
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

ФОСФАТЫ КОРМОВЫЕ**Методы определения воды**Feed phosphates.
Methods for determination of water**ГОСТ
24596.6—81**МКС 65.120
ОКСТУ 2109Дата введения **01.01.82**

Настоящий стандарт распространяется на кормовые фосфаты, получаемые из минерального сырья, содержащие от 0,05 до 5 % воды, и устанавливает методы ее определения.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 24596.0.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ МЕТОДОМ ВЫСУШИВАНИЯ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на измерении потери массы воды продуктом при высушивании при заданных температуре и времени.

2.2. Аппаратура и реактивы

Термоизлучатель типа ЭС-3, вмонтированный в кожух, или другой аналогичный.

Шкаф сушильный типа ШС-40 М или другой аналогичный с погрешностью регулирования температуры до $\pm 2,5$ °С.

Бюкса СВ диаметром 30—40 мм и высотой 50—65 мм и СН диаметром 32—68 мм и высотой 50 мм по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый (обезвоженный) по ТУ 6—09—4711, ч, предварительно прокаленный при 250—300 °С в течение 1—2 ч, или окись алюминия активная по ГОСТ 8136.

2.3. Проведение анализа

2—5 г анализируемого продукта, подготовленного по ГОСТ 24596.1, взвешивают в предварительно высушенной до постоянной массы бюксе с закрытой крышкой. Результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

Открытую бюксу с пробой помещают в нагретый сушильный шкаф. Температура и время сушки указаны в нормативно-технической документации на конкретный продукт. При сушке под термоизлучателем открытую бюксу с пробой помещают на асбест под кожух под центр термоизлучателя и сушат при температуре (75 ± 5) °С в течение 30 мин.

Бюксу закрывают крышкой, выдерживают в эксикаторе над хлористым кальцием или окисью алюминия в течение 30 мин и взвешивают.

Пустую бюксу и с пробой до и после высушивания взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.4. Обработка результатов

Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески анализируемой пробы, г;

m_1 — масса бюксы с пробой до высушивания, г;

m_2 — масса бюксы с пробой после высушивания, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать:

0,05 % — при массовой доле воды до 0,5 %;

0,2 % — при массовой доле воды свыше 0,5 до 2 %;

0,4 % — при массовой доле воды свыше 2 до 5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ — ПО МЕТОДУ КАРЛА ФИШЕРА

3.1. Определение воды проводят по ГОСТ 14189.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2—3.4. (Исключены, Изм. № 1).

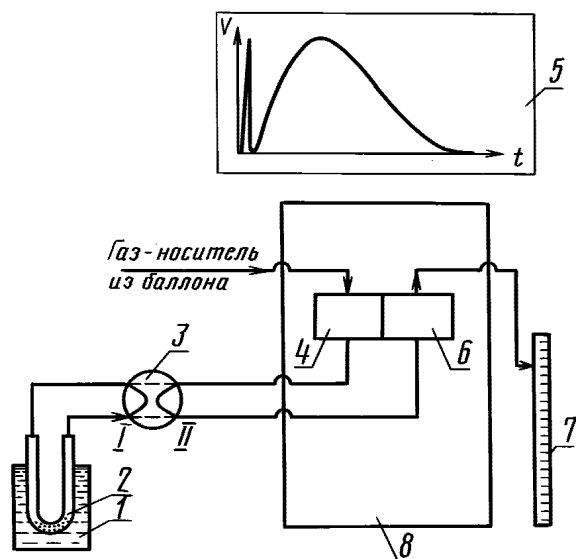
4. ДИНАМИЧЕСКИЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

4.1. Сущность метода

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

4.2. Аппаратура и реактивы

Схема установки для определения воды динамическим хроматографическим методом



1 — стакан вместимостью 250 см³; 2 — U-образная 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; 7 — измеритель скорости; 8 — термостат

Черт. 2*

Хроматограф лабораторный унифицированный серии ЛХМ-8МД, модель 1, подключенный в схему установки (черт. 2), или другой аналогичный.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Градуировка прибора

Для градуировки прибора в сухую U-образную трубку вводят с помощью жидкостного микрошприца 0,001—0,010 см³ воды. Концы трубки подсоединяют резиновым шлангом встык на четырехходовом кране в схему хроматографа между сравнительной и измерительной ячейками детектора.

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

Участок диаграммы, очерченный нулевой линией и кинетической кривой, вырезают и взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака или определяют площадь по кривой с помощью интегратора.

Градуировку прибора проводят не реже одного раза в 5 сут.

*Черт. 1. (Исключен, Изм. № 2).

4.4. Проведение анализа

0,3—1,0 г анализируемого продукта взвешивают в сухой U-образной трубке, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака. Последующие операции выдувания воды из продукта проводят так же, как указано в п. 4.3.

4.5. Обработка результатов

Массовую долю воды (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot m_2 \cdot 100}{m_3 \cdot m},$$

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

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

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 анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать:

0,05 % — при массовой доле воды до 1 %;

0,4 % — при массовой доле воды свыше 1 до 5 %.

4.3—4.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР****2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.02.81 № 706****3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ****4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|-------------------------|
| ГОСТ 8136—85 | 2.2 |
| ГОСТ 9293—74 | 4.2 |
| ГОСТ 14189—81 | 3.1 |
| ГОСТ 24596.0—81 | 1.1 |
| ГОСТ 24596.1—81 | 2.3 |
| ГОСТ 25336—82 | 2.2 |
| ТУ 6—09—4711—81 | 2.2 |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**6. ИЗДАНИЕ (апрель 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1986 г., декабре 1990 г. (ИУС 5—86, 3—91)**