УДК 661.635.636.087:546.212.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения воды

ГОСТ 24596.6—81

Feed phosphates.
Methods for determination of water

МКС 65.120
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья, содержащие от 0,05 до 5 % воды, и устанавливает методы ее определения.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 24596.0.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ МЕТОДОМ ВЫСУШИВАНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении потери массы воды продуктом при высушивании при заданных температуре и времени.

2.2. Аппаратура и реактивы

Термоизлучатель типа ЭС-3, вмонтированный в кожух, или другой аналогичный.

Шкаф сушильный типа ШС-40 М или другой аналогичный с погрешностью регулирования температуры до ±2,5 °С.

Бюкса СВ диаметром 30—40 мм и высотой 50—65 мм и СН диаметром 32—68 мм и высотой 50 мм по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый (обезвоженный) по ТУ 6—09—4711, ч, предварительно прокаленный при 250—300 °С в течение 1—2 ч, или окись алюминия активная по ГОСТ 8136.

2.3. Проведение анализа

2—5 г анализируемого продукта, подготовленного по ГОСТ 24596.1, взвешивают в предварительно высушенной до постоянной массы бюксе с закрытой крышкой. Результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

Открытую бюксу с пробой помещают в нагретый сушильный шкаф. Температура и время сушки указаны в нормативно-технической документации на конкретный продукт. При сушке под термоизлучателем открытую бюксу с пробой помещают на асбест под кожух под центр термоизлучателя и сушат при температуре (75±5) °С в течение 30 мин.

Бюксу закрывают крышкой, выдерживают в эксикаторе над хлористым кальцием или окисью алюминия в течение 30 мин и взвешивают.

Пустую бюксу и с пробой до и после высушивания взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2.4. Обработка результатов

Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формуле

gost.e-ecolog.ru

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

где m — масса навески анализируемой пробы, г;

m_1 — масса бюксы с пробой до высушивания, г;

m_2 — масса бюксы с пробой после высушивания, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

0,05 % — при массовой доле воды до 0,5 %;

0,2 % — при массовой доле воды свыше 0,5 до 2 %;

0,4 % — при массовой доле воды свыше 2 до 5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ — ПО МЕТОДУ КАРЛА ФИШЕРА

3.1. Определение воды проводят по ГОСТ 14189.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2—3.4. **(Исключены, Изм. № 1).**

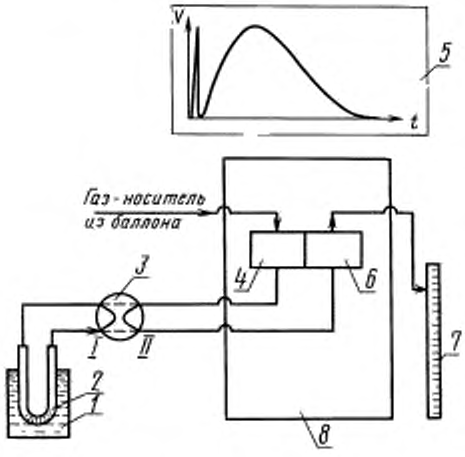
4. ДИНАМИЧЕСКИЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении массы воды дифференциальным способом в потоке газа-носителя с помощью детектора по теплопроводности.

4.2. Аппаратура и реактивы

Схема установки для определения воды динамическим хроматографическим методом



1 — стакан вместимостью 250 см^3; *2* — U-образная трубка с внешним диаметром 5 мм, высотой 100 мм, расстоянием между концами 35 мм; *3* — четырехходовой кран; *4* — сравнительная ячейка детектора, *5* — самописец; *6* — измерительная ячейка детектора; *7* — измеритель скорости; *8* — термостат

Черт. 2*

Хроматограф лабораторный унифицированный серии ЛХМ-8МД, модель 1, подключенный в схему установки (черт. 2), или другой аналогичный.

Азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293 или газ-гелий.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Градуировка прибора

Для градуировки прибора в сухую U-образную трубку вводят с помощью жидкостного микрошприца 0,001—0,010 см^3 воды. Концы трубки подсоединяют резиновым шлангом встык на четырехходовом кране в схему хроматографа между сравнительной и измерительной ячейками детектора.

Кран находится в положении *I*. При повороте крана в положение *II* подключают поток газа-носителя (азот или гелий) и выдувают имеющийся в U-образной трубке воздух; при этом перо самописца отходит вправо. При возвращении пера влево кран переводят в положение *I*. Помещают U-образную трубку в стакан с водой, предварительно нагретой до 60—80 °С, и опять переводят кран в положение *II*. Определение считают законченным по возвращении пера самописца на нулевую линию.

Участок диаграммы, очерченный нулевой линией и кинетической кривой, вырезают и взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака или определяют площадь по кривой с помощью интегратора.

Градуировку прибора проводят не реже одного раза в 5 сут.

*Черт. 1. **(Исключен, Изм. № 2).**

4.4. Проведение анализа

0,3—1,0 г анализируемого продукта взвешивают в сухой U-образной трубке, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака. Последующие операции выдувания воды из продукта проводят так же, как указано в п. 4.3.

4.5. Обработка результатов

Массовую долю воды (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot m_2 \cdot 100}{m_3 \cdot m},$$

где m_1 — масса вырезанной диаграммной ленты, очерченной нулевой линией и кинетической кривой анализируемого продукта, г (или показания интегратора);

m_2 — масса воды, введенная в U-образную трубку при градуировке прибора, г;

m_3 — масса вырезанной диаграммной ленты, очерченной нулевой линией и кинетической кривой, полученной при градуировке прибора, г (или показания интегратора при градуировке прибора);

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать:

0,05 % — при массовой доле воды до 1 %;

0,4 % — при массовой доле воды свыше 1 до 5 %.

4.3—4.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.02.81 № 706

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8136—85	2.2
ГОСТ 9293—74	4.2
ГОСТ 14189—81	3.1
ГОСТ 24596.0—81	1.1
ГОСТ 24596.1—81	2.3
ГОСТ 25336—82	2.2
ТУ 6—09—4711—81	2.2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ (апрель 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1986 г., декабре 1990 г. (ИУС 5—86, 3—91)

gost.e-ecolog.ru