ГОСТ 13496.3—92
(ИСО 6496—83)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 636.085.002.3:543.812:006.354 Группа С19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения влаги

ГОСТ 13496.3—92

Compound feeds, raw material.
Methods for determination of moisture

(ИСО 6496—83)

МКС 65.120
ОКСТУ 9809

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на комбикорма и комбикормовое сырье и устанавливает методы определения влаги.

Сущность методов заключается в определении разности между массой навески до и после высушивания и последующем вычислении массовой доли убывшей влаги (отношения массы убывшей влаги к массе исследуемого продукта до высушивания, выраженного в процентах).

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0.

При определении влаги продукции, предназначенной для ввоза или вывоза из страны, метод отбора пробы должен быть согласован между заинтересованными сторонами.

2. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ ВЫСУШИВАНИЕМ НАВЕСКИ ПРИ 130 °С И ВЫСУШИВАНИЕМ НАВЕСКИ ДО ПОСТОЯННОЙ МАССЫ ПРИ 100—105 °С

Настоящие методы определения влаги распространяются на комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы, кормовые дрожжи, жмыхи, шроты, муку кормовую животного происхождения, из рыбы, морских млекопитающих ракообразных и беспозвоночных, из виноградной выжимки, травяную и витаминную муку из древесной зелени, сухие кукурузные корма и кормовой витамин B_{12}.

2.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Шкаф сушильный электрический СЭШ-1, СЭШ-3М или другого типа с терморегулятором, обеспечивающим создание и поддерживание температуры в рабочей зоне высушивания 100—130 °С с погрешностью ± 2 °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104*, 2-го класса точности с допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,001 г и наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Часы сигнальные.

Мельница лабораторная ЛЗМ или другого типа, обеспечивающая такое же измельчение исследуемого продукта.

Ареометр стеклянный по ГОСТ 18481.

Склянка с притертой пробкой.

Бюксы металлические с крышками диаметром 50 мм и высотой 20 мм или бюксы стеклянные по ГОСТ 25336.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 (здесь и далее).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

Сито из решетного полотна с круглыми отверстиями диаметром 3 мм.

Щипцы тигельные.

Совок для проб.

Кальций хлористый по ГОСТ 450 или серная кислота по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Заправка эксикатора*

2.2.1.1. На дно чистого и просушенного эксикатора помещают прокаленный хлористый кальций или концентрированную серную кислоту.

2.2.1.2. Хлористый кальций прокаливают не реже одного раза в месяц. Прокаливание его осуществляют путем нагревания в фарфоровой чашке на электроплитке до жидкого состояния и далее, после испарения влаги, до получения сухого вещества, которое разбивают на куски и помещают в эксикатор или в склянку с притертой пробкой.

2.2.1.3. Концентрированную серную кислоту проверяют ареометром на плотность. При плотности серной кислоты менее 1,84 г/см^3 ее заменяют.

2.2.2 *Подготовка исследуемой пробы к испытанию*

2.2.2.1. Из средней пробы исследуемого продукта методом квартования выделяют навеску массой около 30 г, которую просеивают через сито с отверстиями диаметром 3 мм.

При наличии на сите остатка его измельчают на лабораторной мельнице или в ступке и прибавляют к отсеянной части.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. *Метод определения влаги высушиванием навески при 130 °С*

2.3.1.1. Две пронумерованные открытые бюксы и крышки высушивают в сушильном шкафу в течение 30 мин при температуре 130 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до второго десятичного знака.

2.3.1.2. В каждую просушенную и взвешенную бюксу помещают навеску продукта массой (5,00 ± 0,05) г, которую разравнивают по дну бюксы тонким слоем.

2.3.1.3. Открытые бюксы с навеской исследуемого продукта и крышки от них помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры (130 ± 2) °С. Высушивание проводят в течение 40 мин, считая с момента установления температуры 130 °С.

2.3.1.4. По истечении 40 мин бюксы вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, быстро закрывают крышками и ставят в заправленный эксикатор для охлаждения до комнатной температуры, примерно на 20 мин.

2.3.1.5. После высушивания и охлаждения бюксы с исследуемым продуктом взвешивают с точностью до второго десятичного знака.

2.3.2. *Метод определения влаги высушиванием навески до постоянной массы при 100—105 °С*

2.3.2.1. Две пронумерованные открытые бюксы и крышки высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до третьего десятичного знака.

2.3.2.2. В каждую просушенную и взвешенную бюксу помещают навеску продукта массой (5,000 ± 0,005) г, которую разравнивают по дну бюксы тонким слоем.

2.3.2.3. Открытые бюксы с навеской исследуемого продукта и крышки от них помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры 100—105 °С. Высушивание проводят в течение 2 ч, считая с момента установления температуры 100 °С.

2.3.2.4. По истечении 2 ч бюксы вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, быстро закрывают крышками и ставят в заправленный эксикатор для охлаждения до комнатной температуры (примерно на 20 мин), после чего их взвешивают с точностью до третьего десятичного знака. Затем высушивание, охлаждение и взвешивание повторяют через каждый час до получения постоянной массы. Постоянную массу считают достигнутой, если уменьшение массы при двух последних взвешиваниях не превышает 0,005 г.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю влаги (W) в процентах вычисляют по формуле

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1 - m},$$

где m_1 — масса бюксы с навеской до высушивания, г;

m_2 — масса бюксы с навеской после высушивания и охлаждения, г;

m — масса пустой бюксы, г.

2.4.2. За результат определения влаги принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, которые вычисляют до второго десятичного знака и округляют до десятых долей процента.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс}$) и между результатами, полученными в разных условиях ($D_{абс}$), не должны превышать 0,2 и 0,4 % соответственно.

3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ ВЫСУШИВАНИЕМ НАВЕСКИ ДО ПОСТОЯННОЙ МАССЫ ПРИ 103 °С И ВЫСУШИВАНИЕМ НАВЕСКИ ПРИ 80 °С И ДАВЛЕНИИ 13 кПа

Настоящие методы определения влаги распространяются на комбикорма и сырье, исключая молочные продукты, минеральные вещества, смеси, содержащие значительное количество молочных продуктов или минеральных веществ, животные и растительные жиры и масла, масличные семена, жмых, зерновое сырье.

3.1. Отбор проб — по п. 1.1.

3.2. Аппаратура и материалы

3.2.1. Весы аналитические.

3.2.2. Бюксы из нержавеющего металла или стекла с герметично подогнанными крышками, имеющие поверхность, которая позволяет размещать опытную пробу слоем 0,3 г/см².

3.2.3. Печь электрическая, хорошо вентилируемая, способная поддерживать регулируемую температуру (103 ± 1) °С.

3.2.4. Шкаф сушильный с эффективным осушителем.

3.2.5. Печь электрическая вакуумная, создающая давление ниже 13 кПа, снабженная термостатом и вакуумным насосом и (или) устройством для подачи сухого воздуха или содержащая в качестве осушителя негашеную известь (CaO) (300 г CaO на 20 образцов).

3.2.6. Песок, промытый кислотой.

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. *Приготовление опытной пробы комбикормов в жидком и пастообразном состоянии и комбикормов, преимущественно состоящих из масел и жиров*

В бюксу, которая вместе с крышкой была предварительно высушена при температуре 103 °С в течение 30 мин и взвешена с точностью до 1 мг, содержащую песок и стеклянный стержень, взвешивают с точностью до 1 мг около 10 г исследуемого продукта. Стеклянным стержнем тщательно перемешивают образец с песком. Оставляют стеклянный стержень в бюксе.

3.3.2. *Приготовление опытной пробы других комбикормов, не указанных в п. 3.3.1.*

В бюксу, которая вместе с крышкой была предварительно высушена при температуре 103 °С в течение 30 мин и взвешена с точностью до 1 мг, взвешивают с точностью до 1 мг около 5 г исследуемого продукта и равномерно распределяют его по дну бюксы.

3.4. Проведение испытания

3.4.1. *Метод определения влаги высушиванием навески до постоянной массы при 103 °С*

Помещают бюксу с опытной пробой, положив крышку под нее или рядом, в печь с установленной температурой (103 ± 1) °С. Рекомендуется помещать не более одной бюксы на один литр объема печи.

Высушивание проводят в течение 4 ч с момента достижения температуры в печи 103 °С. Закрывают бюксы крышкой, вынимают из печи, дают остыть до температуры окружающей среды в сушильном шкафу и взвешивают с точностью до 1 мг.

Если корма состоят в основном из масел и жиров, то необходимо их сушить периодически в течение 30 мин при температуре 103 °С. Потеря в массе между двумя последовательными взвешиваниями не должна превышать 0,1 % массы опытной пробы.

3.4.2. *Проведение контрольного испытания*

Для того, чтобы проконтролировать, что во время сушки не случилось недопустимой потери в результате химической реакции, следует поступить следующим образом: высушить бюксу и опытную пробу еще раз до температуры 103 °С в течение 2 ч, дать остыть до температуры окружающей среды в сушильном шкафу и взвесить с точностью до 1 мг. Если потеря в массе во время второго периода сушки будет больше чем 0,2 % массы опытной пробы после первого высушивания, то, значит, могли иметь место химические реакции. В этом случае необходимо использовать метод, указанный в п. 3.4.3.

3.4.3. *Метод определения влаги высушиванием навески до постоянной массы при 80 °С и давлении до 13 кПа*

Помещают бюксу с опытной пробой, положив крышку под нее или рядом, в вакуумную печь с установленной температурой 80 °С. Понижают давление приблизительно до 13 кПа и высушивают образец при данном давлении, или все время подавая сухой воздух, или в присутствии осушителя. В последнем случае отсоединяют вакуумный насос после того, как будет достигнуто указанное давление, и обеспечивают, чтобы это давление поддерживалось во время сушки. Нагревают образец в течение 4 ч с момента установления температуры в печи 80 °С. Постепенно доводят дав-

ление в печи до атмосферного. Открывают печь и сразу же накрывают бюксу крышкой, вынимают из печи, охлаждают в сушильном шкафу до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 1 мг.

В течение дополнительных периодов по 30 мин сушат в вакуумной печи при температуре 80 °С и взвешивают, пока потеря в массе между двумя последовательными взвешиваниями не будет превышать 0,2 % массы опытной пробы.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю влаги (W_1) в процентах вычисляют по формуле

$$W_1 = [m_1 - (m_3 - m_2)] \cdot \frac{100}{m_1},$$

где m_1 — масса опытной пробы, г;

m_2 — масса бюксы, крышки, песка и стеклянного стержня, г;

m_3 — масса бюксы, крышки, песка, стеклянного стержня и высушенной опытной пробы, г.

3.5.2. За результат определения влаги принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, которые вычисляют с точностью до 0,1 %.

Разница между значениями, полученными при двух определениях, выполненных одновременно или в быстрой последовательности одним и тем же лаборантом-химиком, не должна превышать 0,2 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всероссийским научно-исследовательским институтом комбикормовой промышленности ВНПО «КОМБИКОРМ», Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 28.02.92 № 187**

3. **Раздел 3 настоящего стандарта подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 6496—83 «Корма для животных. Определение содержания влаги»**

4. **ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ 13496.3—80, кроме раздела 2**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 450—77	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 13496.0—80	1
ГОСТ 14919—83	2.1
ГОСТ 18481—81	2.1
ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2011 г.**

gost.e-ecolog.ru