

КОРМА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения содержания влаги

Издание официальное

БЗ 8—2004

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО), Всероссийским научно-исследовательским институтом кормов им. В.Р. Вильямса (ВНИИкормов), Всероссийским научно-исследовательским институтом комбикормовой промышленности (АООТ «ВНИИКП»), МТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21 ноября 1997 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Изменение № 1 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 24 от 5 декабря 2003 г.)

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, KZ, KG, MD, RU, TJ, TM, UZ, UA [коды альфа-2 по МК(ИСО 3166) 004]

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 19 марта 1998 г. № 69 межгосударственный стандарт ГОСТ 27548—97 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 27548—87

5 ИЗДАНИЕ (июль 2005 г.) с Изменением № 1, принятым в марте 2004 г. (ИУС 6—2004)

© ИПК Издательство стандартов, 1998
© Стандартиформ, 2005

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

КОРМА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения содержания влаги

Vegetable feeds.
Methods for determination of moisture content

Дата введения 1999—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды растительных кормов — сено, солому, сennую резку, жмыхи, шроты, травяные гранулы и брикеты, силос, сенаж, зеленые корма, корнеплоды, клубнеплоды и устанавливает методы определения содержания влаги.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 13979.0—86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 27262—87 Корма растительного происхождения. Методы отбора проб

ГОСТ 28736—90 Корнеплоды кормовые. Технические условия

3 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 27262, ГОСТ 28736 и ГОСТ 13979.0.
Разделы 2,3 (Измененная редакция, Изм. № 1).

4 Определение общей влаги высушиванием при температуре $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$ (основной метод)

Сущность метода заключается в высушивании продукта до постоянной массы при температуре $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Метод распространяется на все виды растительных кормов.

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Измельчитель проб растений ИПР-2.

Мезгообразователь МЛ-1.

Мельница лабораторная МРП-2 или другие измельчающие устройства кулачкового или ножевого типа, обеспечивающие не более чем за три цикла продолжительностью 15 с (с отсеиванием после каждого измельчения) проход не менее 70 % измельченной массы шрота или жмыха с ожидаемой маслянистостью до 10 % включительно через сито с отверстиями диаметром 0,25 мм или не менее 90 % — для жмыхов с ожидаемой маслянистостью более 10 % через сито с отверстиями диаметром 0,5 мм.

Сушилка кормов СК-1 или шкаф сушильный электрический с терморегулятором, с погрешностью не более $\pm 2^\circ\text{C}$.

Сита с отверстиями диаметром 0,25; 0,5 и 1 мм.

Ножницы.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Фарфоровые чашки диаметром 12 см по ГОСТ 9147 или кюветы металлические с сетчатым дном размером 45 см $\times$ 26 см $\times$ 5 см или кюветы, сделанные из крафт-бумаги, аналогичного или иного размера, удобного для высушивания образцов.

Бюксы стеклянные по ГОСТ 25336 диаметром 20 мм и высотой 35 мм и диаметром 25 мм и высотой 45 мм или бюксы алюминиевые диаметром 50 мм и высотой 40 мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336, запаянный хлористым кальцием, прокаленным при температуре 250°C — 300°C в течение 2 ч.

Щипцы муфельные для тиглей.

Палочки стеклянные диаметром 3—5 мм.

Бумага лакмусовая красная.

Песок кварцевый.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., ч.д.а., концентрированная и разбавленная дистиллированной водой 1:1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,001$ г.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,01$ г.

Примечание — Допускается использовать другую аппаратуру, мерную посуду, имеющую такие же или лучшие метрологические характеристики, а также реактивы по квалификации не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2 Подготовка к испытанию

4.2.1 Подготовка проб

Из точечных проб анализируемых кормов, отобранных пробоотборником или вручную, составляют объединенную пробу, которую помещают на полиэтиленовую пленку, перемешивают, затем разравнивают тонким слоем и делят по диагонали на четыре треугольника (метод квартования), из которых два противоположных удаляют, а из двух оставшихся образуют среднюю пробу.

Среднюю пробу сена, соломы, сенной резки, силоса, сенажа или зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см, корнеплоды и клубнеплоды нарезают ломтиками толщиной до 0,8 см или измельчают на мезгообразователе. Измельченную пробу тщательно перемешивают и методом квартования выделяют часть средней пробы, масса которой после высушивания должна быть не менее 150 г.

Высушивают пробы в сушильном шкафу при температуре 60°C — 65°C до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито диаметром отверстий 1 мм. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части и перемешивают.

Среднюю пробу комбикормов, травяной муки, жмыхов, шротов, брикетов и гранул размалывают без предварительного подсушивания. Размолотый материал просеивают через сито, остаток на сите измельчают, добавляют к пробе и перемешивают.

Пробы хранят в сухом месте в чистой стеклянной или пластмассовой банке с плотно закрывающейся крышкой или пробкой.

4.2.2 Очистка кварцевого песка

Кварцевый песок сначала промывают водопроводной водой, затем заливают разбавленной соляной кислотой 1:1 и оставляют на сутки. После этого песок промывают водопроводной водой до исчезновения кислой реакции на лакмус, а затем дистиллированной водой и высушивают. Прокаливание проводят в течение 2 ч при температуре 250°C — 300°C и после остывания песок просеивают через сито диаметром отверстий 1 мм.

4.3 Проведение испытания

Стеклянные или алюминиевые бюксы, а также чашки Петри или Коха высушивают при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Для определения влаги в корнеплодах и клубнеплодах, а также в жидких и пастообразных кормах в тару перед

высушиванием помещают стеклянную палочку и 10—15 г кварцевого песка и после высушивания и охлаждения взвешивают тару вместе с палочкой и песком.

Во взвешенную тару помещают навеску испытуемой пробы массой для силоса, сенажа, зеленых кормов, корнеклубнеплодов — 25,0—50,0 г; сена, соломы, сеной резки, брикетов, гранул — 10,0—15,0 г; жмыхов и шротов — 5,0 г. Взвешивание тары, пробы, а также тары с высушенной пробой при массе навески анализируемой пробы 10 г и менее проводят с погрешностью не более 0,001 г, более 10 г — с погрешностью не более 0,01 г.

Навески корнеплодов и клубнеплодов тщательно перемешивают с песком стеклянной палочкой, которую оставляют в бюксе или чашке. Тару с испытуемой пробой помещают в сушильный шкаф. Крышку снимают и ставят рядом. Высушивание проводят при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$. После сушки бюксы и чашки закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе в течение 40—50 мин.

В зависимости от содержания влаги высушивание пробы проводят в течение 3—6 ч. После высушивания пробу можно оставить на лабораторном столе на ночь. На другой день пробу взвешивают, затем ставят подсушить на 1 ч и после охлаждения в течение 1 ч снова взвешивают. Первое взвешивание высушенных навесок жмыхов и шротов проводят через 2 ч, последующие — через 1 ч до получения постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между первым и вторым взвешиванием высушенной и охлажденной пробы не превышает 0,5 % массы высушенной пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4 Обработка результатов

Массовую долю влаги X , %, в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_2 - M_1}{M_2 - M_3} \cdot 100, \quad (1)$$

где M_2 — масса тары с пробой до высушивания, г;

M_1 — масса тары с пробой после высушивания, г;

M_3 — масса тары (при определении влаги в корнеклубнеплодах, а также в жидких и пастообразных кормах, масса тары включает и массу кварцевого песка и стеклянной палочки), г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{\text{абс.}}$) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать следующего значения

$$d_{\text{абс.}} = 0,05 \bar{X} + 0,24, \quad (2)$$

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

Допускаемое расхождение между двумя результатами, полученными в разных лабораториях, не должно превышать следующего значения:

$$D_{\text{абс.}} = 0,09 \bar{X} + 0,40,$$

где $\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух испытаний, выполненных в разных лабораториях, %.

При проведении анализа пробы в разных лабораториях образец должен храниться в условиях, полностью исключающих потерю влаги.

Предельную погрешность результата анализа (Δ_x абс.) при односторонней доверительной вероятности $P = 0,95$ вычисляют по формуле

$$\Delta_x = 0,06 \bar{X} + 0,21. \quad (3)$$

5 Определение общей влаги высушиванием при температуре 130°C

Сущность метода заключается в высушивании анализируемой пробы при температуре $(130 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 40 мин. Метод распространяется на сено, солому, сеноу резку, травяные гранулы и брикеты.

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы — по 4.1.

5.2 Подготовка к испытанию

5.2.1 Подготовка проб — по 4.2.1.

5.3 Проведение испытания

Открытые стеклянные или алюминиевые бюксы с крышками высушивают в сушильном шкафу при температуре $(130 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г. Затем в бюксы помещают навеску испытуемой пробы массой 10,0—15,0 г, взвешенную с погрешностью не более 0,001 г. Открытые бюксы с пробой и крышками помещают в сушильный шкаф, нагретый до 130°C , и высушивают при температуре $(130 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 40 мин. Затем бюксы вынимают тигельными щипцами из сушильного шкафа, быстро закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

5.4 Обработка результатов

Обработку результатов проводят по 4.4.

6 Определение общей влаги высушиванием при температуре 115°C

Сущность метода заключается в высушивании анализируемой пробы при температуре $(115 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 3—4 ч. Метод распространяется на силос, сенаж, зеленые корма, корнеплоды, клубнеплоды.

6.1 Аппаратура, материалы и реактивы — по 4.1.

6.2 Подготовка к испытанию

6.2.1 Подготовка проб — по 4.2.1.

6.3 Проведение испытания

Фарфоровые чашки высушивают при температуре $(115 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 30 мин, охлаждают на лабораторном столе до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г. Во взвешенные чашки помещают навеску испытуемой пробы массой 40,0—50,0 г и высушивают в сушильном шкафу при температуре $(115 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 3—4 ч. За этот период пробу в чашке 2—3 раза перемешивают стеклянной палочкой так, чтобы кусочки пробы не выпадали из чашки. После высушивания пробу охлаждают на лабораторном столе до комнатной температуры и взвешивают.

6.4 Обработка результатов

Обработку результатов проводят по 4.4.

7 Двухступенчатое определение общей влаги

Сущность метода заключается в последовательном определении в пробе сначала первоначальной влаги путем высушивания пробы при температуре 60°C — 65°C и доведения до воздушно-сухого состояния, а затем гигроскопической влаги высушиванием воздушно-сухой пробы при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$. Массовая доля влаги в испытуемой пробе определяется расчетным путем исходя из массовой доли первоначальной и гигроскопической влаги.

Метод распространяется на силос, сенаж, зеленые корма, жидкие и пастообразные корма, корнеплоды, клубнеплоды.

7.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы — по 4.1.

7.2 Подготовка к испытанию

7.2.1 Подготовка проб — по 4.2.1.

7.3 Проведение испытания**7.3.1 Определение первоначальной влаги**

Сухую тару (фарфоровые чашки или кюветы) взвешивают на лабораторных весах с погрешностью не более 0,01 г. Во взвешенную тару помещают анализируемую пробу и после взвешивания помещают в сушильный шкаф. Высушивание проводят при температуре 60°C — 65°C до воздушно-сухого состояния. Охлаждение пробы проводят на лабораторном столе в течение 1 ч.

Для проверки полноты высушивания чашку с пробой снова ставят в сушильный шкаф на 1 ч. Затем охлаждают на воздухе, как указано выше, и снова взвешивают. Массу считают постоянной, если разница между первым и вторым взвешиванием высушенной и охлажденной пробы не превышает 0,5 % массы высушенной пробы.

Высушенную пробу размалывают, просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Остаток на сите измельчают ножницами или в ступке, добавляют к просеянной части и перемешивают.

Пробу хранят в сухом месте в чистой стеклянной или пластмассовой банке с плотно закрывающейся крышкой или пробкой. Масса подготовленной пробы должна быть не менее 150 г.

7.3.2 Определение гигроскопической влаги

Открытые стеклянные или алюминиевые бюксы с крышками высушивают в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч, затем закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г. После этого в бюксы помещают навеску размолотой воздушно-сухой пробы массой 2—3 г, взвешенную с вышеуказанной погрешностью. Бюксы с пробами помещают в сушильный шкаф, крышки бюксов снимают и ставят рядом или кладут на бюксы ребром. Высушивание проводят при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 3 ч. Затем бюксы закрывают крышками, вынимают из шкафа, охлаждают в течение 40—50 мин в эксикаторе и взвешивают.

7.4 Обработка результатов

7.4.1 Массовую долю первоначальной влаги в процентах вычисляют по 4.4.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений рассчитывают по 4.4.

7.4.2 Массовую долю гигроскопической влаги в процентах вычисляют по 4.4.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

7.4.3 Массовую долю общей влаги X_1 , %, в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X_2 (100 - X_2)}{100} + X_2, \quad (3)$$

где X_1 — массовая доля первоначальной влаги, %;

X_2 — массовая доля гигроскопической влаги, %.

8 Определение содержания влаги на приборе ВЧМ (влагомер чижовой, модернизированный)

Сущность метода заключается в высушивании анализируемой пробы при температуре 160°C во влагомере Чижовой в течение 5—10 мин.

Данный экспресс-метод распространяется на зеленую кормовую массу в период заготовки кормов.

8.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Влагомер Чижовой, модернизированный.

Листы бумаги размером 16×16 см.

8.2 Подготовка к испытанию

8.2.1 Подготовка проб — по 4.2.1.

8.3 Проведение испытания

Берут квадратные листы бумаги размером 16×16 см, перегибают их пополам по диагонали, затем загибают края. Размеры пакета могут быть изменены так, чтобы его края не выходили за пределы прибора. Приготовленный пакет помещают в прибор, разогретый до температуры 160°C , высушивают в течение 3 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

Навеску испытуемой пробы массой 3,0—5,0 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, переносят в предварительно высушенный и взвешенный пакет, равномерно распределяя ее по всей площади. Пакет с навеской помещают в разогретый прибор и высушивают в течение 5—10 мин (в зависимости от содержания влаги в пробе). Высушенный пакет с пробой охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

8.4 Обработка результатов

Массовую долю влаги X_2 , %, в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(M_1 + M_2) - M_3}{M_2} \cdot 100, \quad (4)$$

где M_1 — масса высушенного пакета, г;

M_2 — масса навески, г;

M_3 — масса пакета с навеской после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{\text{абс.}}$) и допускаемое расхождение между двумя результатами, полученными в разных лабораториях, $D_{\text{абс.}}$ — по 4.4.

Содержание сухого вещества в анализируемой пробе находят путем вычитания массовой доли влаги из 100.

9 Требования техники безопасности

Все работы, связанные с приготовлением раствора кислоты, ее хранением, следует проводить в вытяжном шкафу. Необходимо строго соблюдать требования техники безопасности при работе на электроприборах.

УДК 636.085.3:006.354

МКС 65.120

С19

ОКСТУ 9209

Ключевые слова: корма, содержание влаги, методы определения

Редактор *О.В. Гелемеева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 16.08.2005. Формат 60×84^{1/8}. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 160 экз. Зак. 494. С 1573.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано в ИПК Издательство стандартов на ПЭВМ

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.