	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti a těkavých látek	Vydání	2
		Revize	0

STANOVENÍ OBSAHU VLHKOSTI A TĚKAVÝCH LÁTEK

1 Rozsah a účel

Tato metoda umožňuje stanovení obsahu vlhkosti a těkavých látek v krmivech, živočišných a rostlinných tucích a olejích, olejnatých semenech a olejninách.

Nevztahuje se na stanovení vlhkosti mléčných výrobků jako krmných surovin a na zkoušení minerálních látek a směsí, které se skládají převážně z minerálních látek.

2 Princip


Vzorek se suší za předepsaných podmínek, které závisejí na druhu krmiva. Zjišťuje se úbytek hmotnosti. Pevná krmiva s vysokým obsahem vlhkosti je nutné předsušit.

3 Chemikálie

1 Písek mořský, suchý, čistý a vyžíhaný nebo křemičitý písek vyvařený v kyselině chlorovodíkové, promytý, vysušený, prosátý a vyžíhaný.

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Laboratorní mlýnek (poznámka 1).
- 2 Analytické váhy s přesností 0,001 g.
- 3 Vysoušečky z nekorodujícího kovu nebo skla se vzduchotěsně uzavíratelnými víčky; užítková plocha musí umožňovat rozprostřít 0, 3 g vzorku na 1 cm².
- 4 Elektrická laboratorní sušárna (± 2 °C), která zaručí rychlou regulaci teploty a která umožní kvalitní odvětrání vlhkosti (poznámka 2).
- 5 Elektrická vakuová sušárna s regulací teploty a s olejovým čerpadlem, která je vybavena buď zařízením pro přívod teplého a suchého vzduchu nebo vysoušecím prostředkem (např. oxid vápenatý).
- 6 Exsikátor se silnou perforovanou deskou z kovu nebo porcelánu, který obsahuje účinný vysoušecí prostředek.
- 7 Rtuťový teploměr se zesílením na vrcholu, dělený asi od 80 °C nejméně do 110 °C, asi 10 cm dlouhý.
- 8 Písková lázeň nebo elektrická topná deska.
- 9 Struhadlo mechanické nebo ruční.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti a těkavých látek	Vydání	2
		Revize	0

Poznámky

- Laboratorní mlýnek musí být z materiálu, který neabsorbuje vlhkost, snadno se čistí a umožňuje rychlé a rovnoměrné rozemletí, aniž by došlo ke znatelnému ohřátí vzorku.*
- Laboratorní sušárna určená pro sušení obilí, mouky, krup a krupice má mít takovou tepelnou kapacitu, aby při nastavení na teplotu 131 °C této teploty opět dosáhla v době kratší než 45 min poté, kdy je do sušárny současně umístěn maximální počet vzorků, které se mají sušit. Větrání má být takové, aby všechny vzorky měkké pšenice, které se do sušárny vejdou a společně se suší po dobu 2 h, vykazovaly po 4hodinovém sušení hmotnostní rozdíl, který je nižší než 0,15 %.*

5 Postup

5.1 Úprava vzorku

Úprava vzorků se provádí podle ČSN EN ISO 6498 Krmiva - Pokyny pro přípravu vzorku a JPP 60010.1 Postupy úprav zkušebních vzorků jednotlivých druhů krmiv.

5.1.1 Krmiva, mimo krmiva uvedená v 5.1.2 a 5.1.3

Odebere se minimálně 50 g vzorku, a pokud je to nutné, vzorek se rozemele takovým způsobem, aby nedošlo ke změně obsahu vlhkosti (poznámka 3).

5.1.2 Obiloviny, obilný šrot, mouka, kroupy a krupice

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

5.1.3 Tekutá nebo pastovitá krmiva a krmiva, která jsou složena převážně z tuků


Odebere se 25 g vzorku s přesností na 0,01 g, smíchá se s odpovídajícím množstvím předem vysušeného písku (1), zváženého s přesností na 0,01 g, až vznikne homogenní hmota.

5.1.4 Olejnatá semena a olejniny

Pro zkoušku se použije vzorek tak, jak byl získán nebo po odstranění nečistot. Pokud se pracuje se vzorkem, ze kterého byly předem odstraněny velké neolejnaté částice, je nutno to zohlednit při výpočtu (viz. 6.3).

Vzorek semeno kopry se upravuje mechanickým struhadlem celý nebo ručním struhadlem v takovém množství, aby byl co nejvíce reprezentativní. Délka částic může být větší než 2 mm, ale nemá být větší než 5 mm. Částice je nutno promíchat a zkoušku provést bez prodlení.

Vzorek semen střední velikosti (podzemnice, sója apod.), kromě semen saflóru (světlíce barvířská), slunečnice a bavlníku s přilehlými vlákny, se šrotuje v mechanickém mlýnku, který byl před použitím dobře vyčištěn, tak dlouho, dokud hlavní rozměr částic neklesne pod 2 mm. Větší částice (přibližně jedna dvacetina vzorku) se vyřadí, zbytek se pečlivě promíchá a stanovení vlhkosti a těkavých látek se provede bez prodlení.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti a těkavých látek	Vydání	2
		Revize	0

Malá semena (len, řepka, konopí apod.) stejně jako semena saflóru, slunečnice či bavlníku se zkouší bez předchozího mletí (v původním stavu).

Poznámky

3 *Pokud je nutné provést rozemletí vzorku a pokud se na základě toho musí počítat se změnou obsahu vlhkosti materiálu, je nutno přepočítat výsledky stanovení ostatních složek na obsah vlhkosti původního vzorku.*

5.2 Předsoušení

5.2.1 Krmiva, mimo krmiva uvedená v bodě 5.2.2

Pevná krmiva s vysokým obsahem vlhkosti, která způsobuje obtíže při mletí, se musejí předsoušet.

50 g nerozemletého vzorku se naváží s přesností na 0,01 g do vhodné nádoby, např. hliníková miska (20 × 12) cm s 0,5cm okrajem (poznámka 4). Suší se v laboratorní sušárně při teplotě 60 °C až 70 °C, až do snížení obsahu vlhkosti na 8 % až 12 %. Vysoušečka se vyjme ze sušárny, nechá se 1 h volně chladit a pak se zváží s přesností na 0,01 g. Podle druhu krmiva se pak vzorek rozele způsobem uvedeným v bodě 5.1.1 a suší způsobem uvedeným v bodě 5.3.1 nebo 5.3.3.

5.2.2 Obiloviny

Zrna s vlhkostí vyšší než 17,0 %, se musejí předsoušet.

Do vhodné nádoby, např. hliníkové misky (20 × 12) cm s 0,5cm okrajem, se naváží 50 g nerozemletých zrn s přesností na 0,01 g. Suší se v atmosférické laboratorní sušárně po dobu 5 min až 7 min při teplotě 130 °C. Vyjme se ze sušárny a nechá se 2 h volně chladit a pak se zváží s přesností na 0,01 g. Pak se ihned rozele způsobem uvedeným v bodě 5.1.2 a suší způsobem uvedeným v bodě 5.3.2.


Poznámky

4 *Pokud je to nutné, lisovaná krmiva nebo krmiva v kusech se hrubě rozemelou.*

5.3 Sušení

5.3.1 Krmiva, mimo krmiva uvedená v bodech 5.3.2 a 5.3.3

Vysoušečka s víčkem se zváží s přesností na 0,001 g. Do předem zvážené vysoušečky se naváží asi 5 g vzorku s přesností na 0,001 g a rovnoměrně se rozprostře. Vysoušečka se po sejmutí víčka umístí do atmosférické laboratorní sušárny predehřáté na teplotu (103 ± 2) °C. Aby se zabránilo příliš velkému poklesu teploty, je třeba vkládat vysoušečky do sušárny co nejrychleji. Suší se 4 h, přičemž doba sušení se počítá od okamžiku, kdy teplota v laboratorní sušárně opět dosáhne 103 °C. Potom se vysoušečka uzavře víčkem, vyjme ze sušárny a nechá se vychladnout 30 min až 40 min v exsikátoru. Poté se vysoušečka zváží s přesností na 0,001 g. Suší se do konstantní hmotnosti, proto v případech, kde je to nutné, se otevřená vysoušečka se vzorkem vloží opět do atmosférické sušárny a suší se dalších 30 min při (103 ± 2) °C. Následně se vyjme ze sušárny a nechá vychladnout 30 min až 40 min v exsikátoru a opět se zváží s přesností na

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti a těkavých látek	Vydání	2
		Revize	0

0,001 g, aby se zjistilo, zda je dosažená hmotnost konstantní. Rozdíl mezi těmito dvěma váženými nesmí být více než 0,1 %. V případě vyššího rozdílu se 30minutové sušení ještě opakuje.

Olejnate a tučné vzorky se suší ještě dalších 30 min při teplotě $(130 \pm 2) ^\circ\text{C}$ a znovu se zváží. Rozdíl mezi těmito dvěma váženými nesmí být více než 0,1 %.

5.3.2 Obiloviny, obilný šrot, mouka, kroupy a krupice

Vysoušečka s víčkem se zváží s přesností na 0,001 g. Do předem zvážené vysoušečky se naváží asi 5 g vzorku s přesností na 0,001 g a rovnoměrně se rozprostře. Vysoušečka se po sejmutí víčka umístí do atmosférické laboratorní sušárny předehřáté na teplotu $130 ^\circ\text{C}$. Aby pokles teploty laboratorní sušárny nebyl příliš rychlý, je nutno vysoušečku do sušárny umístit co nejrychleji. Suší se 2 h, přičemž doba sušení se počítá od okamžiku, kdy teplota v laboratorní sušárně opět dosáhne $130 ^\circ\text{C}$. Po otevření sušárny se vysoušečka ihned uzavře víčkem, vyjme ze sušárny a nechá se vychladnout 30 min až 40 min v exikátoru a nakonec se zváží s přesností na 0,001 g. Suší se do konstantní hmotnosti podle postupu 5.3.1.

5.3.3 Krmné směsi s obsahem sacharózy nebo laktózy vyšším než 4 % a krmné suroviny jako šrot ze svatojánského chleba, hydrolyzované vedlejší výrobky z obilovin, sladový květ, cukrovarnické řízky, rybí vývar, cukr solubles a krmné směsi s více než 25 % minerálních látek obsahujících krystalickou vodu


Vysoušečka s víčkem se zváží s přesností na 0,001 g. Do předem zvážené vysoušečky se naváží asi 5 g vzorku s přesností na 0,001 g a rovnoměrně se rozprostře. Vysoušečka se po sejmutí víčka umístí do laboratorní vakuové sušárny předehřáté na $(80 - 85) ^\circ\text{C}$. Aby pokles teploty laboratorní sušárny nebyl příliš rychlý, je nutno vysoušečku do sušárny umístit co nejrychleji.

Tlak se upraví na 100 torrů a vzorek se suší při tomto tlaku 4 h buď pomocí přívodu horkého a suchého vzduchu nebo pomocí vysoušecího prostředku (přibližně 300 g na 20 vzorků). V posledním případě se přeruší spojení s vakuovou pumpou, jakmile je dosaženo předepsaného tlaku. Doba sušení se počítá od okamžiku, kdy bylo v laboratorní sušárně opět dosaženo teploty $(80 - 85) ^\circ\text{C}$. Po uplynutí doby sušení se tlak v sušárně opatrně upraví na atmosférický. Po otevření vakuové laboratorní sušárny se vysoušečka ihned uzavře víčkem, vyjme ze sušárny a nechá se vychladnout 30 min až 40 min v exsikátoru a nakonec zváží s přesností na 0,001 g. Suší se do konstantní hmotnosti, proto v případech, kde je to nutné, se otevřená vysoušečka se vzorkem vloží opět do vakuové sušárny, suší se dalších 30 minut při teplotě $(80-85) ^\circ\text{C}$, následně se nechá vychladnout a znovu zváží. Rozdíl mezi těmito dvěma váženými nesmí být vyšší než 0,1 %.

5.3.4 Živočišné tuky a rostlinné oleje

Vysoušečka s 15 g až 20 g písku (1) a krátkou skleněnou tyčinkou se suší v sušárně při $130 ^\circ\text{C}$ asi 30 min, pak se vyjme a vloží do exsikátoru a po vychladnutí se zváží s přesností na 0,001 g. Potom se do ní opět s přesností na 0,001 g naváží asi 3 g důkladně zhomogenizovaného vzorku a suší se v sušárně při $105 ^\circ\text{C}$. Během sušení se obsah vysoušečky několikrát promíchá skleněnou tyčinkou.

Úbytek hmotnosti se kontroluje poprvé za 1 h a dále v půlhodinových intervalech až do dosažení konstantní hmotnosti, což znamená, dokud není úbytek hmotnosti mezi dvěma následujícími váženými nižší než 2 mg (poznámka 5).

	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti a těkavých látek	Vydání	2
		Revize	0

5.3.5 Olejnatá semena a olejniny

Vysoušečka se suší v atmosférické laboratorní sušárně při (103 ± 2) °C asi 30 min, vloží se do exsikátoru a po vychladnutí se přesně zváží. Potom se do ní s přesností 0,001 g naváží buď:

a) asi 5 g nastrohaného (kopra) nebo rozemletého vzorku (semena střední velikosti s výjimkou semen saflóru, slunečnice či bavlníku s přilehlými vlákny)

b) asi 5 až 10 g celých semen (malá semena a semena saflóru, slunečnice či bavlníku s přilehlými vlákny).

Vzorek se rovnoměrně rozprostře po celém dně vysoušečky a suší se v atmosférické laboratorní sušárně při (103 ± 2) °C. Po 3 h sušení se sušárna otevře, vysoušečka se vzorkem se ihned uzavře víčkem a vloží do exsikátoru (poznámka 6). Jakmile vysoušečka se vzorkem dosáhne laboratorní teploty, přesně se zváží. Vysoušečka bez víčka se znovu vloží do sušárny a celý postup s uzavřením, chlazením a vážením se opakuje po 1 h sušení za stejných podmínek. Pokud je při 5 g navážce rozdíl mezi dvěma váženími menší nebo roven 0,005 g, považuje se stanovení za ukončené. Pokud je rozdíl větší, pokračuje se v sušení.

Poznámky

- 5 *Zvýšení hmotnosti vzorku po opakovaném zahřívání je způsobeno oxidací tuku. V tomto případě se považuje za konečnou hmotnost z předchozího vážení.*
- 6 *Semena bavlníku s přilehlými vlákny se suší 12 h až 16 h.*

6 Výpočet a vyjádření výsledku

Obsah vlhkosti X vzorku v % se vypočte podle vztahu

6.1 Sušení bez předsoušení

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

kde E je počáteční hmotnost vzorku (navážka) v g,

m hmotnost vysušeného vzorku (vyvážka) v g.

Výsledky u vzorků tuků a olejů nižší než 0,05 % musejí být uváděny jako „nižší než 0,05 %“.


6.2 Sušení s předsušením

$$X = \left[\frac{(M' - m) \times M}{M'} + E - M \right] \times \frac{100}{E} = 100 \left(1 - \frac{M \times m}{E \times M'} \right),$$

kde E je počáteční hmotnost vzorku (navážka) v g,

M hmotnost vzorku po předsušení v g,

M' hmotnost rozemletého vzorku v g,

	Národní referenční laboratoř	Strana	6
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10001.1 – Stanovení obsahu vlhkosti a těkavých látek	Vydání	2
		Revize	0

m hmotnost vysušeného vzorku (vyvážka) v g.

6.3 Sušení olejnatých semen a olejnin. Pokud byly ze vzorku před zkouškou odstraněny velké neolejnaté částice (viz. 5.1.4), násobí se výsledek získaný podle 6.1 faktorem F

$$F = \frac{(100 - Y)}{100},$$

kde *Y* je obsah odstraněných velkých částic (nečistot) ze vzorku tak, jak byl získán, v %.

7 Literatura

- 1 Prováděcí nařízení komise ES č. 2024/771, s uplatněním přílohy III A, tohoto Nařízení.