	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50010.1 – Stanovení obsahu vlhkosti	Vydání	1
		Revize	1

STANOVENÍ OBSAHU VLHKOSTI

1 Účel a rozsah

Postup je určen pro stanovení obsahu vlhkosti a těkavých látek v materiálu rostlinného původu.

2 Princip


Vzorek se suší do konstantní hmotnosti za předepsaných podmínek, které závisejí na typu analyzovaného materiálu. Vzorek se suší buď pomletý nebo tak, jak byl získán, tzn. celé semeno, zrno, případně pokud je požadováno, po odstranění nečistot ze vzorku. Rostlinný materiál s vysokým obsahem vlhkosti (např. ovoce, zelenina) je nutné předsušit.

3 Přístroje a pomůcky

- 1 Laboratorní mlýnek.
- 2 Analytické váhy s přesností nejméně 0,001 g.
- 3 Kovová miska (vysoušečka) vhodné velikosti, nekorodující za podmínek zkoušky, s dobře těsnícím víčkem. Užitková plocha musí umožňovat rozprostřít přibližně 0,3 g vzorku na 1 cm².
- 4 Elektrická laboratorní sušárna s automatickou regulací teploty v mezích ± 2 °C a s možností odvětrávání.
- 5 Exsikátor, obsahující účinnou vysoušecí látku.

Poznámky

- 1 *Laboratorní mlýnek musí být z materiálu, který neabsorbuje vlhkost, snadno se čistí a umožňuje rychlé a rovnoměrné rozemletí vzorku bez patrného vývinu tepla a s co nejmenším stykem meliva s okolním vzduchem.*
- 2 *Laboratorní sušárna určená pro sušení vzorků obilovin musí mít takovou tepelnou kapacitu, aby po nastavení na teplotu 130 °C a vložení maximálního počtu současně sušených zkušebních vzorků, bylo této teploty opět dosaženo nejpozději do 30 min.*
Větrání musí být takové, aby po vložení maximálního počtu zkušebních vzorků, které lze do sušárny vložit, a při sušení za teploty 130 °C, nebyl rozdíl mezi výsledky při sušení stejných zkušebních vzorků po dobu 2 h a potom další 1 h, větší než 0,15 g vlhkosti na 100 g vzorku.

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50010.1 – Stanovení obsahu vlhkosti	Vydání	1
		Revize	1

4 Postup

4.1 Příprava zkušebního vzorku

Příprava zkušebního vzorku, s ohledem na typ rostlinného materiálu, je podrobně popsána v JPP Úprava vzorků krmiv a rostlinného materiálu, kap. 5.

U vzorků obilovin a olejnin je dále nutné vzít v úvahu ještě následující skutečnosti.

Vzorky obilovin s obsahem vlhkosti mezi 9 % až 15 % se melou bez předchozího kondicionování. U vzorků s nižším, případně vyšším obsahem vlhkosti, je nutné provést předchozí kondicionování. Je-li vlhkost vyšší než 15 %, odváží se s přesností na 0,001 g dostatečné množství laboratorního vzorku tak, aby se získal zkušební vzorek o něco větší než 5 g. Vzorek se předsuší při 130 °C po dobu (7 – 10) min a nechá se vychladnout v nezakryté misce mimo exsikátor minimálně 2 h. Poté se zváží s výše uvedenou přesností a celý vzorek se pomele.

Je-li vlhkost nižší než 9 %, odváží se s přesností na 0,001 g dostatečné množství laboratorního vzorku tak, aby se získal zkušební vzorek o něco větší než 5 g. Vzorek se ponechá stát v atmosféře laboratoře, dokud jeho vlhkost nedosáhne hodnoty ve shora uvedeném rozmezí. Poté se zváží s výše uvedenou přesností a celý vzorek se pomele.

Po namletí se okamžitě postupuje podle bodu 4.2.2. Při výpočtu obsahu vlhkosti je nutné provedenou kondicionaci zohlednit, viz bod 5.2.

U vzorků s obsahem vlhkosti mimo interval 9 % až 15 % lze provést případně toto stanovení bez předchozího mletí, tzn. v celém zrně.

U vzorků olejnin se obsah vlhkosti a těkavých látek stanoví buď ze vzorku materiálu tak, jak byl získán (čistá semena a nečistoty), nebo pokud je to požadováno, ze samotných čistých semen. Vlastní stanovení se provede z celých semen po odebrání reprezentativní části vzorku. Pokud byly ze vzorku odstraněny velké neolejnaté částice, je to nutné vzít v úvahu při výpočtu, viz bod 5.3.


V případě semen slunečnice, pokud je požadováno stanovení oleje, je nutné provést mimo stanovení vlhkosti a obsahu těkavých látek v celém semeni i stanovení vlhkosti a obsahu těkavých látek v pomletém vzorku.

4.2 Sušení

4.2.1 Obecné principy stanovení pro všechny typy rostlinného materiálu

Připraví se vysoušečka vhodné velikosti tak, že se suší 1 h při 105 °C, pak se ihned vloží do exsikátoru, kde se nechá vychladnout při laboratorní teplotě. Poté se vysoušečka i s víčkem zváží s přesností nejméně na 0,001 g.

S výše uvedenou přesností se do vysoušečky naváží připravený zkušební vzorek. Je nutné pracovat co nejrychleji, aby se zabránilo jakýmkoliv významným změnám v jeho vlhkosti. Vzorek se rozprostře rovnoměrně po celém dně vysoušečky a vysoušečka se uzavře víčkem. Do sušárny nastavené na příslušnou teplotu se pak vkládá otevřená vysoušečka i s víčkem.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd	Vydání	1
		50010.1 – Stanovení obsahu vlhkosti	Revize

Velikost navážky zkušebního vzorku, teplota sušárny a doba sušení závisí na typu materiálu a je pro každý typ podrobně popsána níže a přehledně shrnuta v tabulce č. 1.

Po uplynutí stanovené doby sušení, měřeno od doby, kdy sušárna po vložení zkušebních vzorků dosáhla požadované teploty, se vysoušečka se vzorkem vyjme ze sušárny, ihned se uzavře víčkem a vloží se do exsikátoru, kde se zchladí na laboratorní teplotu. Po vychladnutí se vysoušečka se vzorkem zváží s přesností nejméně na 0,001 g.

Suší se do konstantní hmotnosti. Proto v případech, kde je to nutné, se po zvážení vloží otevřená vysoušečka s víčkem opět do sušárny. Po 1 h sušení za stejných podmínek se celý úkon s uzavřením vysoušečky, ochlazením v exsikátoru a vážením, znovu opakuje. Pokud je rozdíl mezi dvěma váženími menší nebo roven 0,005 g (pro vzorek o hmotnosti 5 g), považuje se stanovení za ukončené. Pokud je rozdíl větší, vzorek se opakovaně suší 1 h do té doby, dokud rozdíl mezi dvěma opakovanými váženími není menší nebo roven 0,005 g.

Poznámky

- 3 *Do sušárny se nikdy společně nekládají vlhké vzorky se vzorky téměř suchými, protože by docházelo ke zvlhnutí již téměř vysušených vzorků.*

4.2.2 Obiloviny a výrobky z obilovin (mouka)

Do předem vysušené a zvážené vysoušečky se naváží 5 g mletého vzorku, u vzorků po kondicionování celé semleté množství. Otevřená vysoušečka se i s víčkem umístí do sušárny. Zkušební vzorek se suší při teplotě 130 °C. Vzorky mletých obilovin se suší při uvedené teplotě 2 h, vzorky výrobků z obilovin (mouka) 1,5 h a vzorky mleté kukuřice zrnové 4 h. Pokud se provádí stanovení vlhkosti ve vzorcích nemletých obilovin, suší se do konstantní hmotnosti. Orientační doba sušení nemletého vzorku při teplotě 130 °C je přibližně 22 h a v případě vzorku kukuřice pak 38 h.


Po ukončení sušení se vysoušečka rychle vyjme ze sušárny, přikryje se víčkem, vloží do exsikátoru a nechá vychladnout na laboratorní teplotu. Po vychladnutí se vysoušečka se vzorkem zváží.

Poznámky

- 4 *Pro stanovení obsahu vlhkosti v celých zrnech kukuřice se dle normy ČSN ISO 6450 doporučuje zvýšit navážka na (25 – 40) g celých zrn.*

4.2.3 Luskoviny

Do předem vysušené a zvážené vysoušečky se naváží 5 g mletého vzorku. Otevřená vysoušečka se i s víčkem umístí do sušárny nastavené na teplotu 105 °C. Vzorky mletých luskovin se suší při nastavené teplotě 4 h. Po ukončení sušení se vysoušečka rychle vyjme ze sušárny, přikryje víčkem, vloží se do exsikátoru a nechá vychladnout na laboratorní teplotu. Po vychladnutí se vysoušečka se vzorkem zváží. Suší se do konstantní hmotnosti podle 4.2.1.

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd	Vydání	1
		50010.1 – Stanovení obsahu vlhkosti	Revize

4.2.4 Olejnin

Do předem vysušené a zvážené vysoušečky se naváží přibližně 5 g vzorku. Otevřená vysoušečka se i s víčkem umístí do sušárny nastavené na teplotu 105 °C. Vzorky olejnin se suší při uvedené teplotě 4 h, semena sóji se suší po dobu přibližně 18 h. Po ukončení sušení se vysoušečka vyjme ze sušárny, přikryje víčkem, vloží se do exsikátoru a nechá vychladnout na laboratorní teplotu. Po vychladnutí se vysoušečka se vzorkem zváží. Suší se do konstantní hmotnosti podle 4.2.1.

Poznámky

- 5 *V případě, že se provádí stanovení obsahu oleje v semeni slunečnice (postup 50078.1 Stanovení obsahu tuku (oleje) v olejnatých semenech), je pro výpočet obsahu oleje ve vzorku, tak jak byl obdržen, nutné stanovit obsah vlhkosti a těkavých látek jak v celém semeni, tak i v pomletém zkušebním vzorku.*

4.2.5 Vzorky zelených hmot a speciálních rostlin

Do předem vysušené a zvážené vysoušečky se naváží přibližně 5 g vzorku. Otevřená vysoušečka se i s víčkem umístí do sušárny nastavené na teplotu 105 °C. Cirkulace vzduchu v sušárně se sníží na minimum, aby se zabránilo úletu částic sušeného materiálu. Vzorky zelených hmot a speciálních rostlin se suší za uvedených podmínek 4 h. Po ukončení sušení se vysoušečka rychle vyjme ze sušárny, přikryje víčkem, vloží se do exsikátoru a nechá vychladnout na laboratorní teplotu. Po vychladnutí se vysoušečka se vzorkem zváží. Suší se do konstantní hmotnosti podle 4.2.1.

4.2.6 Vzorky čerstvých hmot


Vzorky s vysokým obsahem vody, jako je např. ovoce a zelenina, je nutné před vlastním stanovením vlhkosti předsušit při nižší teplotě.

Do předem vysušené a zvážené vysoušečky s víčkem se naváží mezi (5 – 7) g zkušebního vzorku. Vysoušečka se po sejmutí víčka umístí do sušárny nastavené na teplotu 55 °C. Vzorky ovoce a zeleniny se při uvedené teplotě předsouší 5 h, vzorky brambor 3 h. Po skončení předsoušení se vzorky ponechají v sušárně.

Vlastní sušení ovoce a zeleniny se provádí při teplotě 90 °C. Výjimku tvoří brambory, které se suší při teplotě 105 °C. Vzorky čerstvých hmot se suší při nastavené teplotě 3 h. Po ukončení sušení se vysoušečka rychle vyjme ze sušárny, přikryje víčkem, vloží se do exsikátoru a nechá vychladnout na laboratorní teplotu. Po vychladnutí se vysoušečka se vzorkem zváží. Suší se do konstantní hmotnosti podle 4.2.1.

Poznámky

- 6 *Při navažování zkušebního podílu z čerstvé hmoty je potřeba vzorek důkladně promíchat a okamžitě nabrat příslušné množství vzorku tak, aby se se vzorkem ve vysoušečce již nemanipulovalo, tzn. navážka se neumenšovala.*


	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50010.1 – Stanovení obsahu vlhkosti	Vydání	1
		Revize	1

Tabulka č. 1. Přehledné shrnutí podmínek pro stanovení vlhkosti u jednotlivých typů rostlinného materiálu.

Plodina		Hmotnost navážky ¹⁾	Sušina	
			Teplota v sušárně	Doba sušení ²⁾
Obiloviny	pšenice, tritikale, oves, ječmen, žito, čirok – mleté	5 g	130 °C	2 h
	ječmen – celé zrno	~ 5 g	130 °C	(22 ± 2) h
	kukuřice zrno – mletá	5 g	130 °C	4 h
	kukuřice – celé zrno	(25 – 40) g	130 °C	(38 ± 2) h
	mouka – pšenice	5 g	130 °C	1,5 h
Luskoviny	bob, hrách – mleté semeno	5 g	105 °C	4 h
Zelená hmota⁴⁾	meziplodiny, řepka, vojtěška	~ 5 g	105 °C	4 h
Olejniny - celé semeno	řepka, slunečnice, len, hořčice, mák	~ 5 g	105 °C	4 h
	sója	~ 5 g	105 °C	(18 ± 2) h
	slunečnice – mletá ³⁾	5 g	105 °C	(12 ± 1) h
Speciální plodiny	kmín - mletý	2 g	105 °C	2 h
	makovina ⁴⁾	5 g	105 °C	4 h
	světlice barvířská – celé semeno	5 g	105 °C	5 h
Zelenina Drobné ovoce⁵⁾	cibule, rajčata, čekanka, jahody, řepa krmná	(5 – 7) g	55 °C 90 °C	5 h 3 h
	brambory	(5 – 7) g	55 °C 105 °C	5 h 3 h

1) Navažuje se s přesností nejméně 0,001 g

2) Suší se do konstantní hmotnosti

	Národní referenční laboratoř	Strana	6
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50010.1 – Stanovení obsahu vlhkosti	Vydání	1
		Revize	1

- 3) Používá se pouze pro výpočet obsahu oleje ve vzorku, tak jak byl obdržen, v případě slunečnicového semene
- 4) Cirkulaci vzduchu v sušárně je nutné snížit na minimum, tj. 10 %
- 5) Vzorky zeleniny a drobného ovoce se suší ve dvou krocích

5 Výpočet a vyjádření výsledků

Obsah vlhkosti X ve vzorku se vyjádří v hmotnostních procentech a vypočítá se s ohledem na provedené úpravy podle níže popsanych vztahů.

5.1 Sušení bez předsoušení

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

kde m_0 je hmotnost zkušební vzorku v g,

m_1 hmotnost zkušební vzorku po vysušení v g.

5.2 Sušení s předchozím kondicionováním – obiloviny

$$X = \left[(m_0 - m_1) \frac{m_3}{m_0} + m_2 - m_3 \right] \frac{100}{m_2} = \left(1 - \frac{m_1 \times m_3}{m_0 \times m_2} \right) \times 100$$

kde m_0 je hmotnost zkušební vzorku v g,

m_1 hmotnost zkušební vzorku po vysušení v g,

m_2 hmotnost vzorku odebraného pro kondicionování v g,


m_3 hmotnost vzorku po kondicionování v g.

5.3 Sušení olejnatých semen – výpočet po odstranění velkých, neolejnatých cizích částic před analýzou

$$X_p = X \times \frac{100 - Y}{100}$$

kde X je obsah vlhkosti ve vzorku v %, vypočítaný podle 5.1,

Y obsah odstraněných velkých částic (nečistot) ze vzorku tak, jak byl získán, vyjádřený v % (m/m).

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	7
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50010.1 – Stanovení obsahu vlhkosti	Vydání	1
		Revize	1

5.4 Vyjádření výsledků

Jako výsledek se uvádí aritmetický průměr ze dvou paralelních stanovení za předpokladu, že je splněn požadavek na opakovatelnost. Pokud tomu tak není, opakuje se stanovení se dvěma jinými zkušebními podíly.

6 Literatura

- 1 ČSN EN ISO 712 Obiloviny a výrobky z obilovin – Stanovení vlhkosti – Praktická referenční metoda
- 2 ČSN ISO 6540 Kukuřice – Stanovení obsahu vody (v mletých a v celých zrnech)
- 3 ČSN 46 1011-20 Zkoušení obilovin, luštěnin a olejnin – Zkoušení luštěnin – Stanovení vlhkosti
- 4 ČSN EN ISO 665 Olejnatá semena – Stanovení vlhkosti a obsahu těkavých látek
- 5 ČSN 46 7092-3 Metody zkoušení krmiv – Stanovení obsahu vlhkosti