

PŘÍLOHA III

METODY ZKOUŠENÍ PRO KONTROLU SLOŽENÍ KRMNÝCH SUROVIN A KRMNÝCH SMĚSÍ

A. STANOVENÍ OBSAHU VLHKOSTI

1. Účel a rozsah

Tato metoda umožňuje stanovení obsahu vlhkosti v krmivech. V případě, že krmivo obsahuje těkavé látky, např. organické kyseliny, je třeba si uvědomit, že spolu s obsahem vlhkosti se stanoví i značné množství těkavých látek.

Nevztahuje se na zkoušení mléčných výrobků jako krmných surovin, zkoušení minerálních látek a směsí, které jsou tvořeny převážně minerálními látkami, zkoušení živočišných a rostlinných tuků a olejů ani na zkoušení olejnatých semen a plodů.

2. Princip

Vzorek se suší za předepsaných podmínek, které závisí na druhu krmiva. Úbytek hmotnosti se stanoví vázkově. U pevných krmiv s vysokým obsahem vlhkosti je nutné provést předsoušení.

3. Přístroje a pomůcky

- 3.1 Laboratorní mlýnek z materiálu, který neabsorbuje vlhkost, snadno se čistí, umožňuje rychlé a rovnoměrné rozemletí, aniž by došlo ke ztelnému ohřevu, pokud možno zabraňuje kontaktu s okolním vzduchem a který odpovídá požadavkům uvedeným v bodech 4.1.1 a 4.1.2 (např. úderové křížové mikromlýnky, vodou chlazené mikromlýnky, rozebíratelné kuželové mlýnky, mlýnky s pomalým chodem a drtiče s ozubenými kolečky).
- 3.2 Analytická váha s přesností na 1 mg.
- 3.3 Vysoušečky z nekorodujícího kovu nebo ze skla, se vzduchotěsně uzavíratelnými víčky; užítková plocha umožňující rozprostření 0,3 g zkoušeného vzorku na 1 cm².
- 3.4 Elektrická laboratorní sušárna (± 2 °C), která zaručuje rychlou regulaci teploty a je vybavena kvalitním větráním⁽¹⁾.
- 3.5 Elektricky vyhřívaná vakuová sušárna s regulací teploty a olejovým čerpadlem, která je vybavena buď zařízením pro přívod teplého a suchého vzduchu nebo vysoušecím prostředkem (např. oxidem vápenatým).
- 3.6 Exsikátor se silnou perforovanou deskou z kovu nebo porcelánu, který obsahuje účinný vysoušecí prostředek.

4. Postup

Poznámka: Postupy uvedené v tomto bodě musí být provedeny ihned po otevření obalů vzorků. Zkouška musí být provedena nejméně dvakrát.

4.1 Příprava

4.1.1 Krmiva mimo krmiva uvedená v bodech 4.1.2 a 4.1.3

Odebere se minimálně 50 g vzorku. Pokud je to nutné, vzorek se rozemele takovým způsobem, aby nedošlo ke změně obsahu vlhkosti (viz bod 6).

4.1.2 Obiloviny a krupky

Odebere se minimálně 50 g vzorku. Toto množství se rozemele tak, aby alespoň 50 % částic prošlo sítím s oky o velikosti 0,5 mm a zbytek na síti s kulatými oky velikosti 1 mm byl maximálně 10 %.

⁽¹⁾ Laboratorní sušárna určená pro sušení obilí, mouky, krup a krupice musí mít takovou tepelnou kapacitu, aby, pokud je nastavena na teplotu 131 °C, této teploty opět dosáhla v době kratší než 45 minut poté, co byl do sušárny umístěn maximální počet zkoušených vzorků, které se mají sušit současně. Větrání musí být takové, že když se všechny vzorky pšenice obecné, které může sušárna pojmout, současně suší po dobu dvou hodin, vykazují s ohledem na výsledky čtyřhodinového sušení rozdíl, který je nižší než 0,15 %.

- 4.1.3 Tekutá nebo pastovitá krmiva a krmiva, která jsou složena převážně z tuků
- Odebere se 25 g vzorku s přesností na 10 mg, smíchá se s odpovídajícím množstvím předem vysušeného písku zváženého s přesností na 10 mg, až vznikne homogenní hmota.
- 4.2 Sušení
- 4.2.1 Krmiva mimo krmiva uvedená v bodech 4.2.2 a 4.2.3
- Vysoušečka s víčkem (3.3) se zváží s přesností na 1 mg. Do předem zvážené vysoušečky se naváží asi 5 g vzorku s přesností na 1 mg a rovnoměrně se rozprostře. Vysoušečka se po sejmutí víčka umístí do laboratorní sušárny předehřáté na 103 °C. Aby se zabránilo příliš rychlému poklesu teploty, je třeba vložit vysoušečku do sušárny co nejrychleji. Sušení probíhá 4 hodiny, přičemž doba sušení se počítá od okamžiku, kdy teplota v laboratorní sušárně opět dosáhla 103 °C. Potom se vysoušečka uzavře víčkem, vyjme ze sušárny, nechá vychladnout 30–45 minut v exsikátoru (3.6) a nakonec se zváží s přesností na 1 mg.
- U krmiv, která se skládají převážně z olejů a tuků, se suší ještě dalších 30 minut při teplotě 130 °C a znovu se zváží. Rozdíl mezi těmito dvěma váženími nesmí být větší než 0,1 % vlhkosti.
- 4.2.2 Obiloviny, mouka, kroupy a krupice
- Vysoušečka s víčkem (3.3) se zváží s přesností na 0,5 mg. Do předem zvážené vysoušečky se naváží asi 5 g rozemletého vzorku s přesností na 1 mg a rovnoměrně se rozprostře. Vysoušečka se po sejmutí víčka umístí do laboratorní sušárny předehřáté na 130 °C. Aby se zabránilo příliš rychlému poklesu teploty, je třeba vložit vysoušečku do sušárny co nejrychleji. Sušení probíhá 2 hodiny, přičemž doba sušení se počítá od okamžiku, kdy teplota v laboratorní sušárně opět dosáhla 130 °C. Potom se vysoušečka uzavře víčkem, vyjme ze sušárny, nechá vychladnout 30–45 minut v exsikátoru (3.6) a nakonec se zváží s přesností na 1 mg.
- 4.2.3 Krmné směsi s obsahem sacharózy nebo laktózy vyšším než 4 %: krmné suroviny jako šrot ze svatojánského chleba, hydrolyzované vedlejší výrobky z obilovin, sladový květ, cukrovarnické řízky, rybí vývar, cukr solubles; krmné směsi s více než 25 % minerálních látek obsahujících krystalickou vodu.
- Vysoušečka s víčkem (3.3) se zváží s přesností na 0,5 mg. Do předem zvážené vysoušečky se naváží asi 5 g vzorku s přesností na 1 mg a rovnoměrně se rozprostře. Vysoušečka se po sejmutí víčka umístí do laboratorní vakuové sušárny (3.5) předehřáté na 80–85 °C. Aby se zabránilo příliš rychlému poklesu teploty, je třeba vložit vysoušečku do sušárny co nejrychleji.
- Tlak se upraví na 100 torrů a vzorek se suší při tomto tlaku 4 hodiny buď pomocí přívodu horkého a suchého vzduchu, nebo pomocí vysoušecího prostředku (přibližně 300 g na 20 vzorků). V tomto druhém případě se přeruší spojení s vakuovou pumpou, jakmile bylo dosaženo předepsaného tlaku. Doba sušení se počítá od okamžiku, kdy bylo v laboratorní sušárně opět dosaženo teploty 80–85 °C. Potom se tlak v sušárně opatrně upraví zpět na atmosférický tlak. Po otevření vakuové laboratorní sušárny se vysoušečka ihned uzavře víčkem, vyjme ze sušárny, nechá vychladnout 30–45 minut v exsikátoru (3.6) a nakonec se zváží s přesností na 1 mg. Vysoušečka se suší dalších 30 minut ve vakuové laboratorní sušárně při teplotě 80–85 °C a znovu se zváží. Rozdíl mezi těmito dvěma váženími nesmí být větší než 0,1 % vlhkosti.
- 4.3 Předsoušení
- 4.3.1 Krmiva mimo krmiva uvedená v bodě 4.3.2
- Pevná krmiva s vysokým obsahem vlhkosti, která způsobuje obtíže při mletí, se musí předsoušet takto:
- Naváží se 50 g *nerozemletého* vzorku s přesností na 10 mg (v případě potřeby se provede hrubé rozemletí u lisovaných krmiv nebo u krmiv v kusech) do vhodné nádoby (např. do hliníkové misky 20 × 12 cm s okrajem 0,5 cm). Suší se v laboratorní sušárně při teplotě 60–70 °C až do snížení obsahu vlhkosti na hodnotu 8–12 %. Vysoušečka se vyjme ze sušárny, nechá se 1 hodinu volně chladit a pak se zváží s přesností na 10 mg. Podle druhu krmiva se pak rozeeme způsobem uvedeným v bodě 4.1.1 a suší způsobem uvedeným v bodě 4.2.1 nebo 4.2.3.
- 4.3.2 Obiloviny
- Zrna, jejichž obsah vlhkosti je vyšší než 17 %, se musí předsoušet takto:

Do vhodné nádoby (např. do hliníkové misky 20 × 12 cm s okrajem 0,5 cm) se naváží 50 g nerozemletých zrn s přesností na 10 mg. Suší se v laboratorní sušárně po dobu 5–7 minut při teplotě 130 °C. Vyjme se ze sušárny, nechá se 2 hodiny volně chladit a pak se zváží s přesností na 10 mg. Pak se ihned rozemele způsobem uvedeným v bodě 4.1.2 a suší způsobem uvedeným v bodě 4.2.2.

5. Výpočet a vyjádření výsledků

Obsah vlhkosti (X) jako procento vzorku se vypočte podle následujícího vzorce:

5.1 Sušení bez předsoušení

$$X = \frac{(m - m_0)}{m} \times 100$$

kde:

m = počáteční hmotnost zkoušeného vzorku v gramech
m₀ = hmotnost sušeného zkoušeného vzorku v gramech.

5.2 Sušení s předsoušením

$$X_p = \left[\frac{(m_2 - m_0) \times m_1}{m_2} + m - m_1 \right] \times \frac{100}{m} = 100 \times \left(1 - \frac{m_1 \times m_0}{m \times m_2} \right)$$

kde:

m = počáteční hmotnost zkoušeného vzorku v gramech
m₁ = hmotnost zkoušeného vzorku po předsoušení v gramech
m₂ = hmotnost zkoušeného vzorku po rozemletí nebo rozmělnění v gramech
m₀ = hmotnost sušeného zkoušeného vzorku v gramech.

5.3 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou paralelních stanovení obsahu vlhkosti provedených na stejném vzorku nesmí překročit absolutní hodnotu vlhkosti 0,2 %.

6. Poznámka

Pokud je nutné provést rozemletí vzorku a pokud se na základě toho musí počítat se změnou obsahu vlhkosti materiálu, je nutno korigovat výsledky zkoušky jednotlivých složek krmiva podle obsahu vlhkosti vzorku v jeho původním stavu.

B. STANOVENÍ OBSAHU VLHKOSTI V ŽIVOČIŠNÝCH A ROSTLINNÝCH TUCÍCH A OLEJÍCH

1. Účel a rozsah

Tato metoda umožňuje stanovení obsahu vody a těkavých látek v živočišných a rostlinných tucích a olejích.

2. Princip

Vzorek se vysuší do konstantní hmotnosti při 103 °C (úbytek hmotnosti mezi dvěma po sobě následujícími váženími musí být maximálně 1 mg). Úbytek hmotnosti se stanoví vázkově.

3. Přístroje a pomůcky

- 3.1 Miska s plochým dnem z nekorodujícího materiálu, průměr 8–9 cm a výška asi 3 cm.
- 3.2 Rtuťový teploměr se zesílením na vrcholu a expanzní trubici na horním konci, se stupnicí asi od 80 °C alespoň do 110 °C, asi 10 cm dlouhý.
- 3.3 Písková lázeň nebo elektrická topná deska.