

## PŘÍLOHA III

## „PŘÍLOHA III

## METODY ANALÝZY PRO KONTROLU SLOŽENÍ KRMNÝCH SUROVIN A KRMNÝCH SMĚSÍ

## A. STANOVENÍ OBSAHU VLHKOSTI

## 1. Účel a oblast použití

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

Tato metoda se nevztahuje na analýzu mléčných výrobků jako krmných surovin a krmných směsí, které jsou tvořeny převážně mléčnými výrobky, analýzu živočišných a rostlinných tuků a olejů ani na analýzu olejnatých semen a plodů.

Stanovení obsahu vlhkosti v olejnatých semenech se stanoví metodou uvedenou v normě EN ISO 665 (Stanovení vlhkosti a obsahu těkavých látek) s tím, že sójové boby musí být před stanovením obsahu vlhkosti rozemlety.

## 2. Princip

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

## 3. Přístroje

- 3.1. Laboratorní mlýnek z materiálu, který neabsorbuje vlhkost, snadno se čistí, umožňuje rychlé a rovnoměrné rozemletí, aniž by došlo ke znatelnému ohřevu, pokud možno zabraňuje kontaktu s okolním vzduchem a 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; uživatelská plocha umožňující rozprostření 0,3 g zkušební vzorku na jeden cm<sup>2</sup>.
- 3.4. Elektricky vyhřívaná izotermická sušárna ( $\pm 2$  °C), která zaručuje rychlou regulaci teploty a je vybavena kvalitním větráním <sup>(1)</sup>.
- 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: Úkony uvedené v tomto bodě musí být provedeny ihned po otevření obalů vzorků. Analýza musí být provedena nejméně dvakrát.

<sup>(1)</sup> 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 zkušebních 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 ve srovnání s výsledky čtyřhodinového sušení rozdíl, který je nižší než 0,15 %.

#### 4.1. Příprava

##### 4.1.1. Krmiva jiná než krmiva uvedená v bodech 4.1.2 a 4.1.3

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

##### 4.1.2. Obiloviny a kroupy

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 o velikosti 1 mm činil maximálně 10 %.

##### 4.1.3. Tekutá nebo pastovitá krmiva a krmiva, která jsou složena převážně z olejů a tuků

Odebere se přibližně 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

Vysoušečka (bod 3.3) s víčkem se suší v sušárně nastavené na 103 °C po dobu 30 minut  $\pm$  1 min. Ze sušárny se poté vytáhne a nechá se vychladnout na teplotu okolí v exsikátoru (bod 3.6).

##### 4.2.1. Krmiva jiná než krmiva uvedená v bodech 4.2.2 a 4.2.3

Vysoušečka s víčkem se zváží s přesností na 1 mg. Do předem zvážené vysoušečky se naváží přibližně 5 g vzorku s přesností na 1 mg a rovnoměrně se rozprostře. Vysoušečka se po sejmutí víčka umístí do sušárny předehřáté na 103 °C. Aby se zabránilo nežádoucímu poklesu teploty, je třeba vložit vysoušečku do sušárny co nejrychleji. Sušení probíhá čtyři hodiny, přičemž doba sušení se počítá od okamžiku, kdy teplota v sušárně opět dosáhla 103 °C. Po otevření vakuové laboratorní sušárny se vysoušečka ihned opět uzavře víčkem, vyjme ze sušárny, nechá vychladnout 30–45 minut v exsikátoru (bod 3.6) a nakonec se zváží s přesností na 1 mg.

U krmiv, která se převážně (> 50 %) skládají z olejů a tuků živočišného a rostlinného původu, se suší v sušárně ještě dalších 30 minut při teplotě 103 °C. Rozdíl mezi těmito dvěma váženími nesmí být větší než 0,1 % vlhkosti.

##### 4.2.2. Obiloviny, mouka, kroupy a krupice

Vysoušečka s víčkem se zváží s přesností na 0,5 mg. Do předem zvážené vysoušečky se naváží přibližně 5 g rozdrčeného vzorku s přesností na 1 mg a rovnoměrně se rozprostře. Vysoušečka se po sejmutí víčka umístí do sušárny předehřáté na 130 °C. Aby se zabránilo nežádoucímu poklesu teploty, je třeba vložit vysoušečku do sušárny co nejrychleji. Sušení probíhá dvě hodiny, přičemž doba sušení se počítá od okamžiku, kdy teplota v sušárně opět dosáhla 130 °C. Po otevření vakuové laboratorní sušárny se vysoušečka ihned opět uzavře víčkem, vyjme ze sušárny, nechá vychladnout 30–45 minut v exsikátoru (bod 3.6) a nakonec se zváží s přesností na 1 mg.

##### 4.2.3. Krmné směsi obsahující více než 4 % sacharózy nebo laktózy: krmné suroviny jako svatojánský chléb, hydrolyzované produkty z obilovin, sladový květ, sušené cukrovarnické řízký, rybí a cukerný vývar

Vysoušečka s víčkem se zváží s přesností na 0,5 mg. Do předem zvážené vysoušečky se naváží přibližně 5 g vzorku s přesností na 1 mg a rovnoměrně se rozprostře. Vysoušečka se po sejmutí víčka umístí do vakuové sušárny (bod 3.5) předehřáté na 80–85 °C. Aby se zabránilo nežádoucímu poklesu teploty, je třeba vložit vysoušečku do sušárny co nejrychleji.

Tlak se upraví na 100 torrů a vzorek se suší při tomto tlaku čtyři 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 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 opět uzavře víčkem, vyjme ze sušárny, nechá vychladnout 30–45 minut v exsikátoru (bod 3.6) a nakonec se zváží s přesností na 1 mg. Vysoušečka se suší dalších 30 minut ve vakuové sušárně při teplotě 80–85 °C a znovu se zváží. Rozdíl mezi těmito dvěma váženými nesmí být větší než 0,1 % vlhkosti.

#### 4.3. Předsoušení (částečné sušení)

Před jemným mletím je nezbytné „vlhká“ krmiva s hmotnostním podílem nižším než 85 % sušiny (např. pícniny, směsné krmné dávky, (ne)tekutá krmiva) částečně vysušit, aby bylo možné analyzovat jejich stabilní látky; u nestabilních látek není částečné sušení možné.

Částečné sušení lze provést buď za použití sušárny s nucenou cirkulací vzduchu či mikrovlnné sušárny, nebo mrazovým sušením. S výjimkou částečného sušení mrazovým sušením je cílem vysušit krmivo při zachování teploty vzorku pod 60 °C, aby bylo chemické složení co nejméně ovlivněno. Sušení při teplotách vyšších než 60 °C způsobuje chemické změny v krmivu (např. rozklad bílkovin). Vysušené krmivo se před měřením částečného obsahu sušiny nechá ekvilibrovat při laboratorní teplotě po dobu přibližně 15 minut, aby se minimalizovala potenciální změna vlhkosti, k níž může dojít při mletí a skladování. Sušením při teplotách nižších než 60 °C se z krmiva neodstraní veškerá voda; (počáteční) částečné sušení proto nepředstavuje celkovou sušinu daného krmiva. Po sušení se podvzorek rozeleme a analyzuje se na (konečnou) sušinu částečně sušeného vzorku (zbývající 3 % až 15 % vlhkosti), pokud se stanovují jiné chemické složky.

Proto se pro stanovení obsahu sušiny doporučuje dvoufázový postup. Nejprve se stanoví částečný obsah sušiny (pokud se jedná o méně než 85 % sušiny), poté se stanoví obsah zbývající sušiny na rozemletém zkušebním vzorku a částečný obsah sušiny se vynásobí obsahem zbývající sušiny, aby se stanovil celkový obsah sušiny.

### 5. Výpočet výsledků

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

#### 5.1. Sušení bez předsoušení

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

kde:

m = počáteční hmotnost zkušebního vzorku v gramech,

m<sub>0</sub> = hmotnost sušeného zkušebního vzorku v gramech.

#### 5.2. Sušení s předsoušením <sup>(2)</sup>

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

kde:

m = počáteční hmotnost zkušebního vzorku v gramech,

m<sub>1</sub> = hmotnost zkušebního vzorku po předsoušení v gramech,

m<sub>2</sub> = hmotnost zkušebního vzorku po rozdrcení nebo rozemletí v gramech,

m<sub>0</sub> = hmotnost sušeného zkušebního vzorku v gramech.

<sup>(2)</sup> Podrobnější informace o výpočtu jsou uvedeny v normě EN ISO 6498 – Krmiva – Pokyny pro přípravu vzorku.

### 5.3. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou paralelních stanovení provedených u téhož vzorku nesmí překročit 0,2 % absolutní hodnoty vlhkosti, s výjimkou vlhkého krmiva pro zvířata v zájmovém chovu a žvýkacích pamlsků pro psy, kde rozdíl nesmí překročit 0,5 % absolutní hodnoty vlhkosti.

### 6. Poznámka

Pokud je nutné vzorek rozdrtit a pokud se na základě toho musí počítat se změnou obsahu vlhkosti produktu, je nutno korigovat výsledky analýzy 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 oblast použití

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 vážením.

### 3. Přístroje

- 3.1. Miska s plochým dnem z nekorodujícího materiálu o průměru 8–9 cm a výšce přibližně 3 cm.
- 3.2. Rtuťový teploměr se zesílením na vrcholu a expanzní trubicí na horním konci, se stupnicí přibližně od 80 °C alespoň do 110 °C, přibližně 10 cm dlouhý.
- 3.3. Písková lázeň nebo elektrická topná deska.
- 3.4. Exsikátor s účinným vysoušecím prostředkem.
- 3.5. Analytické váhy.

### 4. Postup

Do misky (bod 3.1), předem vysušené a zvážené, opatřené teploměrem (bod 3.2) se naváží přibližně 20 g homogenizovaného vzorku s přesností na 1 mg. Zahřívá se na pískové lázni nebo na topné desce (bod 3.3) za stálého promíchávání teploměrem tak, aby teplota během asi 7 minut dosáhla 90 °C.

Zahřívání se snižuje a sleduje se intenzita tvorby bublin, které stoupají ode dna misky. Teplota nesmí přesáhnout 105 °C. V důkladném míchání ode dna misky se pokračuje, dokud se nepřestanou tvořit bubliny.

Během zahřívání se vzorek několikrát zahřeje na  $103 \pm 2$  °C a ochladí na 93 °C, aby se zajistilo úplné odstranění vlhkosti. Poté se nechá vychladnout na laboratorní teplotu v exsikátoru (bod 3.4) a zváží se. Tento postup se opakuje, dokud není dosaženo úbytku hmotnosti mezi dvěma po sobě následujícími váženími nepřesahujícího 2 mg.

Poznámka: Zvýšení hmotnosti vzorku po opakovaném zahřívání je způsobeno oxidací tuku; v tomto případě se výsledek vypočte z vážení provedeného bezprostředně před tím, než se hmotnost začala zvyšovat.

### 5. Výpočet výsledků

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

$$X = (m_1 - m_2) \times \frac{100}{m}$$