

КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ**Методы определения влаги**Compound feeds, raw material.
Methods for determination of moisture**ГОСТ
13496.3—92****(ИСО 6496—83)**

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 убитой влаги (отношения массы убитой 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 В₁₂.

2.1. А п п а р а т у р а , м а т е р и а л ы , р е а к т и в ы

Шкаф сушильный электрический СЭШ-1, СЭШ-3М или другого типа с терморегулятором, обеспечивающим создание и поддержание 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.

Сито из решетчатого 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/см³.

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

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 $1,84 \text{ г/см}^3$ 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 $130 \text{ }^\circ\text{C}$

2.3.1.1. Две пронумерованные открытые бюксы и крышки высушивают в сушильном шкафу в течение 30 мин при температуре $130 \text{ }^\circ\text{C}$, 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 $(5,00 \pm 0,05) \text{ г}$, 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 $(130 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$. Высушивание проводят в течение 40 мин, считая с момента установления температуры $130 \text{ }^\circ\text{C}$.

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 $100\text{--}105 \text{ }^\circ\text{C}$

2.3.2.1. Две пронумерованные открытые бюксы и крышки высушивают в сушильном шкафу при температуре $100\text{--}105 \text{ }^\circ\text{C}$ 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 $(5,000 \pm 0,005) \text{ г}$, 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 $100\text{--}105 \text{ }^\circ\text{C}$. Высушивание проводят в течение 2 ч, считая с момента установления температуры $100 \text{ }^\circ\text{C}$.

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 $0,005 \text{ г}$.

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 среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, которые вычисляют до второго десятичного знака и округляют до десятых долей процента.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{авс}$) и между результатами, полученными в разных условиях ($D_{авс}$), 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 нержавеющей 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 (СаО) (300 г СаО 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

С. 4 ГОСТ 13496.3—92

в течение 4 ч с момента установления температуры в печи 80 °С. Постепенно доводят давление 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 среднее арифметическое 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 ВНИО «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