ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі

МАЙЛЫ ДАҚЫЛДАРДЫҢ ТҰҚЫМЫ ЖӘНЕ ОЛАРДЫҢ ӨҢДЕЛГЕН ӨНІМДЕРІ
Ылғалдылықты инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен анықтау

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ
Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности

ҚР СТ 2.194-2010

(ГОСТ Р 8.634-2007 «Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Майлы дақылдардың тұқымы және олардың өңделген өнімдері. Ылғалдылықты инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен анықтау», 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

МАЙЛЫ ДАҚЫЛДАРДЫҢ ТҰҚЫМЫ ЖӘНЕ ОЛАРДЫҢ ӨҢДЕЛГЕН ӨНІМДЕРІ
Ылғалдылықты инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен анықтау

ҚР СТ 2.194-2010

(ГОСТ Р 8.634-2007 «Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Майлы дақылдардың тұқымы және олардың өңделген өнімдері. Ылғалдылықты инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен анықтау», 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 7 қыркүйектегі № 396-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт Ресей Федерациясының ГОСТ Р 8.634-2007 «Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Майлы дақылдардың тұқымы және олардың өңделген өнімдері. Ылғалдылықты инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен анықтау» ұлттық стандартына қатысты түрлендірілген.

Осы стандартта 7-тарауға қосымша өлшеуді орындаған кезде қолданылатын өлшем құралы қосылды.

ГОСТ Р 8.634-2007 ережелерінен өзге ережелер мәтінде көлбеу қаріппен ерекшеленген.

Сәйкестік деңгейі – 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» сілтемесіне, ал өзгерістер мәтіні - «Мемлекеттік стандарттар» ай сайынғы ақпараттық сілтемелеріне жарияланады. Осы стандарт қайта қаралған (жойылған) немесе ауыстырылған жағдайда, тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесіне 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, белгілеулер мен қысқартулар	2
4	Жалпы ережелер	2
5	Өлшеу нәтижелері қателіктерінің сипаттамалары	3
6	Өлшеуді орындау шарттары	3
7	Инфрақызыл термогравиметрлік ылғалөлшегішке және өлшеуді орындаған кезде пайдаланылатын қосымша жабдыққа қойылатын талаптар	3
8	Өлшеуді орындауға дайындық	4
9	Өлшеуді орындау	4
10	Өлшеу нәтижелерін өңдеу және рәсімдеу	4
11	Өлшеу нәтижелерінің қателіктерін бақылау	6
А қосымшасы (ақпараттық) Майлы дақылдардың тұқымдарын және олардың өңделген өнімдерін инфрақызыл сәулеленудің әсерімен қыздырудың ерекшеліктері		9
Б қосымшасы (ақпараттық) Ылғалдылықты анықтаудың ауа-жылулық әдісінің дәлдік, қайталану және жаңғыру көрсеткіштерінің мәндері		10
Библиография		11

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі

МАЙЛЫ ДАҚЫЛДАРДЫҢ ТҰҚЫМЫ ЖӘНЕ ОЛАРДЫҢ ӨҢДЕЛГЕН ӨНІМДЕРІ

Ылғалдылықты инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен анықтау

Енгізілген күні 2011-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт майлы дақылдардың тұқымына, майлы өнеркәсіп үшін шикізат ретінде пайдаланылатын сояға, олардың өңделген өнімдеріне – күнжаралар мен шроттарға (бұдан әрі - майлы дақылдардың тұқымына және олардың өңделген өнімдеріне) таралады және ылғалдылықты анықтаудың инфрақызыл термогравиметрлік әдісін белгілейді.

Осы стандарттың ережелері майлы дақылдардың тұқымының және олардың өңделген өнімдерінің ылғалдылығын инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен өлшеуді орындау әдістемесін әзірлеген және аттестаттаған кезде пайдаланылуы мүмкін.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану 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. Өлшеуді орындау әдістемелері. Әзірлеу, метрологиялық аттестаттау, тіркеу және қолдану тәртібі.

ҚР СТ 2.21-2007 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшем құралдарын сынауды және типін бекітуді жүргізу тәртібі.

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

ҚР СТ 2.71-2004 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Құжаттарды метрологиялық сараптау. Негізгі ережелер.

ҚР СТ 2.75-2004 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. Өлшеу әдістерінің және нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және өте дәлдігі). 1 бөлім. Негізгі ережелер және анықтамалар.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003. Өлшеу әдістерінің және нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және өте дәлдігі). 6 бөлім. Дәлдіктің мәндерін тәжірибеде пайдалану.

ГОСТ 8. 010-99 Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшем орындау әдістемелері. Негізгі ережелер.

ГОСТ 10471-85 Зығыр шроты. Техникалық шарттар.

ГОСТ 10856-96 Майлы дақылдар. Ылғалдылықты анықтау әдісі.

ГОСТ 13979.1-68 Күнжара, шрот және қыша ұнтағы. Ылғалдылықты және ұшқыш заттарды анықтау әдістері.

ГОСТ 29027-91 Қатты және сусымалы заттардың ылғалөлшегіштері. Жалпы техникалық талаптар және сынау әдістері.

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, белгілеулер мен қысқартулар

3.1 Осы стандартта ҚР СТ 2.18, *ҚР СТ ГОСТ Р 50779.42*, ГОСТ ИСО 5725-1 және ГОСТ 29027 бойынша терминдер, анықтамалар мен белгілеулер қолданылады.

3.2 Осы стандартта мынадай қысқартулар пайдаланылады:

ИҚТГ ылғалөлшегіш – инфрақызыл термогравиметрлік ылғалөлшегіш;

ИҚТГ әдіс – инфрақызыл термогравиметрлік әдіс;

ӨОӘ – өлшем орындау әдістемесі.

4 Негізгі ережелер

4.1 Ылғалдылықты анықтаудың ИҚТГ әдісі талданатын зат үлгісінің массасын инфрақызыл сәулеленудің әсерімен кептіргенге дейін және кейін өлшеуден тұрады.

Әр түрлі типті ИҚТГ ылғалөлшегіштер:

а) инфрақызыл сәулеленудің әр түрлі көздерімен, олардың геометриясымен, сәулелену қуатымен;

б) жұмыс камерасында температураны ұстау ауқымымен және дәлдігімен;

в) өлшеу ауқымымен және қателігімен сипатталады.

ИҚТГ әдістің ерекшелігі талданатын заттан оның ыдырауынсыз ылғалды толық жоюды қамтамасыз ететін өлшеу (үлгінің температурасы және кептіру уақыты, салмағы) режимінің параметрлерін беру қажеттілігі болып табылады.

А қосымшасында келтірілген ылғалды өлшеу режимінің параметрлері эксперименттік дәлелденеді және қажет жағдайда, нақты типті ИҚТГ ылғалөлшегіштері үшін нақты өнімдердің ылғалдылығын ӨОӘ белгілейді.

Нақты типті ИҚТГ ылғалөлшегіштері үшін майлы дақылдардың тұқымының және олардың өңделген өнімдерінің ылғалдылығын ӨОӘ әзірлеу, *метрологиялық* аттестаттау, *тіркеу және қолдануды ҚР СТ 2.18*, *ГОСТ 8.010* және осы стандарттың талаптарына сәйкес жүргізеді.

Осы стандарттың талаптарының орындалуы майлы дақылдардың тұқымының және олардың өңделген өнімдерінің ылғалдылығын анықтаудың ИҚТГ әдісін *ҚР СТ 2.18*, ГОСТ ИСО 5725-6 сәйкес ГОСТ 10856 және ГОСТ 13979.1 бойынша ылғалдылықты анықтаудың негізгі ауа-жылулық әдісіне баламалы ретінде пайдалануға мүмкіндік береді.

5 Өлшеу нәтижелері қателіктерінің сипаттамалары

ИҚТГ әдіс майлы дақылдардың тұқымының және олардың өңделген өнімдерінің ылғалдылығын өлшеу нәтижелерінің мәндері 1-кестеде келтірілген мәндерден аспайтын абсолюттік қателікпен алуды қамтамасыз етеді.

1-кесте – Ылғалдылықты анықтаудың ИҚТГ әдісінің дәлдік, қайталану және жаңғыру көрсеткіштерінің мәндері

Процентпен

Өлшеу обьектісі	Қайталану көрсеткіші (қайталанудың орташа квадраттық ауытқуы), σ_r	Жаңғыру көрсеткіші (жаңғырудың орташа квадраттық ауытқуы), σ_R	Дәлдік көрсеткіші (P = 0,95 ықтималдықпен өлшеудің абсолюттік қателігі болатын шектері), ± Δ
Майлы дақылдардың тұқымдары	0,09	0,18	0,50
Күнжаралар, шпроттар	0,07	0,14	0,35

6 Өлшеуді орындау шарттары

Өлшеуді орындаған кезде мынадай шарттар сақталады:

- қоршаған ортаның температурасы (25 ± 5) °С;
- ауаның салыстырмалы ылғалдылығы (55 ± 25) %.

Қоректену көзінің параметрлері – пайдаланылатын ИҚТГ ылғалөлшегіштерінің пайдалану шарттарына (техникалық талаптарына) сәйкес.

ИҚТГ әдіспен ылғалдылықты өлшеуді орындаған кезде жұмыс орны ауа ағындары мен дірілден қорғалуы қажет; жұмыс орнының жанында магниттік өріс көздері болмауы тиіс.

7 Инфрақызыл термогравиметрлік ылғалөлшегішке және өлшеуді орындаған кезде пайдаланылатын қоымша жабдыққа қойылатын талаптар

7.1 1-кестеде көрсетілген қателіктің сипаттамаларымен ылғалдылықты өлшеу нәтижелерін алу типі бекітілген ИҚТГ ылғалөлшегішімен және мынадай негізгі метрологиялық және техникалық сипаттамаларымен сәйкес өлшеу ауқымын өлшеуді орындаған кезде қамтамасыз етіледі:

- ылғалдылықтың ең аз разрядының бірлік бағасы 0,01 %;
- өлшеудің ең көп шегі 15 г кем емес;
- өлшеудің абсолюттік қателігінің шегі ± 0,01 г артық емес;
- кептірудің берілген температурасының ауқымы 40 °С бастап 160 °С дейін;
- кептірудің температурасын ұстау дәлдігі ± 5 °С артық емес;
- кептіруге арналған алюминий астаушаның диаметрі 90 мм кем емес;
- кептіруге арналған алюминий астаушаның тереңдігі 5 мм кем емес.

7.2 Майлы дақылдардың тұқымы және олардың өңделген өнімдерінің үлгілерін ИҚТГ әдіспен өлшеуге дайындау кезіндегі қосымша жабдық:

- суды өткізбейтін материалдан жасалған, температураның айқын артуынсыз және мүмкіндігінше үлгінің қоршаған ортамен байланысынсыз үлгіні тез ұсақтауға мүмкіндік беретін минималды «жабық» кеңістікті зертханалық ұсақтағыш, мысалы ЛЗМ типі;

- герметикалық қақпақтармен жабдықталған ылғал мен ауа өткізбейтін контейнерлер;

- диаметрі 3,0 мм (төсемі 1-30) дөңгелек тесікпен [2] бойынша тор төсемнен жасалған елек.

7.3 Майлы дақылдардың тұқымы және олардың өңделген өнімдерінің таңдалған үлгілерін тасымалдауға және дайындалған үлгілерін сақтауға арналған контейнерлер үлгі сыйымдылықтың 80 % кем емес көлемін 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, ҚР СТ 2.4 сәйкес салыстырып тексеруге және Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесінің тізіліміне енгізуге жатады, сынау жабдығы ҚР СТ 2.75 сәйкес метрологиялық аттестаттауға жатады.

8 Өлшеуді орындауға дайындық

8.1 Салмағы 50 г кем емес майлы дақылдардың тұқымы және олардың өңделген өнімдерінің дайындалған зертханалық үлгісін (бұдан әрі – үлгі) герметикалық жабылатын контейнерге орналастырады.

Жер жаңғақ, майкене және соя, күнжара мен шпрот үлгілерін дайындау тесігінің диаметрі 3 мм артық емес електен толығымен өткенге дейін зертханалық ұсақтағышта тартудан тұрады.

Ылғалдылықты анықтауға арналған үлгілерді күн көзі мен ылғалдың тікелей түсуінен қорғап сақтайды және тасымалдайды. Тікелей ылғалдылықты өлшеуден бұрын үлгілерді мұқият араластырады.

ИҚТГ ылғалөлшегішті пайдалану жөніндегі нұсқаулыққа және (немесе) төлқұжатқа сәйкес жұмысқа дайындайды. Өлшеу режимінің параметрлері 4-тарауға сәйкес таңдалады.

9 Өлшеуді орындау

Өлшеуді орындау шарттары 6-таруға сәйкес.

ИҚТГ әдіспен ылғалдылықты анықтаған кезде мынадай негізгі операциялар орындалады:

ИҚТГ ылғалөлшегіш жинағының астаушасында салмағы (5,00 ± 0,20) г үлгінің ілмесін ылғалөлшегіштің электрондық таблосының көрсеткіштеріне бағдарланып бірдей етіп орналастырады.

Үлгінің ілмесі бар астаушаны ИҚТГ ылғалөлшегіштің жұмыс камерасына салады және ИҚТГ ылғалөлшегішті пайдалану жөніндегі нұсқаулыққа және (немесе) төлқұжатқа сәйкес тұрақты массаға дейін (кептірудің автоматты режимінде) өлшеу режимінің белгіленген параметрлерінде кептіреді.

10 Өлшеу нәтижелерін өңдеу және рәсімдеу

10.1 Кептіру процесінде ілме салмағының кемуін анықтау, математикалық өңдеу және үлгінің ылғалдылығын (судың массалық үлесін процентпен) есептеу автоматты түрде электрондық таблода ылғалдылықты жеке анықтаудың нәтижесін көрсетіп ИҚТГ ылғалөлшегішімен жүзеге асырылады.

ИҚТГ әдісі өлшеу нәтижесін кері экспресс-талдау жағдайларында бір анықтама бойынша алуды болжайды.

Бақылау өлшеулерін жүргізген кезде ылғалдылықты өлшеу нәтижесі ретінде қатар анықтау нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні қабылданады.

ЕСКЕРТПЕ ИҚТГ ылғалөлшегіші құрылымының спецификациясының ескерілуімен ылғалдылықты қатар анықтау ретінде сол бір үлгінің ілме ылғалдылығы ретімен жүргізілген анықтау қабылданады.

10.3 ГОСТ ИСО 5725-6 талаптарына сәйкес қайталану шарттарында алынған анықтама нәтижелерінің қолайлылығын тексеруді мынадай тәртіппен жүргізеді.

Егер қайталану шарттарында алынған қатар анықтама нәтижелерінің арасындағы абсолюттік айырмашылық 2-кестеде көрсетілген қайталану шегінің r мәнінен аспайтын болса, өлшеу нәтижесі ретінде екі қатар анықтама нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні қабылданады.

2-кесте – P = 0,95 сенімділік ықтималдық кезіндегі қайталану және жаңғыру шектері

процентпен

Өлшеу объектісі	Қайталану шегі, r	Жаңғыру шегі, R
Майлы дақылдардың тұқымдары	0,25	0,50
Күнжаралар, шпроттар	0,20	0,40

Егер абсолюттік айырмашылық қайталану шегінен r асатын болса, жеке анықтаудың тағы бір нәтижесі алынады.

Егер ылғалдылықты анықтаудың алынған нәтижелерінен максималды және минималды нәтижелер арасындағы абсолюттік айырмашылық (ауқым) (W_{max} - W_{min}) 95 % сенімділік ықтималдығының деңгейі үшін критикалық ауқымнан $CR_{0,95}$ (3) және 3 өлшеу санынан артық болмаса, онда саңғы нәтиже ретінде үш анықтау нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні көрсетіледі. Критикалық ауқым мәні n = 3 үшін формула бойынша анықталады:

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

мұндағы f (n) – 3 өлшеу саны үшін критикалық ауқымның коэффициенті; f (3) = 3,3;

σ_r – 1-кесте бойынша қайталанудың стандарттық ауытқуы.

Егер үш анықтау нәтижелерінің ауқымы n = 3 үшін критикалық ауқымнан артық болса, қайталану шегінің арту себептері анықталады, олар жойылады және 8 және 9-тараулардың талаптарына сәйкес ылғалдылықты өлшеуді орындауды қайталайды.

10.4 ГОСТ ИСО 5725-6 талаптарына сәйкес жаңғыру шарттарында алынған анықтау нәтижелерінің қолайлылығын тексеруді мынадай тәртіппен жүргізеді.

Тексеру екі зертхананың өлшеу нәтижелерін алған кезде жүргізіледі. Мұнда өлшеуді орындауға арналған үлгілер біртекті болуы тиіс, олардың көлемі мүмкін қайта өлшеуге қажет резервпен дайындалуы тиіс.

Әрбір зертхана екі жүйелі анықтау нәтижелерін алады және 10.3 бойынша олардың қолайлылығын тексеруді жүргізеді.

Екі зертханада алынған соңғы өлшеу нәтижелерінің үйлесімділігі екі орташа өлшеу нәтижелері мен критикалық айырмашылық $CD_{0,95}$ арасындағы абсолюттік айырмашылықты салыстыру арқылы тексеріледі:

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

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

Егер критикалық айырмашылық артық болса, онда ГОСТ ИСО 5725-6 5.3.3 жазылған процедуралар орындалады.

10.5 Өлшеу нәтижелерін рәсімдеу

Ылғалдылықты өлшеу нәтижесі мынадай түрде беріледі:

$$W \pm \Delta, P = 0,95, \quad (3)$$

мұндағы W – ылғалдылықты өлшеу нәтижесі, %;

Δ – 1-кесте бойынша өлшеудің абсолюттік қателігінің шектері, %.

11 Өлшеу нәтижелерінің қателіктерін бақылау

11.1 Салыстыру әдістемесін пайдаланып ИҚТГ әдісімен ылғалдылықты өлшеу нәтижелерінің қателіктерін бақылау

Бақылау құралдарының рөлін жұмыс топтары атқарады. Салыстыру әдістемесі ретінде мынадай стандарттарға сәйкес ауа-жылулық әдіс таңдалады:

ГОСТ 10856 – майлы дақыл тұқымдарының ылғалдылығын өлшеу нәтижелерінің қателігін бақылаған кезде;

ГОСТ 13979.1 - күнжаралар мен шпроттарды өлшеу нәтижелерінің қателігін бақылаған кезде.

Салыстыру әдістемесін пайдаланып ылғалдылықты өлшеу нәтижелерінің қателіктерін бақылау ИҚТГ әдісімен – W және салыстыру әдістемесімен – W_C алынған сол бір үлгіні бақылау өлшеудің нәтижелерін салыстырудан тұрады.

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

$$\hat{\delta} = |W - W_C|, \quad (4)$$

Бақылау процедурасының нәтижесі қанағаттанарлық деп танылады, егер

$$\hat{\delta} \le \sqrt{\Delta^2 + \Delta_C^2}, \quad (5)$$

мұндағы Δ – 1-кесте бойынша абсолюттік қателіктің шектері, %;

Δ_C – салыстыру әдістемесі бойынша абсолюттік қателіктің шектері, %.

(5) шарттары орындалмаған кезде басқа үлгіні пайдаланып өлшеуді жүргізеді. (5) шарттары қайталап орындалмаған кезде қанағаттанарлықсыз нәтижелерге әкелген себептер анықталады және оларды жояды.

ЕСКЕРТПЕ Ылғалдылықты өлшеу кезінде қателіктің арту себебі жиі нақты типті ИҚТГ ылғалөлшегішпен ылғалдылықты өлшеу режимінің дұрыс таңдалмаған параметрлері не үлгіні дайындау процедурасының сақталмауы болып табылады.

Өлшеу нәтижесінің қателігін бақылау нәтижесі ИҚТГ әдіспен ылғалдылықты өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылауды жүзеге асыру кезінде пайдаланылуы мүмкін.

11.2 Майлы дақылдардың тұқымының және олардың өңделген өнімдерінің ылғалдылығын ИҚТГ ылғалөлшегіштерінің көмегімен өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылауды *ҚР СТ ГОСТ Р 50779.42* бойынша Шухарттың бақылау карталарын пайдаланып ГОСТ ИСО 5725-6 сәйкес немесе [1] ұсыныстарына сәйкес жүргізеді. Бақылау процедуралары және олардың кезеңділігі тиісті Сапа бойынша

нұсқаулықта немесе өнімді жеткізуге келісім-шартта көрсетіледі. Егер мұндай кезеңділік көрсетілмесе, онда талданатын үлгінің көлеміне байланысты бақылау процедураларының санын таңдау бойынша [1] нұсқаулықтарды басшылыққа алады.

11.2.1 Қайталанғыштықтың тұрақтылығын бақылауға арналған Шухарттың бақылау карталарының параметрлері.

Қатар анықтама нәтижелерінің арасындағы айырмашылық: $w = |W_1 - W_2|$.

Орташа сызық:

$$d_2 \sigma_r = 1{,}128\ \sigma_r, \qquad (6)$$

мұндағы σ_r – 1-кесте бойынша;

d_2 – орташа сызықты есептеуге арналған коэффициент; $d_2 = 1{,}128$ екіге тең қатар анықтамалар санында.

Әрекет шектері: $UCL = D_2\ \sigma_r = 3{,}686\ \sigma_r$, (7)

LCL – жоқ.

Алдын алу шектері: $UCL = D_2\ (2)\ \sigma_r = 2{,}834\ \sigma_r$, (8)

LCL – жоқ,

мұндағы әрекет және алдын алу шектеріне арналған D_2 коэффициенттері екіге тең қатар анықтамалар саны үшін келтірілген.

11.2.2 Қателіктің тұрақтылығын бақылауға арналған Шухарттың бақылау карталарының параметрлері.

Қателіктің тұрақтылығын бақылауға арналған бақылау карталарының параметрлерін анықтау үшін қателіктің стандартты ауытқуын σ формула бойынша есептейді:

$$\sigma = \frac{\Delta}{1{,}96} \qquad (9)$$

мұндағы Δ – 1-кесте бойынша өлшеудің абсолюттік қателігінің шектері, %;

1,96 – сенімділік ықтималдығы P = 0,95 кезіндегі таралу квантилі.

Әрекет шектері *ҚР СТ ГОСТ Р 50779.42* сәйкес:

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

$$LCL = -\frac{3\sigma}{\sqrt{n}}, \qquad (10)$$

мұндағы n – ИҚТГ әдісімен ылғалдылықты қатар анықтау саны.

ЕСКЕРТПЕ Бақылау қарталарының параметрлерін анықтау үшін қателіктің стандарттық ауытқуын алдыңғы аралық нәтижелердің негізінде есептеуге жол беріледі. Бұл жағдайда нақты зертханада ИҚТГ әдісін жүзеге асыру кезінде стандарттық ауытқу (9) формула бойынша алынған мәннен кем болуы тиіс.

11.2.3 Шухарттың бақылау карталарын толтыру және интерпретациялау

Шухарттың бақылау карталарын құрған кезде:

а) ордината осі бойынша бақылау процедураларының нәтижелерін бөліп алады:

1) w – қайталанғыштықтың тұрақтылығын бақылауды жүзеге асырған кезде,

2) $\hat{\delta}$ - қателіктің тұрақтылығын бақылауды жүзеге асырған кезде;

б) абсцисса осі бойынша талдаудың жүргізілген күнін бөліп алады.

ИҚТГ әдісімен ылғалдылықты өлшеу процесінің тұрақтылығының мүмкін бұзылуына сигнал мынадай белгілердің бақылау карталарында көрінуі болып табылады: бір нүкте әрекет шегінен асып кетті; барлық нүктелер түгел орташа сызықтың бір жағында жатады; алты өспелі (кемімелі) нүкте қатарынан.

Егер жоғарыда тізбектелген белгілердің кемінде біреуі көрінсе, үлгіні дайындау және өлшеуді орындау шарттарының, сондай-ақ ИҚТГ ылғалөлшегішін пайдалану шарттарының сақталуын тексеру қажет.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Майлы дақылдардың тұқымдарын және олардың өңделген өнімдерін инфрақызыл сәулеленудің әсерімен қыздырудың ерекшеліктері

Инфрақызыл сәулелену электромагниттік сәулеленудің оптикалық ауқымының облысы болып табылады. Оның спектрі 760 нм бастап шамамен 1 мм дейін.

Инфрақызыл сәулелендіргіштер сәулеленуді генерациялау тәсілдерімен, спектр ауқымымен, материалмен, қызу температурасы мен формасымен ерекшеленеді.

Қызу денесінің температурасы бойынша инфрақызыл сәулеленудің көздері шыны және металл қабықтарындағы қызу денесімен ашық және қара инфрақызыл сәулелендіргіштерге бөлінеді. Ашығына дене температурасы 1000 °С жоғары сәулелендіргіштер жатады, ал шығарылатын спектрде маңызды үлесін көрінетін сәулелену алады. Бұл қыздыру шамдары, шамдық сәулелендіргіштер, мысалы, галогенді, газразрядты доғалық шамдар, электрлік сәулелендіргіштер (айна шамдары). Қара инфрақызыл сәулелендіргіштерде, олардың ішінде ең көп тарағаны керамикалық немесе металл қабықты электрлік сәулелендіргіштерде қызу денесінің температурасы 1000 °С артық, ал спектрдегі көрінетін сәулелену – процент үлесін құрайды.

Талданатын үлгінің инфрақызыл сәулеленумен тиімді қызуы берілетін сәулеленудің спектрлі тығыздығының максимумы сәулеленетін үлгінің ең үлкен қабылдау жолағымен қатар келгенде жетеді.

Инфрақызыл сәулеленудің әрекеті оның қабылдау нәтижесі болып табылады және қыздырудан, ылғалды жоюдан және сәулеленетін заттардың ішіндегі физика-химиялық түрлендірулерден тұрады. Сондықтан ылғалдылықты өлшеудің ИҚТГ әдісін жүзеге асырған кезде затты қыздыру үшін инфрақызыл сәулеленуді пайдалану талданатын үлгінің материалына инфрақызыл сәулеленудің әсерін бағалауды талап етеді. ИҚТГ әдісімен нақты өнімнің ылғалдылығын өлшеу режимінің параметрлерін (температура және құрғату уақыты, ілме массасын) нақты типті ИҚТГ ылғалөлшегіштері үшін таңдау қажет.

Инфрақызыл сәулеленудің әр түрлі көздерімен ИҚТГ ылғалөлшегіштеріндегі майлы дақылдардың тұқымы және олардың өңделген өнімдерінің ылғалдылығын өлшеген кезде құрғату температураларының мәндері А.1 кестесінде келтірілген.

А.1 кестесі – Майлы дақылдардың тұқымын және олардың өңделген өнімдерін құрғату режимдері

Өнімнің аты	Ілме массасы, г	Құрғату температурасы, °С		
		ТЭН	Керамикалық қыздырғыш	Галогенді қыздырғыш
Ұсақталған майлы тұқымдар	5,00 + 0,20	135	165	150
Ұсақталмаған майлы тұқымдар	5,00 ± 0,20	120	150	140
Күнжаралар, шроттар	2,00 ± 0,20	125	150	140
МЫСАЛ Sartorius фирмасының ИҚТГ ылғалөлшегіші: - металл қабықтағы қыздырғыш (ТЭН) – МА-30 ылғалдылықты талдағышы; - галогенді шам – МА-45 Н инфрақызыл термогравиметрлік ылғалөлшегіші; - керамикалық қабықтағы қыздырғыш –МА-45 С инфрақызыл термогравиметрлік ылғалөлшегіші.				

Б қосымшасы
(ақпараттық)

Ылғалдылықты анықтаудың ауа-жылулық әдісінің дәлдік, қайталану және жаңғыру көрсеткіштерінің мәндері

Майлы дақылдардың тұқымдары үшін ГОСТ 10856, күнжаралар мен шпроттар үшін ГОСТ 13979.1 белгіленген ылғалдылықты анықтаудың ауа-жылулық әдістері Б.1 кестесінде келтірілген абсолюттік қателіктерден аспайтын майлы дақылдардың тұқымы және олардың өңделген өнімдерінің ылғалдылығын өлшеу нәтижелерін алуды қамтамасыз етеді.

Б.1 кестесі – Ылғалдылықты анықтаудың ауа-жылулық әдісінің дәлдік, қайталану және жаңғыру көрсеткіштерінің мәндері

пайызда

Өлшеу объектісі	Қайталану көрсеткіші (қайталанудың орташа квадраттық ауытқуы), σ_r	Жаңғыру көрсеткіші (жаңғырудың орташа квадраттық ауытқуы), σ_R	Дәлдік көрсеткіші (P = 0,95 ықтималдықпен өлшеудің абсолюттік қателігі орналасқан шек), $\pm \Delta$
Майлы дақылдардың тұқымдары	0,09	0,18	0,50
Күнжаралар, шроттар	0,07	0,14	0,35

Библиография

[1] РМГ 76-2004 Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Сандық химиялық талдау нәтижелерінің сапасын ішкі бақылау

[2] ТУ 23.2-2068-89 Тор төсемдер. Техникалық шарттар.

ӘОЖ 633.1.543:006.354 **МСЖ 17.020**

Түйінді сөздер: майлы дақылдар тұқымдары, күнжара, шпрот, инфрақызыл термогравиметрлік әдіс, ылғалдылық, ылғалөлшегіш, инфрақызыл сәулелену

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ
Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности

СТ РК 2.194-2010

(ГОСТ Р 8.634-2007 «Государственная система обеспечения единства измерений. Семена масличных культур и продукты их переработки. 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 7 сентября 2010 года № 396-од.

3 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к национальному стандарту Российской Федерации ГОСТ Р 8.634-2007 «Государственная система обеспечения единства измерений. Семена масличных культур и продукты их переработки. Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности».

В настоящем стандарте дополнительно в Раздел 7 включено средство измерения, применяемое при выполнении измерений.

Положения отличные от положений ГОСТ Р 8.634-2007 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	4
11	Контроль погрешности результатов измерений	6
Приложение А (информационное) Особенности нагрева семян масличных культур и продуктов их переработки под действием инфракрасного излучения		8
Приложение Б (информационное) Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости воздушно-теплового метода определения влажности		9
Библиография		10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности

Дата введения 2011-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на семена масличных культур, включая сою, используемые в качестве сырья для масложировой промышленности, продукты их переработки - жмыхи и шроты (далее - семена масличных культур и продукты их переработки) и устанавливает инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности.

Положения настоящего стандарта могут быть использованы при разработке и аттестации методик выполнения измерений влажности семян масличных культур и продуктов их переработки инфракрасным термогравиметрическим методом.

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. 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 10471-85 Шрот льняной. Технические условия.

ГОСТ 10856-96 Семена масличные. Метод определения влажности.

Издание официальное

ГОСТ 13979.1-68 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Методы определения влаги и летучих веществ.

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, СТ РК ГОСТ Р 50779.42*, ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ 29027.

3.2 В настоящем стандарте используются 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.

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

Разработку, *метрологическую* аттестацию, *регистрацию и применение* МВИ влажности семян масличных культур и продуктов их переработки для ИКТГ влагомера конкретного типа проводят в соответствии с требованиями *СТ РК 2.18, ГОСТ 8.010* и настоящего стандарта.

Выполнение требований настоящего стандарта позволяет использовать ИКТГ метод определения влажности семян масличных культур и продуктов их переработки в качестве альтернативного основному воздушно-тепловому методу определения влажности по ГОСТ 10856 и ГОСТ 13979.1 в соответствии с *СТ РК 2.18*, ГОСТ ИСО 5725-6.

5 Характеристики погрешности результатов измерений

ИКТГ метод обеспечивает получение результатов измерений влажности семян масличных культур и продуктов их переработки с абсолютной погрешностью, значения которой не превышают значений, приведенных в Таблице 1.

Таблица 1 - Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости ИКТГ метода определения влажности

в процентах

Объект измерений	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), ± Δ
Семена масличных культур	0,09	0,18	0,50
Жмыхи, шроты	0,07	0,14	0,35

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

- цена единицы наименьшего разряда влажности 0,01 %;
- наибольший предел взвешивания не менее 15 г;
- предел абсолютной погрешности взвешивания не более ± 0,01 г;
- диапазон задаваемых температур сушки от 40 °С до 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 семян масличных культур и продуктов их переработки 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;

- сито из решетного полотна по [2] с круглыми отверстиями диаметром 3,0 мм (полотно 1-30).

7.3 Контейнеры для переноса отобранных и хранения подготовленных проб семян масличных культур и продуктов их переработки должны быть такими, чтобы проба 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 Подготовленную лабораторную пробу семян масличных культур и продуктов их переработки (далее – проба) массой не менее 50 г помещают в герметично закрывающийся контейнер.

Подготовка проб семян арахиса, клещевины и сои, жмыхов и шротов состоит в их размоле на лабораторной мельнице до полного прохождения через сито с отверстиями диаметром не более 3 мм.

Пробы, предназначенные для определения влажности, хранят и транспортируют, защищая от прямого солнечного света и влаги. Непосредственно перед измерением влажности пробы тщательно перемешивают.

ИКТГ влагомер подготовляют к работе в соответствии с руководством по эксплуатации и (или) паспортом. Параметры режима измерений выбирают в соответствии с Разделом 4.

9 Выполнение измерений

Условия выполнения измерений в соответствии с Разделом 6.

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

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

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.

10.3 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, полученными 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

Объект измерений	Предел повторяемости, r	Предел воспроизводимости, R
Семена масличных культур	0,25	0,50
Жмыхи, шроты	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}) не более критического диапазона $CR_{0,95}$ (3) для уровня доверительной вероятности 95 % и числа измерений 3, то в качестве окончательного результата указывают среднеарифметическое значение результатов трех определений. Значения критического диапазона для n = 3 находят по формуле:

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

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

σ_r - стандартное 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.

10.4 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 $CD_{0,95}$:

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

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.

10.5 Оформление результатов измерений

Результат измерений влажности представляют в виде:

$$W \pm \Delta,\ P = 0{,}95, \tag{3}$$

где W – результат измерений влажности, %;

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

11 Контроль погрешности результатов измерений

11.1 Контроль погрешности результатов измерений влажности ИКТГ методом с использованием методики сравнения

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

ГОСТ 10856 - при контроле погрешности результатов измерений влажности семян масличных культур;

ГОСТ 13979.1 - при контроле погрешности результатов измерений влажности жмыхов и шротов.

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 и по методике сравнения – W_C.

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

$$\hat{\delta} = |W - W_C|, \tag{4}$$

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если

$$\hat{\delta} \le \sqrt{\Delta^2 + \Delta_C^2}, \tag{5}$$

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

Δ_C - границы абсолютной погрешности по методике сравнения, %.

При невыполнении условия (5) повторяют измерения с использованием другой пробы. При повторном невыполнении условия (5) выясняют причины, приведшие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

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

Результаты контроля погрешности результатов измерений могут быть использованы при реализации контроля стабильности результатов измерений влажности ИКТГ методом

11.2 Контроль стабильности результатов измерений влажности семян масличных культур и продуктов их переработки с помощью ИКТГ влагомеров проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 с использованием контрольных 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.

11.2.1 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности повторяемости.

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

Средняя линия:

$$d_2 \sigma_r = 1{,}128\ \sigma_r, \quad (6)$$

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: $UCL = D_2\ \sigma_r = 3{,}686\ \sigma_r$, (7)

LCL – отсутствует.

Пределы предупреждения: $UCL = D_2\ (2)\ \sigma_r = 2{,}834\ \sigma_r$, (8)

LCL – отсутствует,

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

11.2.2 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности погрешности

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

$$\sigma = \frac{\Delta}{1{,}96} \quad (9)$$

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*:

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

$$LCL = -\frac{3\sigma}{\sqrt{n}}, \quad (10)$$

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 (9).

11.2.3 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 проведения пробоподготовки и выполнения измерений, а также условий эксплуатации ИКТГ влагомера.

Приложение А
(информационное)

Особенности нагрева семян масличных культур и продуктов их переработки 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 семян масличных культур и продуктов их переработки на ИКТГ влагомерах с различными источниками инфракрасного излучения приведены в Таблице А.1.

Таблица А.1 – Режимы сушки семян масличных культур и продуктов их переработки

Наименование продукта	Масса навески, г	Температура сушки, °С		
		ТЭН	Керамический нагреватель	Галогенный нагреватель
Семена масличные размолотые	5,00 + 0,20	135	165	150
Семена масличные неразмолотые	5,00 ± 0,20	120	150	140
Жмыхи, шроты	2,00 ± 0,20	125	150	140
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.				

Приложение Б
(информационное)

Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости воздушно-теплового метода определения влажности

Воздушно-тепловые методы определения влажности, установленные ГОСТ 10856 для семян масличных культур и ГОСТ 13979.1 - для жмыхов и шротов, обеспечивают получение результатов измерений влажности семян масличных культур и продуктов их переработки с абсолютными погрешностями, не превышающей приведенных в Таблице Б.1.

Таблица Б.1 – Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости воздушно-теплового метода определения влажности

в процентах

Объект измерений	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), $\pm \Delta$
Семена масличных культур	0,09	0,18	0,50
Жмыхи, шроты	0,07	0,14	0,35

Библиография

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

[2] ТУ 23.2-2068-89 Полотна решетные. Технические условия.

УДК 633.1.543:006.354 **МКС 17.020**
67.200

Ключевые слова: семена масличных культур, жмых, шрот, 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