МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24596.6— 2015

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения влаги

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП »)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 мая 2015 г. № 77-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 июля 2015 г. № 901-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24596.6—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24596.6—81

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Требования безопасности 2
5 Отбор и подготовка проб 2
6 Условия проведения испытаний 2
7 Требования к квалификации оператора 2
8 Определения массовой доли влаги методом высушивания 2
9 Определение массовой доли влаги методом Карла Фишера 3
10 Определения массовой доли влаги динамическим хроматографическим методом 3
11 Контроль точности результатов испытаний 5
12 Оформление результатов измерений 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ

Методы определения влаги

Feed phosphates. Methods for determination of moisture

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты и устанавливает следующие методы определения массовой доли влаги в диапазоне измерений от 0,05 % до 5,00 %:

- метод высушивания;
- метод Карла Фишера;
- динамический хроматографический метод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике*

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8136—85 Оксид алюминия активный. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 15895—77 Статистические методы управления качеством продукции. Термины и определения**

ГОСТ 24596.0—2015 Фосфаты кормовые. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24596.1—2015 Фосфаты кормовые. Методы отбора и подготовки проб для анализа

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 50779.10—2000 (ИСО 3534-1—93) «Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения ».

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты », который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты » за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 15895 и ГОСТ 24596.1.

4 Требования безопасности

Требования безопасности — по ГОСТ 24596.0 (раздел 7).

5 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 24596.1.

6 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены требования ГОСТ 24596.0 (разделы 4—6) и следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %;
- напряжение в сети . . . . . от 198 до 242 В;
- частота переменного тока . . . . . (50 ± 1) Гц.

7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное образование, или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе обучения и уложившегося в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля точности измерений.

8 Определение массовой доли влаги методом высушивания

8.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении потери массы навески анализируемого продукта при ее высушивании при заданных температуре и времени.

8.2 Средства измерений, оборудование, материалы и реактивы

8.2.1 Шкаф сушильный электрический вентилируемый, обеспечивающий поддержание температуры от (60 ± 2) °С до (300 ± 2) °С или термоизлучатель, вмонтированный в кожух.

8.2.2 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 или нормативному документу государства, принявшего настоящий стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г.

8.2.3 Эксикатор по ГОСТ 25336.

8.2.4 Стаканчики для взвешивания СВ-24/10 или СН-34/12 по ГОСТ 25336 или бюксы из нержавеющего металла диаметром 30—40 мм и высотой 50—65 мм.

8.2.5 Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147.

8.2.6 Электроплита по ГОСТ 14919.

8.2.7 Кальций хлористый по ГОСТ 450 или окись алюминия активная по ГОСТ 8136.

Примечание — Допускается применение средств измерений и вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не хуже указанных.

8.3 Подготовка к проведению испытаний

8.3.1 Заправка эксикатора

На дно чистого и просушенного эксикатора (см. 8.2.3) помещают прокаленный хлористый кальций или активную окись алюминия (см. 8.2.7). Прокаливание хлористого кальция осуществляют при температуре 250 °С — 300 °С в течение 1—2 ч. Допускается прокаливание хлористого кальция путем нагревания в фарфоровой чашке (см. 8.2.5) на электрической плитке (см. 8.2.6) до жидкого состояния. После испарения влаги хлористый кальций охлаждают, разбивают на куски и помещают в эксикатор. Хлористый кальций прокаливают не реже одного раза в месяц.

8.3.2 Подготовка бюкс или стаканчиков для взвешивания

Бюксы или стаканчики для взвешивания (см. 8.2.4) вместе с крышками высушивают в сушильном шкафу (см. 8.2.1) при температуре 100 °С — 105 °С до постоянного веса, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры. Затем бюксы или стаканчики вместе с крышками взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

8.4 Проведение испытания

Из подготовленной анализируемой пробы (см. раздел 5) берут навеску массой 2—5 г, помещают в подготовленные по 8.3.2 бюксу или стаканчик для взвешивания, равномерно распределяют по дну, закрывают крышкой и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

Бюксу или стаканчик для взвешивания с навеской в открытом виде помещают в нагретый сушильный шкаф. Высушивание кормового фосфата кальция проводят при температуре 100 °С — 105 °С в течение 3 ч. Высушивание кормового диаммонийфосфата проводят при температуре 60 °С в течение 1 ч.

При сушке под термоизлучателем открытую бюксу или стаканчик для взвешивания с навеской помещают на асбест под центр термоизлучателя и сушат при температуре (75 ± 5) °С в течение 30 мин.

Бюксу или стаканчик для взвешивания с навеской закрывают крышкой, выдерживают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают с погрешностью ± 0,001 г.

8.5 Обработка результатов

Массовую долю влаги X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_1 — масса бюксы или стаканчика для взвешивания с навеской до высушивания, г;

m_2 — масса бюксы или стаканчика для взвешивания с навеской после высушивания, г,

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески, г.

За окончательный результат измерений массовой доли влаги в пробе принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости по 11.1.

9 Определение массовой доли влаги методом Карла Фишера

Определение массовой доли влаги методом Карла Фишера проводят по ГОСТ 14870.

10 Определения массовой доли влаги динамическим хроматографическим методом

10.1 Сущность метода

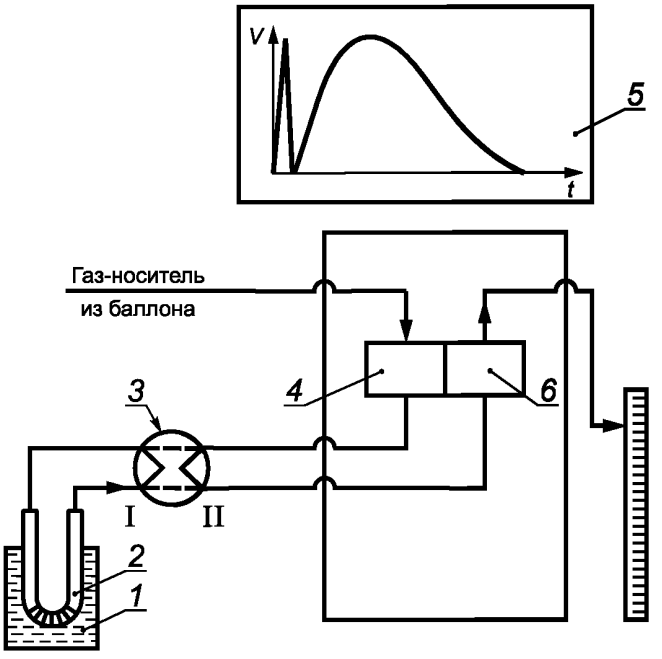
Метод основан на измерении массы влаги дифференциальным способом в потоке газа-носителя с помощью детектора по теплопроводности.

10.2 Средства измерений, оборудование, материалы и вспомогательные устройства

10.2.1 Хроматограф лабораторный унифицированный, подключенный в схему установки (см. рисунок 1).

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

10.2.3 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 или нормативному документу государства, принявшего настоящий стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.



1 — стакан вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336; *2* — U-образная стеклянная 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

Рисунок 1 — Схема установки для определения массовой доли влаги динамическим хроматографическим методом

10.2.4 Микрошприц вместимостью 10 мм^3.

10.2.5 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

10.2.6 Термометр по ГОСТ 28498.

Примечание — Допускается применение средств измерений и вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками.

10.3 Градуировка прибора

10.3.1 Для градуировки прибора в сухую U-образную трубку с помощью микрошприца вводят 1—10 мм^3 дистиллированной воды. Концы трубки подсоединяют резиновым шлангом встык на четырехходовом кране в схему хроматографа между сравнительной и измерительной ячейками детектора. Кран находится в положении I.

10.3.2 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 °С — 80 °С, и опять переводят кран в положение II. Определение считают законченным по возвращении пера самописца на нулевую линию.

10.3.3 Участок диаграммы, очерченный нулевой линией и кинетической кривой, вырезают и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака или определяют площадь по кривой с помощью интегратора.

10.3.4 Градуировку прибора проводят не реже одного раза в 5 сут.

10.4 Проведение анализа

Навеску анализируемого продукта массой 0,3—1,0 г взвешивают в сухой U-образной трубке с записью результата до третьего десятичного знака. Последующие операции выдувания воды из продукта проводят по 10.3.2, определение площади участка диаграммы — по 10.3.3.

10.5 Обработка результатов

Массовую долю влаги X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2 \cdot 100}{m_3 \cdot m}, \quad (2)$$

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

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

100 — коэффициент пересчета в проценты;

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, г.

За окончательный результат измерений массовой доли влаги в пробе принимают округленное до первого десятичного знака среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости по 11.1.

11 Контроль точности результатов испытаний

11.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости (сходимости)

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных пробах в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, приведенного в таблице 1.

Таблица 1 — Метрологические характеристики определения массовой доли влаги при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Наименование метода	Массовая доля влаги в пробе	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных испытаний) r	Предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между результатами испытаний в двух разных лабораториях) R
Метод высушивания	От 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 » 2,0 » » 2,0 » 5,0 »	0,05 0,2 0,4	0,1 0,4 0,8
Динамический хроматографический метод	От 0,05 » 1,0 » Св. 1,0 » 5,0 »	0,05 0,4	0,1 0,8

Если расхождение между результатами параллельных испытаний превышает предел повторяемости, то испытание повторяют, начиная со взятия навески.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний вновь превышает предел повторяемости, выясняют и устраняют причины плохой повторяемости результатов испытаний.

11.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Абсолютное расхождение между результатами двух испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных пробах в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела воспроизводимости R, приведенного в таблице 1.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений по ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 5).

12 Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют в виде протокола испытаний, который должен включать следующее:

- информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора проб;
- использованный метод анализа со ссылкой на настоящий стандарт;
- обстоятельства, которые могли повлиять на результат испытания;
- полученный результат испытания.

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120 Л19

Ключевые слова: фосфаты кормовые, анализируемая проба, навеска, массовая доля, влага, метод высушивания, метод Карла Фишера, динамический хроматографический метод

Редактор *О.А. Стояновская*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 17.03.2016. Подписано в печать 24.03.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 34 экз. Зак. 838.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru