МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения сырой золы

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 4, Центральным институтом научного агрохимического обслуживания сельского хозяйства, Всероссийским научно-исследовательским институтом комбикормовой промышленности

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12 октября 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикский государственный центр по стандартизации, метрологии и сертификации
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Украина	Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ИСО 5984—78 «Корма для животных. Определение содержания сырой золы» в части метода определения содержания сырой золы, Раздел 2 Весовой метод (второй)

4 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации 29 февраля 1996 г. № 140 межгосударственный стандарт ГОСТ 26226—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 26226—84

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2003 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1996
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения сырой золы

Fodder, mixed fodder and mixed fodder raw material.
Methods for determination of raw ash

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт распространяется на корма растительные, комбикорма, комбикормовое сырье и устанавливает весовые методы определения сырой золы.

Стандарт не распространяется на дрожжи кормовые по ГОСТ 20083 и ГОСТ 28178.

Сущность метода заключается в определении массы остатка после сжигания и последующего прокаливания пробы.

1 Весовой метод (первый)

1.1 Методы отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 27262.

1.2 Аппаратура, реактивы и материалы

Измельчитель проб растений ИПР-2 или других аналогичных марок.

Мельница лабораторная МРП-2 или других аналогичных марок.

Ножницы.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104*.

Сушилка кормов СК-1 или шкаф сушильный лабораторный с погрешностью поддержания температуры не более 5 °С (или сушилка и шкаф аналогичных марок).

Печь муфельная с регулируемым нагревом.

Щипцы для тиглей муфельные.

Плитка электрическая или горелка газовая.

Тигли фарфоровые № 3 или 4, низкие по ГОСТ 9147.

Эксикатор по ГОСТ 25336 или аналогичных марок.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Банки стеклянные или пластмассовые вместимостью 250 $см^3$ с плотно закрывающимися пробками или крышками.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, предварительно прокаленный в течение 2 ч при температуре 250—300 °С.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, 30 %-ный водный раствор, х. ч., ч.д.а. и раствор, разбавленный дистиллированной водой в 10 раз по объему (1:9).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение импортной лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

*С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

1.3 Подготовка к испытанию

1.3.1 Подготовка проб

Объединенные пробы сена, силоса, сенажа или зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см. Корнеплоды и клубнеплоды измельчают на пластинки (ломтики) толщиной до 0,8 см.

Из объединенной пробы выделяют среднюю пробу, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Пробы высушивают в сушильном шкафу при температуре 60—65 °С до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу измельчают на мельнице и просеивают через сито. Трудно измельчаемый остаток на сите после измельчения ножницами или в ступке добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Средние пробы комбикормов, зерна, жмыхов, шротов, гранул травяной и витаминной муки из древесной зелени размалывают и просеивают через сито без предварительного подсушивания или в случае необходимости после предварительного высушивания до воздушно-сухого состояния.

Подготовленные для испытаний пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке в сухом месте.

1.3.2 Подготовка тиглей

Тигель прокаливают в печи при температуре (525±25) °С в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на весах 2-го класса точности. Этот процесс повторяют (прокаливая тигель в течение 30 мин) до достижения постоянной массы тигля, т. е. разность результатов двух последовательных взвешиваний не должна превышать 0,001 г. Прокаленный и доведенный до постоянной массы тигель хранят в эксикаторе над хлористым кальцием.

1.4 Проведение испытания

1.4.1 В тигель, высушенный до постоянной массы, помещают испытуемую пробу массой около 0,5—2 г (количество определяемой золы должно составлять не менее 50 мг). Пробу укладывают в тигель без уплотнения для того, чтобы в ее нижние слои поступал кислород воздуха. Пробой заполняют не более половины тигля.

Тигель с пробой взвешивают с точностью до 0,001 г, затем его помещают в холодную печь и повышают температуру до 200—250 °С (до появления дыма). Допускается проводить предварительное сжигание пробы у открытой дверцы муфеля, нагретого до темно-красного каления (525±25) °С, на электрической плитке или газовой горелке, в вытяжном шкафу, избегая воспламенения пробы.

После прекращения выделения дыма температуру печи доводят до (525±25) °С и прокаливают тигель с пробой в течение 4—5 ч. Отсутствие частичек угля и равномерный серый цвет золы указывают на полное озоление материала.

1.4.2 При наличии частиц угля тигель с золой охлаждают на воздухе, прибавляют несколько капель дистиллированной воды и 1—2 $см^3$ 3 %-ного раствора перекиси водорода. Содержимое тигля выпаривают (в сушильном шкафу, на электроплитке или другим способом), тигель помещают в печь и прокаливают при температуре (525±25) °С в течение 1 ч. По окончании прокаливания тигель с золой охлаждают в выключенной печи, затем в эксикаторе и взвешивают. В случае необходимости дальнейшее прокаливание тигля с золой при вышеуказанной температуре проводят в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Постоянство массы считается достигнутым, если разность результатов двух последовательных взвешиваний составляет не более 0,001 г.

Примечание. Массу полученной сырой золы допускается использовать для определения зольных элементов.

1.5 Обработка результатов

1.5.1 Массовую долю сырой золы (X) в процентах в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} 100,$$

где m_0 — масса тигля, г;

m_1 — масса тигля с пробой до озоления, г;

m_2 — масса тигля с золой, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Результаты вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс}$) и между

двумя результатами, полученными в разных условиях ($D_{абс}$) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать следующих значений:

$$d_{абс} = 0,028\bar{X} + 0,11;$$

$$D_{абс} = 0,064\bar{\bar{X}} + 0,083,$$

где $\bar{X}$ — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, %;

$\bar{\bar{X}}$ — среднеарифметическое результатов двух определений, выполненных в разных условиях, %.

Предельную погрешность результата испытания ($\Delta_{\Sigma абс}$) при односторонней доверительной вероятности $P = 0,95$ вычисляют по формуле

$$\Delta_{\Sigma абс} = 0,038\,\bar{\bar{X}} + 0,049.$$

Предельную погрешность результата испытания используют при оценке качества кормов.

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии исследуемых проб стандартных образцов (СО). Если разница между воспроизведенной и аттестованной в СО массовой долей сырой золы ($\bar{D}$) не превышает

$$\bar{D} = 0,045X_{атт} + 0,059,$$

где $\bar{D}$ — допускаемое отклонение среднего результата анализа от аттестованного значения компонента, %;

$X_{атт}$ — аттестованное значение анализируемого компонента, взятое из свидетельства на СО, в этом случае (при обязательном проведении выборочного статистического контроля сходимости параллельных) за результат испытания принимают результат единичного определения. Контрольные анализы образцов испытуемой партии и анализы СО проводят в 2 параллельных определениях.

1.5.2 Массовую долю сырой золы (X_1) в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X\,100}{100 - W},$$

где X — массовая доля сырой золы в испытуемой пробе, %;

W — влажность испытуемой пробы, %.

2 Весовой метод (второй)

2.1 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная в пп. 2.1.1 — 2.1.6.

2.1.1 Аналитические весы

2.1.2 Электрическая муфельная печь с регулируемой температурой нагрева, снабженная пирометром. Контроль за температурой должен обеспечивать поддержание температуры внутри печи, куда помещаются тигли, до 550 °С с погрешностью не более 20 °С.

2.1.3 Сушильный шкаф с регулируемой температурой (103±2) °С.

2.1.4 Электрическая плитка или газовая горелка.

2.1.5 Тигель для сжигания из платины или сплава платины с золотом (например 10 % Pt, 90 % Au) или другого материала, не изменяющегося в процессе испытания, предпочтительно прямоугольный, с площадью поверхности около 20 см^2 и высотой около 2,5 см.

Примечание. При сжигании образцов, склонных к набуханию при обугливании, используют тигли с площадью поверхности около 30 см^2 и высотой около 3 см.

2.1.6 Эксикатор, заправленный эффективным водопоглощающим веществом

2.2 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 27262.

Образцы хранят в условиях, предотвращающих разрушение и изменение состава.

2.3 Проведение испытания

2.3.1 Взятие навески испытуемой пробы

Около 5 г испытуемой пробы взвешивают с точностью 0,001 г в тигель, который предварительно прокаливают в течение не менее 30 мин в муфельной печи при температуре 550 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью 0,001 г.

2.3.2 Определение сырой золы

Тигель, содержащий навеску испытуемой пробы, помещают на электрическую плитку или над газовой горелкой и постепенно нагревают до тех пор, пока навеска не обуглится. Тигель переносят в муфельную печь, предварительно нагретую до температуры 550 °С, и оставляют его на 3 ч. После этого визуально проверяют наличие частиц угля в золе. Если в золе содержатся частицы угля, тигель снова помещают в муфельную печь еще на 1 ч. Если после этого в золе все еще визуально обнаруживаются частички угля или имеются сомнения в их наличии, тигель с золой охлаждают, золу увлажняют дистиллированной водой и содержимое тигля осторожно выпаривают в сушильном шкафу досуха при температуре (103±2) °С. Тигель снова помещают в муфельную печь и прокаливают в течение еще 1 ч. Затем тигель охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и быстро взвешивают с точностью 0,001 г.

Примечание. Сырая зола, полученная вышеописанным способом, может быть затем использована для определения содержания золы, не растворимой в соляной кислоте.

2.3.3 Число определений

Выполняют два определения из двух навесок одной и той же пробы.

2.4 Обработка результатов

Массовую долю сырой золы (X') в процентах в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X' = \frac{(m_2 - m_0)\,100}{m_1 - m_0},$$

где m_0 — масса пустого тигля, г;

m_1 — масса тигля с навеской испытуемой пробы, г;

m_2 — масса тигля с сырой золой, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух определений при удовлетворении требования сходимости. Результат выражают с точностью 0,1 % (*m/m*).

2.4.1 Сходимость

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одновременно или сразу друг за другом одним и тем же аналитиком, не должно превышать:

0,3 (абсолютное значение) — при содержании сырой золы менее 3 % (*m/m*);

10 % от среднего значения — при содержании сырой золы от 3 до 5 % (*m/m*);

0,5 (абсолютное значение) — при содержании сырой золы от 5 до 20 % (*m/m*);

2,5 % от среднего значения — при содержании сырой золы от 20 до 40 % (*m/m*);

1 (абсолютное значение) — при содержании сырой золы 40 % и более (*m/m*).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 450—77	1.2
ГОСТ 6709—72	1.2
ГОСТ 9147—80	1.2
ГОСТ 10929—76	1.2
ГОСТ 13496.0—80	1.1; 2.2
ГОСТ 13586.3—83	1.1; 2.2
ГОСТ 13979.0—86	1.1; 2.2
ГОСТ 20083—74	Вводная часть
ГОСТ 24104—88	1.2
ГОСТ 25336—82	1.2
ГОСТ 27262—87	1.1; 2.2
ГОСТ 28178—89	Вводная часть

УДК 636.087.7.001.4:006.354 МКС 65.120 С19

Ключевые слова: корма, комбикорма, комбикормовое сырье, методы определения сырой золы, весовой метод (первый), (второй), отбор проб, аппаратура, реактивы, материалы, испытания, обработка результатов

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 02.07.2003. Подписано в печать 19.08.2003. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60.
Тираж 121 экз. С 11653. Зак. 722.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru