

2029**ROZPORZĄDZENIE MINISTRA ROLNICTWA I ROZWOJU WSI¹⁾**

z dnia 25 listopada 2005 r.

w sprawie metod pobierania próbek suszu paszowego i wykonywania badań parametrów jakościowych tego suszu²⁾

Na podstawie art. 36 ust. 13 pkt 1 ustawy z dnia 19 grudnia 2003 r. o organizacji rynków owoców i warzyw, rynku chmielu, rynku tytoniu oraz rynku suszu paszowego (Dz. U. Nr 223, poz. 2221, z późn. zm.³⁾) zarządza się, co następuje:

§ 1. Metody pobierania próbek suszu paszowego i wykonywania badań parametrów jakościowych suszu paszowego określa się w załączniku do rozporządzenia.

§ 2. Traci moc rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 14 kwietnia 2004 r. w sprawie metod pobierania próbek suszu paszowego i wykonywania badań parametrów jakościowych suszu (Dz. U. Nr 69, poz. 628 i Nr 211, poz. 2149).

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

Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi: *K. Jurgiel*

¹⁾ Minister Rolnictwa i Rozwoju Wsi kieruje działem administracji rządowej — rynki rolne, na podstawie § 1 ust. 2 pkt 3 rozporządzenia Prezesa Rady Ministrów z dnia 31 października 2005 r. w sprawie szczegółowego zakresu działania Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi (Dz. U. Nr 220, poz. 1892).

²⁾ Przepisy niniejszego rozporządzenia wdrażają postanowienia:

- dyrektywy Komisji (EWG) nr 76/371 z dnia 1 marca 1976 r. ustanawiającej wspólnotowe metody pobierania próbek i dokonywania analizy do celów urzędowej kontroli pasz (Dz. Urz. WE L 102 z 15.04.1976, str. 1; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 3, str. 21),
- dyrektywy Komisji (EWG) nr 71/393 z dnia 18 listopada 1971 r. ustanawiającej wspólnotowe metody analiz do celów urzędowej kontroli pasz (Dz. Urz. WE L 279 z 20.12.1971, str. 8; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 1, str. 277),
- dyrektywy Komisji (EWG) nr 93/28 z dnia 4 czerwca 1993 r. zmieniającej załącznik I do trzeciej dyrektywy 72/199/EWG ustalającej wspólnotowe metody analiz do celów urzędowej kontroli pasz. Załącznik I — Oznaczanie zawartości białka surowego (Dz. Urz. WE L 179 z 22.07.1993, str. 8; Dz. Urz. UE Polskie wydanie specjalne, rozdz. 3, t. 14, str. 332).

³⁾ Zmiany wymienionej ustawy zostały ogłoszone w Dz. U. z 2004 r. Nr 42, poz. 386 i Nr 96, poz. 959 oraz z 2005 r. Nr 10, poz. 64, Nr 14, poz. 115, Nr 141, poz. 1182 i Nr 175, poz. 1462.

Załącznik do rozporządzenia Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi
z dnia 25 listopada 2005 r. (poz. 2029)

**METODY POBIERANIA PRÓBEK SUSZU PASZOWEGO
I WYKONYWANIA BADAŃ PARAMETRÓW JAKOŚCIOWYCH TEGO SUSZU****I. Metody pobierania próbek suszu paszowego****A. Sprzęt do pobierania próbek suszu paszowego**

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

2. Sprzęt, o którym mowa w ust. 1, stanowi:

- 1) waga;
- 2) szufla o płaskim spodzie z pionowymi bokami;
- 3) próbnik z otwieranymi okienkami lub przegrodami, którego wymiary są dostosowane do rodzaju badanej partii suszu paszowego;
- 4) urządzenie do rozdzielania próbek na równe części, takie jak rozdzielacz stożkowy lub rozdzielacz

wieloszczelinowy z układem sortującym, wykorzystywane do przygotowywania próbek laboratoryjnych.

B. Pobieranie próbek suszu paszowego

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 i zawartości białka surowego, 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 i zawartości białka surowego,

- c) 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, takiego jak mączka i 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:
- $$X = (20 \cdot T)^{1/2}, \text{ gdzie:}$$
- 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 takich jak worki, beły 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:
- $$X = (L)^{1/2}, \text{ gdzie:}$$
- X — oznacza liczbę pobranych próbek suszu paszowego,
- L — oznacza liczbę opakowań suszu paszowego;
- 5) z próbek pierwotnych, o których mowa w pkt 3 i 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 każda;
- 7) próbki laboratoryjne, niezwłocznie po ich przygotowaniu, umieszcza się w szczelnych, oznakowanych i opieczetowanych 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.

II. Badanie parametrów jakościowych suszu paszowego

A. Badanie suszu paszowego na zawartość białka surowego metodą Kjeldahla

1. Zakres i sposób oznaczania zawartości białka surowego w suszu paszowym:

- 1) zawartość białka surowego 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) ($\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$);
- 3) cynk granulowany;
- 4) kwas siarkowy(VI) o gęstości $\rho_{20}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$;
- 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 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 ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml) i kilka granul pumeksu, a następnie 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 przylepianiu 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 chłodziń, powodując powolne spływanie cieczy po ścianach;
- 6) jeżeli roztwór po mineralizacji krystalizuje się, w oznaczaniu stosuje się większe ilości kwasu siarkowego ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml) niż podano w pkt 2.

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 $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5$ mol/l albo o stężeniu $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ mol/l, zależnie od przewidywanej zawartości azotu, i dodaje się po kilka kropel czerwieni metylowej;
- 3) każdą z kolb łączy się z chłodzińcami aparatów destylacyjnych w taki sposób, aby koniec każdej z chłodziń 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 $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ 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 $c(\text{NaOH}) = 0,25$ mol/l albo o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l, w zależności od stężenia zastosowanego kwasu siarkowego(VI), aż do uzyskania punktu końcowego.

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 używa się zamiast próbki analitycznej suszu paszowego 1 g sacharozy.

7. Obliczanie wyników:

zawartość białka surowego 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 surowego mniejszej niż 20 % w badanej partii suszu paszowego,
 - b) 1,0 % względem wyższego wyniku, dla zawartości białka surowego od 20 % do 40 % w badanej partii suszu paszowego,
 - c) 0,4 % wartości bezwzględnej dla zawartości białka surowego 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 %.

B. Oznaczanie wilgotności suszu paszowego

Wilgotność suszu paszowego określa się w następujący sposób:

1) badanie wykonuje się niezwłocznie po pobraniu próbki albo po otwarciu opakowania z próbką, co najmniej w dwóch powtórzeniach, przy zastosowaniu następującej aparatury i sprzętu laboratoryjnego:

a) rozdrabniacza wykonanego z materiału nieabsorbującego wilgoci, łatwego w czyszczeniu, umożliwiającego szybkie rozdrobnienie próbki bez nadmiernego rozgrzewania i w miarę możliwości zapobiegającego kontaktowi z powietrzem, takiego jak rozdrabniacz młotkowy lub chłodzony wodą, rozdrabniacz składany stożkowy, rozdrabniacz wolnoobrotowy lub wyposażony w koło zębate,

b) wagi analitycznej o dokładności do 0,5 mg,

c) suchych pojemników z nierdzewnego metalu lub szkła, z przykrywkami zapewniającymi szczelne zamknięcie, o powierzchni umożliwiającej rozłożenie próbki w ilości $0,3 \text{ g/cm}^2$,

d) suszarki elektrycznej odpowiednio wentylowanej, z możliwością ustawienia temperatury z dokładnością do $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ i jej szybkiej regulacji,

e) eksykatora wyposażonego w płytkę z perforowanego metalu lub porcelanową, zawierającą efektywny czynnik suszący;

2) z próbki laboratoryjnej pobiera się co najmniej 50 g suszu, rozdrabnia i dzieli, jeśli to konieczne, w sposób, który zapobiegnie zmianom wilgotności;

3) przy przeprowadzaniu suszenia:

a) suche pojemniki z nierdzewnego 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 $103 \text{ }^\circ\text{C}$ 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 $103 \text{ }^\circ\text{C}$,

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 po-

miarów wilgotności z dwóch powtórzeń nie mogą się różnić o więcej niż 0,1 %;

4) przy przeprowadzaniu suszenia z podsuszaniem, które stosuje się w przypadku wyższej wilgotności suszu i trudności w jego rozdrabnianiu, próbkę materiału poddaje się wstępnemu suszeniu w następujący sposób:

a) z nierozdrobnionej próbki odważa się, z dokładnością do 10 mg, 50 g materiału do odpowiedniego pojemnika takiego jak płytka aluminiowa o wymiarach $20 \times 12 \text{ cm}$ z 0,5 cm obrzeżem albo płytka szklana,

b) odważki z pojemnikami podsusza się w suszarce, w temperaturze od 60 do $70 \text{ }^\circ\text{C}$, do czasu aż wilgotność pobranych części materiału 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 podsuszanej próbki pobiera się dwie próbki o masie około 5 g każda, które następnie poddaje się suszeniu w sposób opisany w pkt 3;

5) przy ustalaniu wyników:

a) wilgotność suszu paszowego wyraża się w procentach,

b) wilgotność suszu paszowego oblicza się według wzoru:

$$X = (E - m)100/E, \text{ gdzie:}$$

E — oznacza początkową masę próbki w gramach,

m — oznacza masę wysuszonej próbki w gramach

— w przypadku suszenia bez podsuszania,

c) wilgotność suszu paszowego oblicza się według wzoru:

$$X = [(M' - m) M / M' + E - M] (100/E) = 100 (1 - Mm/EM'), \text{ gdzie:}$$

E — oznacza początkową masę próbki w gramach,

M — oznacza masę próbki po podsuszeniu w gramach,

M' — oznacza masę próbki po rozdrobnieniu w gramach,

m — oznacza masę wysuszonej próbki w gramach,

— w przypadku suszenia z podsuszaniem;

6) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wilgotności tej samej próbki nie powinna być większa niż 0,2 %.