub większej.

#### E. Badanie suszu paszowego na zawartość popiołu nierozpuszczalnego w kwasie chlorowodorowym (solnym)

W celu zbadania próbki suszu paszowego na zawartość popiołu nierozpuszczalnego w kwasie chlorowodorowym (solnym), popiół uzyskany po spaleniu próbki analitycznej suszu paszowego gotuje się w kwasie chlorowodorowym (solnym), odsącza i waży nierozpuszczalne pozostałości.

#### 1. Odczynniki używane przy wykonywaniu badania:

- 1) kwas chlorowodorowy (solny) — roztwór o stężeniu  $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/l}$ ,  
2) kwas trichlorooctowy — roztwór o stężeniu 20 g w 100 ml wody,  
3) kwas trichlorooctowy — roztwór o stężeniu 1 g w 100 ml wody.

#### 2. Aparatura i sprzęt laboratoryjny używany przy wykonywaniu badania składa się:

- 1) z płytki grzejnej,  
2) z elektrycznego pieca muflowego z termostatem,  
3) z tygli do spopielenia platynowych lub ze stopu platyny i złota (10% Pt, 90% Au): prostokątnych o wymiarach 60 mm x 40 mm x 25 mm lub okrągłych o średnicy od 60 do 75 mm i wysokości od 20 do 25 mm,  
4) z eksykatora z płytką z perforowanego metalu lub porcelanową, zawierającego efektywny czynnik suszący,

- 5) ze zlewki o pojemności od 250 do 400 ml.

#### 3. Sposób postępowania:

- 1) do dwóch tygli do spopielenia, uprzednio wyprażonych i zważonych, odważa się dwie próbki analityczne suszu paszowego o masie 5 g, z dokładnością do 1 mg; oznaczanie zawartości popiołu nierozpuszczalnego w kwasie chlorowodorowym (solnym) wykonuje się równolegle,  
2) tygla do spopielenia wraz z próbkami analitycznymi suszu paszowego umieszcza się na płytkach grzejnych i ogrzewa stopniowo, aż do zwęglenia tych próbek, a następnie wkłada się je do pieca o temperaturze nie niższej niż 550°C i nie wyższej niż 700°C,  
3) zawartość tygli do spopielenia spopiela się do uzyskania popiołu o barwie białej, jasnoszarej lub czerwonej; następnie tygla do spopielenia umieszcza się w eksykatorze, pozostawia do schłodzenia i waży; uzyskany wynik ważenia wykorzystuje się do obliczenia zawartości popiołu nierozpuszczalnego w kwasie chlorowodorowym (solnym) w próbce analitycznej suszu paszowego,  
4) do popiołu dodaje się 75 ml kwasu chlorowodorowego (solnego), a uzyskany roztwór przenosi się do zlewki o pojemności od 250 do 400 ml, którą powoli podgrzewa się; roztwór w zlewie łagodnie gotuje się przez 15 minut, a następnie przesącza się go przez sączek bezpopiołowy i przemywa pozostałość popiołu na sączku gorącą wodą, aż do całkowitego usunięcia resztek kwasu; jeżeli sączenie przez sączek bezpopiołowy przebiega bardzo powoli, 50 ml kwasu chlorowodorowego (solnego) zastępuje się 50 ml kwasu trichlorooctowego o stężeniu 20 g w 100 ml wody i przemywa się sączek gorącym roztworem tego kwasu o stężeniu 1 g w 100 ml wody,  
5) sączek z pozostałością popiołu nierozpuszczalnego w kwasie chlorowodorowym (solnym) suszy się i spopiela w uprzednio zważonym tygla do spopielenia, w temperaturze od 550 do 700°C; tygiel do spopielenia, wraz z zawartością, schładza się w eksykatorze i waży.

#### 3. Obliczanie wyników:

zawartość popiołu nierozpuszczalnego w kwasie chlorowodorowym (solnym) w próbce analitycznej suszu paszowego oblicza się w procentach według wzoru:

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{a}$$

gdzie:

- $m_1$  — oznacza masę tygla do spopielenia wraz z popiołem nierozpuszczalnym w kwasie chlorowodorowym (solnym) w gramach,  
 $m_0$  — oznacza masę tygla do spopielenia w gramach,  
*a* — oznacza masę próbki analitycznej suszu paszowego w gramach.