ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі

АСТЫҚ ЖӘНЕ АСТЫҚ ӨНІМДЕРІ
Ылғалдылықты анықтаудың инфрақызылды термогравиметриялық әдісі

ЗЕРНО И ЗЕРНОПРОДУКТЫ
Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности

ҚР СТ 2.195-2010

(ГОСТ Р 8.633-2007 «Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Астық және астық өнімдері. Ылғалдылықты анықтаудың инфрақызылды термогравиметриялық әдісі», MOD)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі

АСТЫҚ ЖӘНЕ АСТЫҚ ӨНІМДЕРІ
Ылғалдылықты анықтаудың инфрақызылды термогравиметриялық әдісі

ҚР СТ 2.195-2010

(ГОСТ Р 8.633-2007 «Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Астық және астық өнімдері. Ылғалдылықты анықтаудың инфрақызылды термогравиметриялық әдісі», MOD)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан метрология институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2010 жылғы 2 қарашадағы № 487-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт «Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі» Ресей Федерациясының (РФ) ГОСТ Р 8.633-2007 ұлттық стандартына түрлендірілген. Астық және астық өнімдері. Ылғалдылықты өлшеудің инфрақызылды термогравиметриялық әдісі».

Мәтін бойынша ГОСТ Р 8.633-2007 ережелерінен айрықша ережелер көлбеу қаріппен белгіленген.

Сәйкестік дәрежесі– түрлендірілген (MOD).

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2015 жыл
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілген өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгерістер мәтіні - ай сайынғы «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемелеріне жарияланады. Осы стандарт қайта қаралған (жойылған) немесе ауыстырылған жағдайда, тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Терминдер, анықтамалар, белгілер және қысқартулар	2
4	Негізгі ережелер	2
5	Өлшеу нәтижелері қателіктерінің сипаттамалары	3
6	Өлшеуді орындау шарттары	3
7	Өлшеулерді орындау кезінде пайдаланылатын көмекші жабдықтар және инфрақызылды термогравиметриялық ылғалөлшегіштерге талаптар	3
8	Өлшеуді орындауға дайындық	4
9	Өлшеуді орындау	4
10	Өлшеу нәтижелерін рәсімдеу және өңдеу	4
11	Өлшеу нәтижелерінің қателігін бақылау	5
А қосымшасы (міндетті)	Инфрақызылды сәулелер әсерінен астық және астық өнімдерінің қызуының ерекшелігі	9
Библиография		10

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі
АСТЫҚ ЖӘНЕ АСТЫҚ ӨНІМДЕРІ
Ылғалдылықты анықтаудың инфрақызылды термогравиметриялық әдісі

Енгізілген күні 2011-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт дәнді дақыл астыққа және одан жасалған ұн, кебек, жарма (бұдан әрі - астық және астық өнімдері) өнімдеріне таралады және астық және астық өнімдерінің ылғалдылығын анықтаудың инфрақызылды термогравиметриялық әдісін белгілейді.

Осы стандарт астық және астық өнімдерінің ылғалдылықтарына жедел сараптау жүргізу кезінде сондай-ақ инфрақызылды термогравиметриялық ылғал өлшегіштердің нақты типтерінің көмегімен астық және астық өнімдерінің ылғалдылығын өлшемдерді орындау әдістемесі және өңдеу кезінде қолданылуы мүмкін.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты пайдалану үшін мынадай сілтемелік нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 2.4-2007 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшем құралдарын салыстырып тексеру. Ұйымдастыру және жүргізу тәртібі.

ҚР СТ 2.18-2009 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшемдерді орындау әдістемесі. Өңдеу, метрологиялық аттестттау, тіркеу және қолдану тіртібі.

ҚР СТ 2.21-2007 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшем құралдарына сынақ жүргізу және типін бекіту тәртібі.

ҚР СТ 2.30-2007 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшем құралдарына метрологиялық аттестаттау жүргізу тәртібі.

ҚР СТ 2.75-2009 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Сынау жабдығын аттестаттау тәртібі.

ҚР СТ ГОСТ Р 50779.42-2003 Статистикалық әдістер. Шухарттың бақылау карталары.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Әдістердің дәлдігі (дұрыстық және дәлдік) және өлшеу нәтижелері. 1-тарау. Анықтамалар және негізгі ережелер.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Әдістердің дәлдігі (дұрыстық және дәлдік) және өлшеу нәтижелері. 6-тарау. Дәлдік мәндерін тәжірибеде пайдалану.

ГОСТ 8.010-99 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшемдерді орындау әдістемесі. Негізгі ережелер.

ГОСТ 9404-88 Ұн және кебек. Ылғалдылықты анықтау әдісі.

ГОСТ 9871-75 Электр контактілі сынапты шыны термометрлер және термореттегіштер. Техникалық шарттар.

ГОСТ 13586.3-83 Бидай. Қабылдау ережелері және байқауды сұрыптау әдістері.

Ресми басылым

ГОСТ 13586.5-93 Бидай. Ылғалдылықты анықтау әдісі.

ГОСТ 26312.1-84 Жарма. Қабылау ережелері және байқауды сұрыптау әістері.

ГОСТ 26312.7-88 Жарма. Ылғалдылықты анықтау әдісі.

ГОСТ 27668-88 Ұн және кебек. Қабылдау ережелері және байқауды сұрыптау әістері.

ГОСТ 29027-91 Сусымалы және қатты заттардың ылғал өлшегіштері. Сынау әдістері және негізгі техникалық талаптар.

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдаланған кезде сілтеме стандарттар мен жіктеуіштердің ағымдағы жылдағы жай-күйі бойынша жыл сайын басылып шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар сілтемесі» ақпараттық сілтемесі бойынша және ағымдағы жылда жарияланған тиісті ай сайын басылып шығарылатын ақпараттық сілтемелер бойынша тексерген дұрыс. Егер сілтеме құжат ауыстырылса, (өзгертілсе), онда осы стандартты пайдаланған кезде ауыстырылған (өзгертілген) стандартты басшылыққа алу керек. Егер сілтеме құжат ауыстырусыз жойылса, онда оған сілтеме берілген ереже осы сілтемені қозғамайтын бөлікте қолданылады

3 Терминдер, анықтамалар белгілер және қысқартулар

3.1 Осы стандартта *ҚР СТ 2.18*, ГОСТ 29027, ГОСТ ИСО 5725-1 бойынша терминдер, анықтамалар және белгілер қолданылады.

3.2 Осы стандартта мынадай қысқартулар пайдаланылған:

ИҚТГ ылғал өлшегіш – инфрақызылды термогравиметриялық ылғал өлшегіш;

ИҚТГ әдіс - инфрақызылды термогравиметриялық әдіс;

ӨОӘ - Өлшемдерді орындау әдістемесі.

4 Негізгі ережелер

4.1 Ылғалдылықты анықтаудың ИҚТГ әдісі инфрақызылды сәулелену әсерінен құрғатуға дейінгі және кейінгі талданатын заттар үлгілерінің шамаларын өлшеумен аяқталады.

ИҚТГ ылғал өлшегіштер әр түрлі типте сипатталады:

а) инфрақызылды сәулеленудің әр түрлі көздерімен, олардың геометрияларымен, сәулелені қуаттылықтарымен;

б) жұмыстық камерадағы температураның сақталу дәлдігі және диапазонымен;

в) өлшеу қателігі және диапазонымен сипатталады.

ИҚТГ әдісінің ерекшелігі ылғалдарды оның ыдырауынсыз талданатын заттардан толық кетіруді қамтамасыз ететін өлшеу режимі параметрлері (үлгілердің шамалары, құрғату уақыты және температура) тапсырмаларының қажетілігі.

4.2 А қосымшасында келтірілген, ылғалдылықты өлшеу режимінің параметрлері, эксперименттік растайды және қажеттілігінде ИҚТГ ылғал өлшегіштердің нақты типтері үшін астық және астық өнімдері ылғалдылықтарының ӨОӘ белгілейді.

4.3 ИҚТГ ылғал өлшегіштердің нақты типтеріне арналған астық және астық өнімдері ылғалдылықтарын ӨОӘ әзірлеуді, метрологиялық аттестаттауды, тіркеуді және пайдалануды осы стандарттың және ҚР СТ *2.18*, ГОСТ 8.010 талаптарына сәйкес жүргізеді.

4.4 Осы стандарттың талаптарын орындау альтернативтік ретінде астық және астық өнімдері ылғалдылығын анықтаудың ИҚТГ әдісі ГОСТ 9404, ГОСТ 13586.5 және ГОСТ 26312.7 бойынша негізгі ауа жылуы әдісімен ылғалдылықты анықтауды пайдалануға мүмкіндік береді.

5 Өлшеу нәтижелері қателіктерінің сипаттамалары

ИҚТГ әдісі абсолюттік қателікпен мәндері 1-кестеде нұсқалған мәндерден аспайтын астық және астық өнімдерінің ылғалдылығын өлшеудің нәтижелерін алуды қамтамасыз етеді.

1 – кесте- Ылғалдылықты анықтау ИҚТГ әдісінің дәлдігін көрсеткіш мәні

пайызда

Астық және астық өнімдері	Қайталану көрсеткіші (қайталанудың орташа квадратты ауытқуы), σ_r	Жаңғыртудың көрсеткіші (жаңғыртудың орташа квадратты ауытқуы), σ_R	Дәлдіктің көрсеткіші ($P = 0,95$ ықтималдығымен өлшеудің абсолюттік қателігі табылатын шекара), $\pm \Delta$
Бидай	0,1	0,14	0,5
Ұн	0,1	0,14	0,5
Жарма	0,1	0,14	0,5

6 Өлшеуді орындау шарттары

Өлшеуді орындау кезінде мынадай шарттар сақталады:

- айналадағы ауаның температурасы 25 ± 5) °С;
- ауаның қатысты ылғалдылығы (55 ± 25) %.

Қорек көзінің параметрі – пайдаланылатын ИҚТГ ылғал өлшегіштердің пайдалану шарттарына (техникалық талаптарына) сәйкес.

Ылғалдылықты ИҚТГ әдісімен өлшеуді орындау кезінде жұмыстық орын ауа ағымдарынан және дірілдерінен қорғалуы, жұмыстық орынға жақын магниттік аймақ көздері болмауы тиіс.

7 Өлшеулерді орындау кезінде пайдаланылатын көмекші жабдықтарға, инфрақызылды термогравиметриялық ылғал өлшегіштерге қойылатын талаптар

7.1 Қателік сипаттамаларымен ылғалдылықты өлшеудің нәтижесін алу 1-кестеде көрсетілген бекітілген типтің және өлшеу диапазоны мынадай негізгі метрологиялық және техникалық сипаттамалармен сәйкес ИҚТГ ылғал өлшегішпен өлшеуді орындау кезінде қамтамасыз етіледі:

- барынша аз 0,01 % разряды бірліктердің бағасы;
- 15 г аз емес өлшеудің барынша көп шегі;
- ± 0,01 г көп емес өлшеудің абсолюттік қателік шегі;
- Кептіру температурасының берілетін диапазоны (40 - 160) °С;
- Температура сақталудың дәлдігі ± 5 °С көп емес;
- кептіруге арналған аллюминдік кюветтің 90 мм аз емес диаметрі;
- кептіруге арналған аллюминдік кюветтің 5 мм аз емес тереңдігі.

7.2 ИҚТГ әдісімен өлшеуге астық және астық өнімдерін байқаудағы дайындық кезіндегі көмекші жабдық.

- байқауды температура жоғарылауын байқатпай тез тартуға мүмкіндік беретін және байқау мүмкіндігінше қоршаған ортамен қосылусыз, мысалы ЛЗМ типті, минималды «өлі» кеңістікпен материал ылғалдылығына тимей әзірленетін, зертханалық диірмен;
- герметикалық қақпақтармен жабдықталған, контейнер ауасы және ылғалдылығы үшін өткізбейтін;
- *ГОСТ 9871 бойынша электро қосылғышты сынапты шынылы термометр;*
- *[2] бойынша №1 және №8 елеуіш];*

- [3] бойынша механикалық секундомер.

7.3 астық және астық өнімдерінен әзірленген байқауды сақтау және қайтарылғандарды тасымалдауға арналған контейнерлер астық және астық өнімдері кеңдігін 80 % кем емес сыйымдылықта толтыратындай болуы тиіс.

7.4 Қолданылатын өлшем құралдары ҚР СТ 2.21 сәйкес типін бекіту мақсатында сынауға немесе ҚР СТ 2.30 сәйкес метрологиялық аттестаттауға және Қазақстан Республикасын мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесінің тізіміне енгізуге жатады, сынау жабдықтары ҚР СТ 2.75 сәйкес метрологиялық аттестаттауға жатады.

8 Өлшеулерді орындауға дайындық

8.1 Астық және астық өнімдерінің сұрыптауды (бұдан әрі - байқау) ГОСТ 26312.1, ГОСТ 27668, ГОСТ 13586,3 сәйкес жүргізеді. 50 г. аз болмайтын байқауды бірден контейнерге орналастырады, өлшеуді жүргізуге дейін оны алу және сақтау тәсілдері туралы ақпаратпен жабдықтайды. Ылғалдылықты анықтауға арналған байқауларды тікелей күн сәулесінен және ылғалдылықтан қорғай отырып, тасу және сақтау қажет.

8.2 Байқауға дайындықты ГОСТ 13586.5, ГОСТ 26312.7 сәйкес мынадай қосымшалармен жүзеге асырады:

- астық негізгі байқаулардан ылғалдылықты анықтау үшін (30 – 50) г ілме бөледі, содан соң байқауды бөтен минералды және органикалық қоспалардан тазартады және мұқият араластырады;
- қорытылатын байқауларды өлшер алдында

бидай, арпа, сұлы, жарманы – 60 с,

тарыны -30 с ішінде диірменде тартады;

- ірі тартылған астықты ГОСТ 13586.5 бойынша қадағалайды.

Таңдалған және тартылған астық, жарма байқауларын ұн байқауын сараптау үшін қақпағы мықты жабылатын контейнерлерге орналастырады. Байқаулар ылғалдылықтарын өлшер алдында мұқият араластырады.

8.3 ИҚТГ ылғал өлшегіш аталған аспаптың пайдалану бойынша нұсқаулығына және (немесе) куәлігіне сәйкес жұмысқа әзірлейді. Өлшеу режимі параметрлерін А қосымшасына сәйкес таңдайды.

9 Өлшеулерді орындау

9.1 Өлшеулерді орындау шарттарын 6-тарауға сәйкес қамтамасыз етеді.

9.2 ИҚТГ әдіспен ылғалдылықты анықтауды орындау кезінде мынадай негізгі операциялар орындайды:

ИҚТГ ылғалөлшегіш жиынтығындағы кюветте, ылғал өлшегіштің электрлі табло көрсеткіштері бойынша шамалай отырып (5,00 ± 0,20) г массалы байқаулар ілмеге біркелкі таратады.

Кюветті ИҚТГ ылғалөлшегішінің жұмыстық камерасына орналастырады және өлшеу режимдерінің белгіленген параметрлері кезінде тұрақты шамаға дейін кептіруді (кептірудің автоматты режимінде) ИҚТГ ылғалөлшегіш куәлігімен немесе пайдалану бойынша нұсқаулыққа сәйкес жүргізеді.

10 Өлшеу нәтижелерін рәсімдеу және өңдеу

Кептіру процесінде аспа массалары кемуін анықтау, математикалық өңдеу және сынама ылғалдылығын есептеу (судың пайыздағы көпшілік үлесі) ылғалдылықты

өлшегіштің электронды тақтасында жүзеге асырылады.

10.1 ИҚТГ әдісі экспресс-нәтижелері жағдайында біртіндеген анықтамалармен өлшеулер нәтижелерін алуды шамалайды.

Бақылау өлшемін жүргізу кезінде ылғалдылықты өлшеу нәтижесі ретінде параллельді анықтаулар нәтижелерінің орташа арифметикалық мәнін қабылдайды.

ЕСКЕРТПЕ Ылғалдылықты параллельді анықтау үшін ИҚТГ ылғалөлшегіш конструкциясының өзгешелігі есебінде ретімен жүргізілген аспаның ылғалдылығын анықтау бірдей сынаманы қабылдайды.

10.2 Ылғалдылықты өлшеу нәтижелерін рәсімдеу

Ылғалдылықты өлшеу нәтижесі $W \pm \Delta$, %; $P = 0,95$ түрінде болады:,

мұндағы W – ылғалдылықты өлшеу нәтижесі, %;

Δ - 1- кесте бойынша өлшеудің абсолютті қателігі шегі, %.

11 Өлшеу нәтижелері қателігін бақылау

11.1 Анықтаулар нәтижесін тексеруді қайталану шарттарында алынған ГОСТ ИСО 5725-6 талаптарына сәйкес мынадай ретте жүргізеді.

Егер қайталану шарттарында алынған параллельді анықтамалар нәтижелерінің аралығындағы абсолютті айырмашылық 2- кестеде көрсетілген қайталану шегі мәнінен аспаса, онда өлшеу нәтижесі үшін параллельді екі анықтамалардың орташа арифметикалық нәтижелері мәнін қабылдайды.

2- кесте – Сенімді ықтималдылық кезіндегі жаңғыртулар және қайталанулар шектері
P = 0,95

пайыздардағы

Астық және астық өнімдері	Қайталану шегі, r	Жаңғырту шегі, R
Бидай	0,20	0,40
Ұн	0,20	0,40
Жарма	0,20	0,40

Егер абсолютті өзгешелік қайталану шегінен r шықса, бірлі-жарым анықтамалардың тағы да бір нәтижесін алады.

Егер ылғалдылықты анықтау нәтижелерінен алынған (W_{max} — W_{min}) максималды және минималды нәтижелер (диапазон) арасындағы абсолютті өзгешелік өлшеу сандары n = 3 және сенімді ықтималдылық P = 0,95 % деңгейі үшін ауыспалы диапазон $CR_{0,95}(3)$ мәні бойынша аз немесе тең болса, соңғы нәтиже ретінде үштік анықтамалардың орташа квадратты мәнін көрсетеді. n = 3 арналған ауыспалы диапазонның мәнін мынадай формула бойынша табады:

$$CR_{0,95}(n) = f(3)\,\sigma_r, \quad (1)$$

мұндағы $f(n)$ — өлшеу санына арналған ауыспалы диапазон коэффициенті 3; $f(3) = 3,3$;

σ_r — 1-кесте бойынша қайталанудың орташа квадратты ауытқуы.

Егер үштік анықтамалар нәтижелерінің диапазоны n = 3 арналған ауыспалы диапазонынан көп болса, қайталану шегінің арту себебін айқындайды, оларды жояды және 8 және 9 тараулардың талаптарына сәйкес ылғалдылықты өлшеуді орындауды қайталайды.

11.2 Өлшеу нәтижесін тексеруді жаңғырту шарттарында алынған ГОСТ ИСО 5725-6 талаптарына сәйкес мынадай ретте жүргізеді.

Тексеруді екі зертханадан өлшеу нәтижелерін алған кезде жүргізеді. Сондықтан өлшеуді

орындауға арналған сынама қайталанған өлшеу мүмкіншіліктеріне арналған резервтермен қажеттілікте дайындалуы тиіс.

Әрбір зертхана екі бірізді нәтижелерді алады және олардың 10.3 бойына тексеру жүргізеді.

Екі зертханалардан алынған өлшеудің соңғы нәтижелері сыйымдылығын $CD_{0,95}$ ауыспалы айырмашылығымен өлшеудің орташа екі нәтижелері аралығындағы абсолютті өзгешелікті салыстыра отырып тексереді.

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{R^2}} \qquad (2)$$

мұндағы R, r — 2-кесте бойынша қайталану және жаңғыру шектері.

Егер ауыспалы айырмашылық артса, онда ГОСТ ИСО 5725-6 5.3.3 баяндалған процедуралар орындалады.

11.3 Ылғалдылықты өлшеу нәтижелері қателігін бақылау мынадай тәсілдердің бірімен жүргізіледі.

11.3.1 Астық және астық өнімдері ылғалдылығын стандарттық үлгілерді пайдаланумен бақылау.

Бақылау құралы ретінде ± 0,2 % көп емес аттестатталған мән Δ қателігімен астық ылғалдылығы стандарттық үлгісін пайдаланады.

Стандарттық үлгіні қолданумен қателікті бақылау W_0 стандарттық үлгісі ылғалдылығының аттестатталған мәнімен салыстырғанда ИҚТГ ылғалөлшегішіне $W_{изм}$ оның ылғалдылығын өлшеу нәтижесінен тұрады.

Бақылау процедурасының нәтижесі $\hat{\delta}$ — ылғалдылықты өлшеу нәтижелерінің қателігін бағалау мынадай формула бойынша есептеледі

$$\hat{\delta} = |W_{изм} - W_0| \qquad (3)$$

Егер,

$$\hat{\delta} < \Delta \qquad (4)$$

бақылау процедурасының нәтижесі қанағаттанарлық болып танылады.

мұндағы Δ - 1-кесте бойынша өлшеу қателігінің шектері, %.

(4) шарттарды орындалмаған кезде бақылау процедураларын қайталайды. (4) шарттардың орындалмауы қайталанған кезде қанағаттанарлықсыз нәтижелерге жеткізген себепті анықтайды және оларды жөндейді.

11.3.2 Салыстыру әдістемесін пайдаланумен бақылау

Бақылау құралының ролін жұмыстық сынамалар орындайды. Салыстыру әдістемесі ретінде мынадай стандарттарға сәйкес ауа-жылуы әдісін алады:

ГОСТ 13586.5 – астық ылғалдылығын өлшеу нәтижелері қателігін бақылау кезінде;

ГОСТ 9404 - ұн ылғалдылығын өлшеу нәтижелері қателігін бақылау кезінде;ГОСТ 26312.7 - жарма ылғалдылығын өлшеу нәтижелері қателігін бақылау кезінде;

Салыстыру әдістемесін пайдаланумен ылғалдылықты өлшеу нәтижелерін бақылау $W_{изм}$ - әдісі және W_c.-салыстыру әдісі ИҚТГ бойынша алынған сынамалардың біреуінен тұрады.

Бақылау процедурасының нәтижесі $\hat{\delta}$ — ылғалдылықты өлшеу нәтижелерінің қателігін бағалау мынадай формула бойынша есептеледі:

$$\hat{\delta} = |W_{изм} - W_c| \qquad (5)$$

Егер,

$$\hat{\delta} \le \sqrt{\Delta^2 + \Delta_c^2}$$

(6)

бақылау процедурасының нәтижесі қанағаттанарлық болып танылады.

мұндағы Δ - 1-кесте бойынша өлшеу қателігінің шектері, %.

Δ_C - салыстырып тексеру әдісі бойынша абсолюттік қателік шектері, %.

(6) шарттарды орындалмаған кезде бақылау процедураларын қайталайды. (6) шарттардың орындалмауы қайталанған кезде қанағаттанарлықсыз нәтижелерге жеткізген себепті анықтайды және оларды жөндейді.

ЕСКЕРТПЕ Көп жағдайда ылғалдылықты өлшеу кезіндегі қателіктің арту себебі ИҚТГ ылғалөлшегіш параметрлері режимдерінің дұрыс алынбағандығынан немесе сынама дайындық процедураларын сақтамаған жағдайда болады.

11.3.4 Өлшеу нәтижелері қателігін бақылау кезінде алынған өлшеу нәтижелері, ИҚТГ әдісімен ылғалөлшегіш нәтижелерінің тұрақтылықтарын бақылауды жүзеге асыру кезінде пайдалануы мүмкін.

11.3.5 ИҚТГ ылғалөлшегіш көмегімен астық және астық өнімдері ылғалдылығын өлшеу нәтижелері тұрақтылығын бақылау *ҚР СТ ГОСТ Р 50779.42* бойынша Шухарт картасын пайдаланумен ГОСТ ИСО 5725-6 сәйкес немесе [1] ұсыныстарымен сәйкес жүргізіледі. Бақылау процедураларын және олардың мерзімділіктері сапа бойынша тиісті нұсқаулықта немесе өнімді жеткізу бойынша келісімде көрсетеді. Егер мерзімділігі көрсетілмеген болса, онда бақылау процедуралары саны бойынша [1] ұсыныспен қолданылады.

11.3.5.1 Шухарттың бақылау картасы параметрлері қайталану тұрақтылығын бақылау үшін.

Параллельді анықтамалар нәтижелері арасындағы қашықтық: $w = |W_1 - W_2|$.

Орташа сызық

$$d_2 \sigma_r = 1{,}128\ \sigma_i, \qquad (7)$$

мұндағыσ_r – 1-кесте бойынша;

d_2 – орта сызыққа арналған коэффициент; d_2 = 1,128 параллельді анықтамалар саны кезінде екіге тең.

Әрекет шектері: $UCL = D_2\ \sigma_r = 3{,}686\ \sigma_r$;

LCL - жоқ. (8)

Ескерту шектері: $UCL = D_2(2)\sigma_r = 2{,}834\sigma_r$;

LCL - жоқ, (9)

мұндағы D_2 коэффициенттері екіге тең, параллельді анықтамалар сандарына арналған ескертулер және әрекет шектері есептеріне арналған.

11.3.5.2 Шухарттың бақылау картасы параметрлері қайталану тұрақтылығын бақылау үшін.

Қателік тұрақтылығын бақылауға арналған бақылау карталарын анықтау мақсатында стандарттық ауытқу σ мынадай формула бойынша есептеледі:

$$\sigma = \frac{\Delta}{1{,}96} \qquad (10)$$

мұндағы Δ — 1-кесте бойынша өлшеу қателігінің шектері, %.

1,96 —сенімді ықтималдылық кезіндегі квантиль таратылуы квантиль P = 0,95.

ҚР СТ ГОСТ Р 50779.42 сәйкес әрекет шектері:

$$UCL = +\frac{3\sigma}{\sqrt{n}};$$
$$LCL = -\frac{3\sigma}{\sqrt{n}} \quad (11)$$

мұндағы n – ИҚТГ әдісімен ылғалдылықты параллельді анықтаудың саны

ЕСКЕРТПЕ Қателіктің стандартты ауытқуының бақылау карталары параметрлерін анықтау үшін өткен нәтижелер негізінде есептеуге жол беріледі. Мұндай жағдайда ИҚТГ әдісін жүзеге асыру кезіндегі қателіктің стандартты ауытқуы нақты зертханада (10) формула бойынша алынған мәннен аз болуы тиіс.

11.3.5.3 Шухарт бақылау картасының толтырылуы және интерпретациясы.

Шухарт бақылау картасы құрылысы кезінде:

а) ординат осі бойынша бақылау процедура нәтижелері кейінге қалдырылады:

1) w – қайталау тұрақтылығын бақылауды жүзеге асыру кезінде,

2) $\hat{\delta}$ - қателік тұрақтылығын бақылауды жүзеге асыру кезінде;

б) абцисс осі бойынша сараптама жүргізу күнін кейінге қалдырады.

ИҚТГ әдісімен ылғалдылық өлшеу нәтижесі процесінің тұрақтылығын бұзу мүмкіндігіне сигналмен бақылау картасында мынадай белгілер: бір нүкте әрекет шегінен шығып кетті; барлық нүктелер бірыңғай орта сызықтан бір қатардан табылады; қатарынан алты артушы нүктелер жұмыс істейді.

Егер жоғарыда аталған белгілердің ең болмағанда біреуі пайда болса сынама дайындықты жүргізу және өлшеулерді орындау, стандарттық үлгілерді сақтау шарттарының қадағалануын сондай-ақ ИҚТГ ылғалөлшегішті пайдалану шарттарын тексеру қажет.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Инфрақызылды сәулелену әсерінен астық және астық өнімдері қызуының ерекшеліктері

Инфрақызылды сәулелену электромагниттік сәулелену оптикалық диапазонының саласы болады. Оның спектрі 760 нм шамамен, 1 мм дейін құрайды.

Инфрақызылды сәулелендірушілер спектр диапазоны, материалдар дененің температурасы және формасы тәсілдерімен ажыратылады.

Дене температурасы бойынша инфрақызылды сәулелену көздері ашық және қанық инфрақызылды сәулелерге бөлінеді. Ашықтарға дене температурасы 1000 °С жоғары қызғандар жатады, ал сыртқа шығарылған спектрде мәнді үлес көрінетін сәулеленуді құрайды. Бұл лампалы сәулелену, мысалы, галогендік, газоразрядтық доғалы лампалар. Керамикалық немесе металдық қаптамалармен электрлік сәулеленуі көбірек таралған қанық инфрақызылды сәулеленулерде дене температурасы қызуы 1000 °С құрайды, ал спектрдегі көрінетін сәулелену- пайыздың үлесі.

Инфрақызылды сәулелену сынамасымен қорытындыланатын тиімді қызу спектрлі қаттылық максимумның сәйкес келуі сәуле түсіру кезінде жетеді.

Инфрақызылды сәулелену әсері қызуының нәтижесінен болады, ылғалды және сәулеленетін заттар ішіндегі физико-химиялық жою. Сондықтан ИҚТГ ылғалдылықты өлшеу әдісін жүзеге асыру кезінде затты қыздыруға арналған инфрақызылды сәулені пайдалану қорытындыланатын сынама материалына инфрақызылды сәулелену әсеріне бағаны талап етеді. ИҚТГ әдіспен нақты өнімнің ылғалдылығын анықтау режимінің параметрін (температура және кептіру уақыты) ИҚТГ ылғалөлшегіштің нақты типі үшін алу қажет.

Инфрақызылды сәулеленудің әр түрлі көздерімен ИҚТГ ылғалөлшегіште астық және астық өнімдерін өлшеу кезіндегі кептіру температурасының мәні А.1 кестесінде көрсетілген.

А.1 кестесі - Әр түрлі инфрақызылды сәулеленулермен ИҚТГ ылғалөлшегіштер көмегімен астық және астық өнімдері ылғалдылығын өлшеулер кезіндегі температуралар

Астық және астық өнімдері	Кептіру температурасы, °С		
	Металлды қабықтағы қыздырғыш (ТЭН)	Галогендік шам	Керамикалық қабықтағы қыздырғыш
Бидай дәндері және бидай ұны	130	160	150
Қара бидай және қара бидай ұны	130	160	150
Тары және бидай	120	150	140
Арпа және арпа жармасы	130	160	150
Сұлы, сұлы жармасы және сұлы үлпегі	115	140	130
Қарақұмық және қарақұмық жармасы	115	140	130
Дән және жүгері ұны	130	160	150
Күріш және күріш жармасы	140	160	150

ЕСКЕРТПЕ ИҚТГ Sartorius фирмасының ылғалөлшегіші:
-металлды қабықтағы қыздырғыш (ТЭН) — ылғалдылық анализаторы МА-30;
-галогендік шам — инфрақызылды термогравиметриялық ылғалөлшегіш МА-45 Н;
-керамикалық қабықтағы қыздырғыш- инфрақызылды термогравиметриялық ылғалөлшегіш МА-45 С.

Библиография

[1] РМГ 76-2004 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Мөлшерлі химиялық сараптама нәтижелері сапасын ішкі бақылау.

[2] ТУ 14-4-1374-86 Ұнтақтаушы өндіріске арналған тоқымалы ұнтақтаушы тор. Техникалық шарт.

[3] ТУ 25-1819.0021-90 Механикалық секундомерлер «СЛАВА» СДСпр-1-2-000, СДСпр-4б-2-000, СОСпр-6а-1-000. Техникалық шарттар.

ӘОЖ 621.317 **МСЖ 17. 020**

Түйінді сөздер: астық және астық өнімдері, инфрақызылды термогравиметриялық әдіс, ылғалдылық.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан

ЗЕРНО И ЗЕРНОПРОДУКТЫ
Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности

СТ РК 2.195-2010

(ГОСТ Р 8.633-2007 «Государственная система обеспечения единства измерений. Зерно и зернопродукты. Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности», MOD)

Издание официальное

Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 2 ноября 2010 года № 487-од.

3 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к национальному стандарту Российской Федерации (РФ) ГОСТ Р 8.633-2007 «Государственная система обеспечения единства измерений. Зерно и зернопродукты. Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности».

В настоящем стандарте дополнительно в Раздел 7 включены средства измерения, применяемые при выполнении измерений.

Положения отличные от положений ГОСТ Р 8.633-2007 по тексту выделены курсивом.

Степень соответствия – модифицированная (MOD).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2015 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

«*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты»*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины, определения, обозначения и сокращения	2
4	Общие положения	2
5	Характеристики погрешности результатов измерений	3
6	Условия выполнения измерений	3
7	Требования к инфракрасному термогравиметрическому влагомеру и вспомогательному оборудованию, используемому при выполнении измерений	3
8	Подготовка к выполнению измерений	4
9	Выполнение измерений	4
10	Обработка и оформление результатов измерений	5
11	Контроль погрешности результатов измерений	5
Приложение А (информационное) Особенности нагрева зерна и зернопродуктов под действием инфракрасного излучения		9
Библиография		10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан
ЗЕРНО И ЗЕРНОПРОДУКТЫ.
Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности

Дата введения 2011-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на зерно злаковых культур и продукты его переработки: муку, отруби, крупы (далее - зерно и зернопродукты) — и устанавливает инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности зерна и зернопродуктов.

Настоящий стандарт может быть применен при проведении экспресс-анализа влажности зерна и зернопродуктов, а также при разработке и аттестации методик выполнения измерений влажности зерна и зернопродуктов с помощью инфракрасных термогравиметрических влагомеров конкретных типов.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 2.4-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.18-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Методики выполнения измерений. Порядок разработки, метрологической аттестации, регистрации и применения.

СТ РК 2.21-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

СТ РК 2.30-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения метрологической аттестации средств измерений.

СТ РК 2.75-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок аттестации испытательного оборудования.

СТ РК ГОСТ Р 50779.42-2003 Статистические методы. Контрольные карты Шухарта.

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

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения.

ГОСТ 9404-88 Мука и отруби. Метод определения влажности.

ГОСТ 9871-75 Термометры стеклянные ртутные электроконтактные и терморегуляторы. Технические условия.

ГОСТ 13586.3-83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 13586.5-93 Зерно. Метод определения влажности.

Издание официальное

ГОСТ 26312.1-84 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 26312.7-88 Крупа. Метод определения влажности.

ГОСТ 27668-88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб.

ГОСТ 29027-91 Влагомеры твердых и сыпучих веществ. Общие технические требования и методы испытаний.

ПРИМЕЧАНИЕ: При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения, обозначения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применяются термины, определения и обозначения по *СТ РК 2.18*, ГОСТ 29027, ГОСТ ИСО 5725-1.

3.2 В настоящем стандарте использованы следующие сокращения:

ИКТГ влагомер - инфракрасный термогравиметрический влагомер;

ИКТГ метод - инфракрасный термогравиметрический метод;

МВИ - методика выполнения измерений.

4 Общие положения

4.1 ИКТГ метод определения влажности заключается в измерении массы образца анализируемого вещества до и после его высушивания под действием инфракрасного излучения.

ИКТГ влагомеры разных типов характеризуются:

а) различными источниками инфракрасного излучения, их геометрией, мощностью излучения;

б) диапазоном и точностью поддержания температуры в рабочей камере;

в) диапазоном и погрешностью взвешивания.

Особенностью ИКТГ метода является необходимость задания параметров режима измерений (температуры и времени высушивания, массы образца), обеспечивающих полное удаление влаги из анализируемого вещества без его разложения.

4.2 Параметры режима измерений влажности, приведенные в Приложении А, экспериментально подтверждают и, при необходимости, устанавливают в МВИ влажности зерна и зернопродуктов для ИКТГ влагомеров конкретных типов.

4.3 Разработку, *метрологическую* аттестацию, *регистрацию и применение* МВИ влажности зерна и зернопродуктов для ИКТГ влагомера конкретного типа проводят в соответствии с требованиями *СТ РК 2.18*, ГОСТ 8.010 и настоящего стандарта.

4.4 Выполнение требований настоящего стандарта позволяет использовать ИКТГ метод определения влажности зерна и зернопродуктов в качестве альтернативного основным воздушно-тепловым методам определения влажности по ГОСТ 9404, ГОСТ 13586.5 и ГОСТ 26312.7.

5 Характеристики погрешности результатов измерений

ИКТГ метод обеспечивает получение результатов измерений влажности зерна и зернопродуктов с абсолютной погрешностью, значения которой не превышают значений, указанных в Таблице 1.

Таблица 1 - Значения показателей точности ИКТГ метода определения влажности

в процентах

Зерно и зернопродукты	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), σ_r	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), σ_R	Показатель точности (границы, в которых находится абсолютная погрешность измерений с вероятностью $P = 0,95$), $\pm \Delta$
Зерно	0,1	0,14	0,5
Мука	0,1	0,14	0,5
Крупа	0,1	0,14	0,5

6 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха (25 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха (55 ± 25) %.

Параметры источника питания — в соответствии с условиями эксплуатации (техническими требованиями) используемого ИКТГ влагомера.

Рабочее место при выполнении измерений влажности ИКТГ методом должно быть защищено от воздушных потоков и вибраций; вблизи рабочего места не должно быть источников магнитных полей.

7 Требования к инфракрасному термогравиметрическому влагомеру и вспомогательному оборудованию, используемому при выполнении измерений

7.1 Получение результатов измерения влажности с характеристиками погрешности, указанными в Таблице 1, обеспечиваются при выполнении измерений ИКТГ влагомером утвержденного типа и соответствующего диапазона измерений со следующими основными метрологическими и техническими характеристиками:

- цена единицы наименьшего разряда 0,01 %;
- наибольший предел взвешивания не менее 15 г;
- предел абсолютной погрешности взвешивания не более ± 0,01 г;
- диапазон задаваемых температур сушки (40 - 160) °С;
- точность поддержания температуры сушки не более ± 5 °С;
- диаметр алюминиевой кюветы для сушки не менее 90 мм;
- глубина алюминиевой кюветы для сушки не менее 5 мм.

7.2 Вспомогательное оборудование при подготовке проб зерна и зернопродуктов к измерениям ИКТГ методом:

- лабораторная мельница, изготовленная из непоглощающего влагу материала, с минимальным «мертвым» пространством, позволяющая быстро размолоть пробу без заметного повышения температуры и, по возможности, без контакта пробы с окружающей средой, например типа ЛЗМ;
- непроницаемые для влаги и воздуха контейнеры, снабженные герметичными крышками;

- термометр стеклянный ртутный электроконтактный по ГОСТ 9871;

- сито № 1 и № 08 по [2];

- секундомер механический по [3].

7.3 Контейнеры для переноса отобранных и хранения подготовленных проб зерна и зернопродуктов должны быть такими, чтобы проба зерна и зернопродуктов заполняла емкость не менее чем на 80 % ее вместимости.

7.4 Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа в соответствии с СТ РК 2.21 или метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.30, поверке в соответствии с СТ РК 2.4 и внесению в реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан, испытательное оборудование подлежит метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.75.

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Отбор проб зерна и зернопродуктов (далее - пробы) проводят в соответствии с ГОСТ 13586.3, ГОСТ 27668, ГОСТ 26312.1. Пробу массой не менее 50 г сразу же помещают в контейнер, снабжают информацией о способе ее взятия и хранения до проведения измерений. Пробы, предназначенные для определения влажности, следует хранить и транспортировать, защищая от прямого солнечного света и влаги.

8.2 Подготовку проб осуществляют в соответствии с ГОСТ 13586.5, ГОСТ 26312.7 со следующими дополнениями:

- из общей пробы зерна выделяют навеску массой (30 – 50) г для определения влажности, затем пробу очищают от инородных минеральных и органических включений и тщательно перемешивают;

- перед измерением анализируемые пробы измельчают на мельнице в течении:

60 с - пшеницу, ячмень, рожь, овес, крупы,

30 с - просо;

- крупность размола зерна контролируют в соответствии с ГОСТ 13586.5.

Размолотые пробы зерна, крупы и отобранные для анализа пробы муки помещают в контейнеры с плотно закрывающимися крышками. Непосредственно перед измерением влажности пробы тщательно перемешивают.

8.3 ИКТГ влагомер подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации и (или) паспортом на данный прибор. Параметры режима измерений выбирают в соответствии с Приложением А.

9 Выполнение измерений

9.1 Условия выполнения измерений обеспечить в соответствии с Разделом 6.

9.2 При определении влажности ИКТГ методом выполняют следующие основные операции:

В кювете из комплекта ИКТГ влагомера равномерно распределяют навеску пробы массой (5,00 ± 0,20) г, ориентируясь по показаниям электронного табло влагомера.

Кювету с навеской образца помещают в рабочую камеру ИКТГ влагомера и проводят высушивание при установленных параметрах режима измерений до постоянной массы (в автоматическом режиме сушки) в соответствии с руководством по эксплуатации или паспортом ИКТГ влагомера.

10 Обработка и оформление результатов измерений

Определение убыли массы навески в процессе сушки, математическая обработка и вычисление влажности (массовой доли воды в процентах) пробы осуществляются автоматически ИКТГ влагомером с выдачей результата единичного определения влажности на электронном табло влагомера.

10.1 ИКТГ метод предполагает получение результата измерения по одному определению в случаях рутинных экспресс-анализов.

При проведении контрольных измерений в качестве результата измерения влажности принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений.

ПРИМЕЧАНИЕ С учетом специфики конструкции ИКТГ влагомера за параллельные определения влажности принимают последовательно проведенные определения влажности навесок одной и той же пробы.

10.2 Оформление результатов измерений влажности

Результат измерений влажности представляют в виде: $W \pm \Delta$, %; $P = 0,95$,

где W - результат измерений влажности, %;

Δ - границы абсолютной погрешности измерений по Таблице 1, %.

11 Контроль приемлемости и погрешности результатов измерений

11.1 Проверку приемлемости результатов определений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6, проводят в следующем порядке.

Если абсолютное расхождение между результатами параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, не превышает значения предела повторяемости r, указанного в Таблице 2, то за результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Таблица 2 - Пределы повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P = 0,95

в процентах

Зерно и зернопродукты	Предел повторяемости, r	Предел воспроизводимости, R
Зерно	0,20	0,40
Мука	0,20	0,40
Крупа	0,20	0,40

Если абсолютное расхождение превышает предел повторяемости r, получают еще один результат единичного определения.

Если абсолютное расхождение между максимальным и минимальным результатами (диапазон) из полученных результатов определений влажности (W_{max} — W_{min}) меньше или равно по значению критическому диапазону $CR_{0,95(3)}$ для уровня доверительной вероятности P = 0,95 % и числа измерений n = 3, то в качестве окончательного результата указывают среднеарифметическое значение результатов трех определений. Значения критического диапазона для n = 3 находят по формуле:

$$CR_{0,95}(n) = f(3)\,\sigma_r, \quad (1)$$

где $f(n)$ — коэффициент критического диапазона для числа измерений 3; $f(3) = 3,3$;

σ_r —среднеквадратическое отклонение повторяемости по Таблице 1.

Если диапазон результатов трех определений больше критического диапазона для n = 3, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений влажности в соответствии с требованиями Разделов 8 и 9.

11.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6, проводят в следующем порядке.

Проверку проводят при получении результатов измерений двумя лабораториями. При этом пробы для выполнения измерений должны быть однородны, их количество должно быть подготовлено с необходимым для возможных повторных измерений резервом.

Каждая лаборатория получает результаты двух последовательных определений и проводит проверку их приемлемости по 10.3.

Совместимость окончательных результатов измерений, полученных двумя лабораториями, проверяют, сравнивая абсолютное расхождение между двумя средними результатами измерений с критической разностью $CD_{0,95}$

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{R^2}} \qquad (2)$$

где R, r — пределы воспроизводимости и повторяемости по Таблице 2.

Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в 5.3.3 ГОСТ ИСО 5725-6.

11.3 Контроль погрешности результатов измерений влажности проводят одним из следующих способов.

11.3.1 Контроль с использованием стандартных образцов влажности зерна и зернопродуктов.

В качестве средств контроля используют стандартные образцы влажности зерна с погрешностью аттестованного значения Δ не более ± 0,2 %.

Контроль погрешности с применением стандартных образцов состоит в сравнении аттестованного значения влажности стандартного образца W_0 с результатом измерения ее влажности на ИКТГ влагомере - $W_{изм}$.

Результат контрольной процедуры $\hat{\delta}$ — оценку погрешности результата измерений влажности рассчитывают по формуле

$$\hat{\delta} = |W_{изм} - W_0| \qquad (3)$$

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если

$$\hat{\delta} < \Delta \qquad (4)$$

где Δ - границы абсолютной погрешности измерений по Таблице 1, %.

При невыполнении условия (4) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (4) выясняют причины, приведшие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

11.3.2 Контроль с использованием методики сравнения

Роль средств контроля выполняют рабочие пробы. В качестве методики сравнения выбирают воздушно-тепловой метод в соответствии со следующими стандартами:

ГОСТ 13586.5 - при контроле погрешности результатов измерений влажности зерна;

ГОСТ 9404 - при контроле погрешности результатов измерений влажности муки;

ГОСТ 26312.7 - при контроле погрешности результатов измерений влажности крупы.

Контроль погрешности результатов измерений влажности с применением методики сравнения состоит в сравнении результатов контрольных измерений одной и той же пробы, полученных по ИКТГ методу - $W_{изм}$ и по методике сравнения - W_c.

Результат контрольной процедуры $\hat{\delta}$ — оценку погрешности результата измерений влажности рассчитывают по формуле:

$$\hat{\delta} = |W_{изм} - W_c| \quad (5)$$

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если:

$$\hat{\delta} \le \sqrt{\Delta^2 + \Delta_c^2} \quad (6)$$

где Δ - границы абсолютной погрешности по Таблице 1, %;

Δ_C - границы абсолютной погрешности по методике сравнения, %.

При невыполнении условия (6) повторяют измерения с использованием другой пробы. При повторном невыполнении условия (6) выясняют причины, приведшие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

ПРИМЕЧАНИЕ Наиболее часто причиной превышения погрешности при измерении влажности являются неверно выбранные параметры режима измерений влажности ИКТГ влагомером конкретного типа, либо несоблюдение процедуры пробоподготовки.

11.3.4 Результаты измерений, полученные при контроле погрешности результатов измерений, могут быть использованы при реализации контроля стабильности результатов измерений влажности ИКТГ методом.

11.3.5 Контроль стабильности результатов измерений влажности зерна и зернопродуктов с помощью ИКТГ влагомеров проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 с использованием карт Шухарта по *СТ РК ГОСТ Р 50779.42* либо в соответствии с рекомендациями [1]. Процедуры контроля и их периодичность указывают в соответствующем Руководстве по качеству или в контракте на поставку продукции. Если такая периодичность не указана, то руководствуются рекомендациями [1] по выбору числа контрольных процедур в зависимости от объема анализируемых проб.

11.3.5.1 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности повторяемости.

Расхождение между результатами параллельных определений: $w = |W_1 - W_2|$.

Средняя линия

$$d_2 \sigma_r = 1{,}128\ \sigma_i, \quad (7)$$

где σ_r - по Таблице 1;

d_2 - коэффициент для расчета средней линии; d_2 = 1,128 при числе параллельных определений, равном двум.

Пределы действия: $UCL = D_2\ \sigma_r = 3{,}686\ \sigma_r$;
LCL - отсутствует. (8)

Пределы предупреждения: $UCL = D_2(2)\sigma_r = 2{,}834\sigma_r$;
LCL - отсутствует, (9)

где коэффициенты D_2 для расчетов пределов действия и предупреждения приведены для числа параллельных определений, равного двум.

11.3.5.2 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности погрешности.

С целью определения параметров контрольных карт для контроля стабильности погрешности рассчитывают стандартное отклонение погрешности σ по формуле:

$$\sigma = \frac{\Delta}{1{,}96} \quad (10)$$

где Δ — границы абсолютной погрешности измерений по таблице 1, %;

1,96 — квантиль распределения при доверительной вероятности P = 0,95.

Пределы действия в соответствии с СТ РК ГОСТ Р 50779.42:

$$UCL = \frac{3\sigma}{\sqrt{n}}$$

$$LCL = -\frac{3\sigma}{\sqrt{n}} \qquad (11)$$

где n - число параллельных определений влажности ИКТГ методом.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается для определения параметров контрольной карты стандартное отклонение погрешности рассчитывать на основании результатов предыдущих периодов. В таком случае стандартное отклонение погрешности при реализации ИКТГ метода в конкретной лаборатории должно быть меньше значения, полученного по Формуле (10).

11.3.5.3 Заполнение и интерпретация контрольных карт Шухарта.

При построении контрольных карт Шухарта:

а) по оси ординат откладывают результат контрольной процедуры:

1) w - при реализации контроля стабильности повторяемости,

2) $\hat{\delta}$ - при реализации контроля стабильности погрешности;

б) по оси абсцисс откладывают дату проведения анализа.

Сигналом к возможному нарушению стабильности процесса измерений влажности ИКТГ методом служит появление на контрольной карте следующих признаков: одна точка вышла за пределы действия; все точки подряд находятся по одну сторону от средней линии; шесть возрастающих (убывающих) точек подряд.

Если появляется хотя бы один из вышеперечисленных признаков, необходимо проверить соблюдение условий хранения стандартных образцов, проведения пробоподготовки и выполнения измерений, а также условий эксплуатации ИКТГ влагомера.

Приложение А
(информационное)

Особенности нагрева зерна и зернопродуктов под действием инфракрасного излучения

Инфракрасное излучение является областью оптического диапазона электромагнитного излучения. Его спектр составляет от 760 нм до, примерно, 1 мм.

Инфракрасные излучатели различаются способами генерирования излучения, диапазоном спектра, материалом, температурой и формой тела накала.

По температуре тела накала источники инфракрасного излучения разделяют на светлые и темные инфракрасные излучатели с телом накала в стеклянной и металлической оболочках. К светлым относят те излучатели, у которых температура тела накала выше 1000 °С, а в испускаемом спектре значительную долю составляет видимое излучение. Это лампы накаливания, ламповые излучатели, например галогенные, газоразрядные дуговые лампы, электрические излучатели (зеркальные лампы). У темных инфракрасных излучателей, среди которых наиболее распространены электрические излучатели с керамической или металлической оболочкой, температура тела накала составляет не более 1000 °С, а видимое излучение в спектре - доли процента.

Эффективный нагрев анализируемой пробы инфракрасным излучением достигается при совпадении максимума спектральной плотности падающего излучения с полосой наибольшего поглощения облучаемой пробы.

Действие инфракрасного излучения является результатом его поглощения и заключается в нагреве, удалении влаги и физико-химических превращениях внутри облучаемых веществ. Поэтому использование инфракрасного излучения для нагрева вещества при реализации ИКТГ метода измерений влажности требует оценки влияния инфракрасного излучения на материал анализируемой пробы. Параметры режима измерений влажности конкретного продукта ИКТГ методом (температуру и время высушивания, массу навески) следует выбирать для ИКТГ влагомера конкретного типа.

Значения температур сушки при измерениях влажности зерна и зернопродуктов на ИКТГ влагомерах с различными источниками инфракрасного излучения приведены в Таблице А.1.

Таблица А.1 - Температуры сушки при измерениях влажности зерна и зернопродуктов с помощью ИКТГ влагомеров с различными инфракрасными излучателями

Зерно и зернопродукты	Температура сушки, °С		
	Нагреватель в металлической оболочке (ТЭН)	Галогенная лампа	Нагреватель в керамической оболочке
Зерно пшеницы и пшеничная мука, манная крупа	130	160	150
Рожь и ржаная мука	130	160	150
Просо и пшено	120	150	140
Ячмень и ячменная крупа	130	160	150
Овес, овсяная крупа и овсяные хлопья	115	140	130
Гречиха и гречневая крупа	115	140	130
Зерно и мука кукурузы	130	160	150
Рис и рисовая крупа	140	160	150

ПРИМЕР ИКТГ влагомеры фирмы Sartorius:
-нагреватель в металлической оболочке (ТЭН) — анализатор влажности МА-30;
-галогенная лампа — инфракрасный термогравиметрический влагомер МА-45 Н;
-нагреватель в керамической оболочке — инфракрасный термогравиметрический влагомер МА-45 С.

Библиография

[1] РМГ 76-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

[2] ТУ 14-4-1374-86 Сетка мукомольная, тканая для мукомольной промышленности. Технические условия.

[3] ТУ 25-1819.0021-90 Секундомеры механические «СЛАВА» СДСпр-1-2-000, СДСпр-4б-2-000, СОСпр-6а-1-000. Технические условия.

УДК 633.1.543.573:006.354 **МКС 17.020**
67.060

Ключевые слова: зерно и зернопродукты, инфракрасный термогравиметрический метод, влажность, влагомер, инфракрасное излучение

Для заметок

Басуға _____ж. қол қойылды. Пішімі 60х84 1/16 Қағазы офсеттік.
Қаріп түрі «Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана.
Тапсырыс ____ _____
«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8(7172) 240074, 793324

gost.e-ecolog.ru