МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32933— 2014 (ISO 5984:2002)

КОРМА, КОМБИКОРМА

Метод определения содержания сырой золы

(ISO 5984:2002, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

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 международной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Межгосударственным комитетом по стандартизации МТК 004 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 августа 2014 г. № 69—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
Молдова	MD	Молдова—Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 октября 2014 г. № 1356—ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32933—2014 (ISO 5984:2002) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 5984:2002 Animal feeding stuffs - Determination of crude ash (Корма для животных. Определение содержания сырой золы).

Техническая поправка ISO 5984:2002/Cor.1:2005, принятая после официального издания международного стандарта ISO 5984:2002, внесена в текст межгосударственного стандарта и выделена двойной вертикальной линией на полях.

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 10 «Корма для животных» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Уточненные отдельные слова, фразы, абзацы внесены в текст межгосударственного стандарта для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5—2001, отраслевой терминологией и выделены курсивом. Дополнительные примечания и приложения выделены полужирным курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта в соответствии с требованиями межгосударственной системы стандартизации и общепринятой отраслевой терминологией Российской Федерации.

В настоящем стандарте ссылки на международные стандарты, используемые в примененном международном стандарте, заменены на ссылки на межгосударственные стандарты, гармонизированные с международными.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию, стандартизации и метрологии.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — модифицированная (MOD).

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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, 2015

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 Сущность метода 2
5 Оборудование и реактивы 2
6 Отбор проб 2
7 Проведение испытания 2
8 *Обработка* результатов 3
9 Прецизионность 3
10 Протокол испытания 4
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 5
Приложение ДА (справочное) Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта 6

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОРМА, КОМБИКОРМА

Метод определения содержания сырой золы

Feeds, compound feeds. Method for determination of crude ash

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт *распространяется на корма, комбикорма* и устанавливает метод определения содержания сырой золы.

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 ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения**

*ГОСТ ИСО 5725-2—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений***

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

*ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб****

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

ГОСТ 29091—91 (ИСО 9012—88) Горелки ручные газовоздушные инжекторные. Технические требования и методы испытаний

*ГОСТ 31218—2003 (ИСО 6498—98) Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб*****

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 по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам еже-

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».

*** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 6497—2011 «Корма для животных. Отбор проб».

**** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51419—99 «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб».

Издание официальное

месячного 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 применен следующий термин *с соответствующим* определением:

3.1 сырая зола: Остаток, полученный после сжигания *анализируемой пробы* при температуре 550 °С в условиях, указанных в настоящем стандарте.

Примечание — *Содержание сырой золы* в *анализируемой пробе* выражают в виде массовой доли в процентах.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в озолении органических веществ *анализируемой* пробы путем *прокаливания* и взвешивании *полученного* остатка.

5 Оборудование и реактивы

Используют следующее лабораторное оборудование:

5.1 Весы *неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.*

5.2 Печь муфельная *электрическая с* регулируемой *температурой нагрева,* снабженная пирометром. Печь, установленная на температуру 550 °С, должна регулироваться таким образом, чтобы температура внутри печи, где расположены *тигли для прокаливания*, не отличалась более чем на 20 °С от этой установленной температуры.

5.3 Шкаф сушильный, поддерживающий температуру (103 ± 2) °С.

5.4 *Электроплита по ГОСТ 14919* или горелка газовая *по ГОСТ 29091.*

5.5 *Тигли* для прокаливания из платины или платиново-золотого сплава (10 % Pt, 90 % Au) или другого материала, не подверженного воздействию условий испытания, рекомендуются прямоугольные, с площадью поверхности около 20 $см^2$ и высотой около 2,5 см.

Примечание — При *озолении* проб, склонных к набуханию при обугливании, используют *тигли* с площадью поверхности около 30 $см^2$ и высотой около 3 см.

5.6 Эксикатор, *заправленный* эффективным *водопоглощающим средством.*

5.7 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается применение средств измерений с аналогичными или более высокими метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с более высокими техническими характеристиками.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0.

Поступающая в лабораторию проба *должна быть* действительно *представительной,* не поврежденной и *не претерпевшей изменений во время* транспортирования и хранения.

Проба *должна* храниться *в условиях, предотвращающих* ее *порчу или* изменение состава.

7 Проведение испытания

7.1 Подготовка *анализируемой* пробы

Анализируемую пробу готовят в соответствии с *ГОСТ 31218.*

7.2 Подготовка навески

Тигель для прокаливания (*см.* 5.5) *помещают* в муфельную печь (*см.* 5.2), предварительно нагретую до 550 °С, *прокаливают* в течение 30 минут, *переносят* в эксикатор (*см.* 5.6), охлаждают и взвешивают на весах (*см. 5.1*) *с точностью до* 0,001 г.

В подготовленный тигель помещают около 5 г *навески* и взвешивают *на весах с точностью* ± 0,001 г.

7.3 Проведение испытания

Тигель с навеской постепенно нагревают на *электроплите* или над газовой горелкой (*см.* 5.4), пока проба не обуглится. *Тигель* переносят в муфельную печь (*см.* 5.2), предварительно нагретую до температуры 550 °С, и оставляют его на 3 ч. *Затем* визуально проверяют *наличие* частиц угля в золе. Если в золе *содержатся* частицы угля, *тигель* снова помещают в муфельную печь еще на 1 ч. Если в золе все еще *визуально обнаруживаются* частички угля или *имеются* сомнения в их наличии, *тигель* с золой охлаждают, золу увлажняют дистиллированной водой *(см. 5.7)* и содержимое *тигля* осторожно выпаривают в сушильном шкафу (*см.* 5.3) досуха при температуре (103 ± 2) °С. *Тигель* снова помещают в муфельную печь и прокаливают в течение еще 1 ч. *Затем тигель* охлаждают в эксикаторе (*см.* 5.7) до комнатной температуры. *После охлаждения тигель* быстро взвешивают на весах (*см. 5.1*) *с точностью* ± 0,001 г.

Примечание — Зола, полученная вышеописанным способом, может быть использована в дальнейшем для определения золы, не растворимой в соляной кислоте.

Выполняют два *параллельных* определения *содержания сырой золы* в *навесках*, взятых из одной и той же *анализируемой* пробы.

8 Обработка результатов

Содержание сырой золы *w*, %, вычисляют по формуле

$$w = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_2 — масса *тигля* с золой, г;

m_0 — масса *тигля без навески*, г;

m_1 — масса *тигля с навеской*, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний при условии выполнения требований повторяемости (*см.* 9.2). Результат выражают с точностью до 0,1 %.

9 Прецизионность

9.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний в отношении прецизионности метода *определения содержания сырой золы приведены* в приложении А. Значения, полученные при проведении этих испытаний, не применимы к диапазонам концентраций и *пробам*, отличающимся от *описанных в данном стандарте*.

9.2 Повторяемость (сходимость)

Абсолютное расхождение между результатами двух *отдельных* независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной *лабораторной пробе* в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же *экземпляре* оборудования *в течение короткого промежутка времени*, не должно превышать предел повторяемости (*r*), *приведенный* в таблицах 1, *2* более чем в 5 % случаев.

Таблица 1 — Предел повторяемости (*r*) и предел воспроизводимости (*R*)

В граммах на 1 кг

Наименование анализируемой пробы	*Содержание сырой золы*	*Предел повторяемости, r*	*Предел воспроизводимости, R*
Рыбная мука	179,8	2,7	4,1
Тапиока	59,1	2,4	3,1
Мука из мясных отходов	175,6	2,5	5,4
Корм для поросят	50,2	2,1	3,0
Корм для бройлеров	42,7	0,9	2,1
Ячмень	19,6	1,0	1,8
Меласса	119,9	3,6	8,8
Экспеллерная копра	35,8	0,7	1,5

Таблица 2 — Предел повторяемости (r) и предел воспроизводимости (R)

В процентах

Наименование анализируемой пробы	*Содержание сырой золы*	*Предел повторяемости, r*	*Предел воспроизводимости, R*
Рыбная мука	17,98	0,27	0,41
Тапиока	5,91	0,24	0,31
Мука из мясных отходов	17,56	0,25	0,54
Корм для поросят	5,02	0,21	0,30
Корм для бройлеров	4,27	0,09	0,21
Ячмень	1,96	0,10	0,18
Меласса	11,99	0,36	0,88
Экспеллерная копра	3,58	0,07	0,15

9.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух *отдельных* испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных пробах в разных лабораториях разными операторами на различных *экземплярах* оборудования, не должно превышать предел воспроизводимости (*R*), приведенный в таблицах 1, *2* более чем в 5 % случаев.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующее:

а) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

б) используемый метод отбора проб, если известен;

в) используемый метод *испытания* со ссылкой на *настоящий* стандарт;

г) все *обстоятельства*, *не указанные в настоящем* стандарте или *рассматриваемые* как необязательные, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;

д) полученный(е) результат(ы) испытания;

е) *среднеарифметическое значение* двух испытаний, если проверена повторяемость.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была установлена в результате межлабораторных испытаний, выполненных в соответствии с *ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2,* в которых в случае выбросов критерий Диксона заменен на критерий Граббса. В испытаниях приняли участие от 40 до 52 лабораторий. Были исследованы *следующие* пробы: рыбная мука, тапиока, мука из мясных отходов, корм для поросят, корм для бройлеров, ячмень, меласса, экспеллерная копра. Статистические результаты межлабораторных испытаний приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Статистические результаты межлабораторных испытаний

Наименование показателя	*Значение показателя для* проб[a]:							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Среднее *значение* содержания сырой золы, г/кг	179,8	59,1	175,5	50,2	42,7	19,6	119,9	35,8
Среднеквадратическое отклонение повторяемости, s_r, г/кг	1,0	0,9	0,9	0,8	0,3	0,4	1,3	0,2
Коэффициент вариации повторяемости, %	0,5	1,5	0,5	1,5	0,8	1,8	1,1	0,7
Предел повторяемости, *r*, г/кг	2,7	2,4	2,5	2,1	0,9	1,0	3,6	0,7
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости, S_R, г/кг	1,4	1,1	1,9	1,1	0,7	0,6	3,1	0,5
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	0,8	1,9	1,1	2,1	1,7	3,2	2,6	1,5
Предел воспроизводимости, *R*, г/кг	4,1	3,1	5,4	3,0	2,1	1,8	8,8	1,5

[a] 1 — рыбная мука; 2 — тапиока, 3 — мясная мука, 4 — корм для поросят, 5 — корм для бройлеров, 6 — ячмень, 7 — меласса 8 — экспеллерная копра

Приложение ДА
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДА.1

Структура международного стандарта		*Структура межгосударственного стандарта*	
подраздел	*пункт*	*подраздел*	*пункт*
Раздел 5		*Раздел 5*	
5.1	—	*5.1*	—
5.2	—	*5.2*	—
5.3	—	*5.3*	—
5.4	—	*5.4*	—
5.5	—	*5.5*	—
5.6	—	*5.6*	—
—	—	*5.7*	—
Раздел 6		*Раздел 6*	
Раздел 7		*Раздел 7*	
Раздел 8		*Раздел 8*	
Раздел 9		*Раздел 9*	
Раздел 10		*Раздел 10*	
Приложение	*А*	*Приложение*	*А*
	—		*ДА*
Библиография		—	

Примечания

1 Сравнение структур стандартов приведено, начиная с раздела 5, так как предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.

2 В раздел 5 настоящего стандарта добавлен неуказанный используемый реактив.

3 В соответствии с ГОСТ 1.5-2001 и ГОСТ 1.3-2008 настоящий стандарт дополнен приложением ДА «Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта».

4 В настоящем стандарте исключен раздел «Библиография», т.к. международные стандарты, приведенные в данном разделе, заменены на идентичные межгосударственные стандарты и включены в раздел «Нормативные ссылки».

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120 MOD

Ключевые слова: корма, комбикорма, методы, сырая зола, прокаливание, озоление, тигель для прокаливания, печь муфельная, эксикатор

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60 ×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 572.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru