ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.894— 2015

Государственная система обеспечения единства измерений

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Инфракрасный термогравиметрический метод определения массовой доли влаги и сухого вещества

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 426 «Измерение влажности твердых и сыпучих веществ»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 сентября 2015 г. № 1291-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет(www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины, определения, обозначения и сокращения . . . 2
4 Общие положения . . . 2
5 Требования к показателям точности измерений . . . 3
6 Требования к условиям измерений . . . 3
7 Требования к инфракрасному термогравиметрическому влагомеру и вспомогательному оборудованию, используемому при выполнении измерений . . . 3
8 Требования безопасности . . . 4
9 Требования к квалификации операторов . . . 4
10 Подготовка к выполнению измерений . . . 4
11 Порядок проведения измерений . . . 4
12 Обработка и оформление результатов измерений . . . 5
13 Контроль точности результатов измерений . . . 7
Приложение А (справочное) Информация об эксперименте, проведенном для оценки характеристик точности инфракрасного термогравиметрического метода . . . 9
Приложение Б (обязательное) Особенности воздействия инфракрасного излучения на молочные продукты . . . 10
Приложение В (справочное) Информация о стандартном образце утвержденного типа ГСО 9563-2010 (МСО 1781:2012) . . . 11
Библиография . . . 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Инфракрасный термогравиметрический метод определения массовой доли влаги и сухого вещества

State system for ensuring the uniformity of measurements. Milk and milk products. Infrared thermogravimetric method for determination of moisture and dry substance mass fraction

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на следующие молочные продукты: творог и творожные изделия, сыры, масло сливочное, консервы молочные сухие, мороженое (далее — молочные продукты) и устанавливает инфракрасный термогравиметрический метод определения массовой доли влаги и сухого вещества.

Методика, регламентированная настоящим стандартом, может быть использована при взаиморасчетах и при подтверждении соответствия качества и показателей идентификации молочных продуктов требованиям Федерального закона от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию».

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 3622—68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 3626—73 Молоко и молочные продукты. Метод определения содержания влаги и сухого вещества

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

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

ГОСТ 29246—91 Консервы молочные сухие. Методы определения влаги

ГОСТ Р 1.2—2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила разработки, утверждения, обновления и отмены

ГОСТ Р 1.5—2012 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты национальные. Правила построения, изложения, оформления и обозначения

ГОСТ Р 8.563—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

Издание официальное

ГОСТ Р 8.681—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания влаги в твердых веществах и материалах

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 50779.42—99 (ИСО 8258—91) Статистические методы. Контрольные карты Шухарта

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения, обозначения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены термины, имеющие соответствующие определения, и обозначения по ГОСТ 29027, ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 8.681, ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р 50779.42.

3.2 В настоящем стандарте использованы следующие сокращения:

ИК ТГ влагомер — влагомер инфракрасный термогравиметрический;

ИК ТГ метод — метод инфракрасный термогравиметрический.

4 Общие положения

4.1 ИК ТГ метод определения массовой доли влаги и сухого вещества заключается в измерении массы образца анализируемого вещества до и после его высушивания под действием инфракрасного излучения.

ИК ТГ влагомеры разных типов характеризуются различными источниками инфракрасного излучения, их геометрией, мощностью излучения; диапазоном и точностью поддержания температуры в рабочей камере; диапазоном и погрешностью взвешивания.

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

4.2 Параметры режима измерений массовой доли влаги и сухого вещества, задаваемые с учетом приложения А, экспериментально подтверждают и при необходимости устанавливают в методиках измерений массовой доли влаги и сухих веществ для ИК ТГ влагомеров конкретного типа.

4.3 Разработку, аттестацию и стандартизацию методик измерений влаги и сухих веществ в молочных продуктах для ИК ТГ влагомера конкретного типа проводят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 1.2, ГОСТ Р 1.5 и настоящего стандарта.

4.4 Выполнение требований настоящего стандарта позволяет использовать ИК ТГ метод определения массовой доли влаги и сухого вещества в молочных продуктах в качестве альтернативного основным воздушно-тепловым методам по ГОСТ 29246, ГОСТ 3626 в соответствии с ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р ИСО 5725-6.

5 Требования к показателям точности измерений

5.1 ИК ТГ метод обеспечивает получение результатов измерений влаги и сухого вещества в молочных продуктах с абсолютными погрешностями, не превышающими значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости ИК ТГ метода определения массовой доли влаги в молоке сухом, масле сливочном, сырах, твороге и творожных изделиях и сухого вещества в мороженом

В процентах

Молоко и молочные продукты	Диапазон измерений	Показатель повторяемости (среднее квадратичное отклонение повторяемости), σ_r	Показатель воспроизводимости (среднее квадратичное отклонение воспроизводимости), σ_R	Показатель точности (границы, в которых находится абсолютная погрешность измерения с вероятностью $P = 0,95$), $\pm \Delta$
Молоко сухое	0,50—7,00	0,09	0,14	0,35
Творог и творожные изделия	55,00—85,00	0,20	0,35	0,80
Сыры	35,00—75,00	0,20	0,35	0,80
Масло сливочное	15,00—35,00	0,07	0,11	0,30
Мороженое	30,00—45,00	0,11	0,16	0,55

5.2 По мере накопления информации в процессе внутреннего контроля показатели качества результатов измерений по настоящей методике измерений могут быть уточнены с учетом фактически обеспечиваемых лабораторией значений с оформлением протокола по [1].

5.3 Показатели качества методики анализа были установлены путем проведения межлабораторного эксперимента, в котором приняли участие 33 лаборатории. Информация по проведенному межлабораторному эксперименту представлена в приложении А.

6 Требования к условиям 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 ИК ТГ влагомера.

Рабочее место при выполнении измерений массовой доли влаги и сухого вещества ИК ТГ 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 массовой доли влаги и сухого вещества с характеристиками погрешности, указанными в таблице 1, обеспечивается ИК ТГ влагомером утвержденного типа со следующими основными характеристиками:

- цена наименьшего разряда в единицах массовой доли влаги — 0,01 %;
- источник инфракрасного излучения – нагреватель в керамической оболочке, нагреватель в металлической оболочке (ТЭН) или галогеновый нагреватель;
- наибольший предел взвешивания — не менее 30 г;
- цена наименьшего разряда в единицах массы — не более 0,001 г;
- предел абсолютной погрешности взвешивания — не более 0,005 г;
- диапазон задаваемых температур сушки не менее, чем от 50 °С до 160 °С;
- дискретность задаваемых температур сушки — 1 °С.

Примечание — Примеры различных инфракрасных излучателей, применяемых в ИК ТГ влагомерах, выпускаемых фирмами «Sartorius Weighing Technology GmbH» (Германия) и «Mettler Toledo International» (Швейцария):

- нагреватель в керамической оболочке — инфракрасные термогравиметрические влагомеры МА-45, МА-150 производства фирмы «Sartorius Weighing Technology GmbH»;

- нагреватель в металлической оболочке — ТЭН — термогравиметрические анализаторы МА-30, МА-35, МА-40 производства фирмы «Sartorius Weighing Technology GmbH», измеритель влажности весовой MJ33 производства фирмы «Mettler Toledo International»;

- галогеновый нагреватель — анализатор влажности HR83, HG63, HS153, HX204 производства фирмы «Mettler Toledo International».

7.2 Контейнеры для переноса отобранных и хранения подготовленных проб должны быть непроницаемы для влаги и воздуха и снабжены герметичными крышками.

8 Требования безопасности

При выполнении измерений должны соблюдаться следующие требования безопасности:

- электробезопасность при работе с электрооборудованием — по ГОСТ Р 12.1.019;

- организация обучения работников безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004;

- помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

9 Требования к квалификации операторов

Выполнение измерений должен проводить инженер-химик, техник или лаборант не ниже 3-го разряда, подготовленный по ГОСТ 12.0.004, имеющий высшее или специальное образование, опыт работы в химической лаборатории, изучивший техническую документацию на ИК ТГ влагомер.

10 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие операции:

10.1 Отбор проб молочных продуктов и подготовка их к анализу производится в соответствии с ГОСТ 3622 и ГОСТ 26809.

10.2 Проба, подготовленная для выполнения измерений, анализируется сразу, либо помещается в контейнер, снабженный информацией о способе ее взятия и хранения до проведения измерений. Пробы, предназначенные для определения влаги и сухих веществ, при хранении и транспортировке необходимо защищать от прямого солнечного света. Непосредственно перед измерением пробы тщательно перемешивают.

10.3 ИК ТГ влагомер подготовляют к работе в соответствии с руководством по эксплуатации и (или) паспортом. Параметры режима измерений выбирают в соответствии с таблицей 2 с учетом требований раздела 4 и приложения Б.

11 Порядок проведения измерений

11.1 Условия выполнения измерений — по разделу 6.

11.2 При определении массовой доли влаги и сухого вещества в молочных продуктах (молоке сухом, мороженом, масле сливочном, сырах, твороге и творожных изделиях) выполняют следующие основные операции:

- проверяют соответствие установленных в программе ИК ТГ влагомера параметров измерений рекомендуемым параметрам по таблице 2;

Таблица 2 — Рекомендуемые параметры сушки при измерениях массовой доли влаги и сухого вещества в молочных продуктах с помощью ИК ТГ влагомеров с различными инфракрасными излучателями

Молоко и молочные продукты	Масса навески, г	Температура сушки, °С		
		Нагреватель в металлической оболочке (ТЭН)	Нагреватель в керамической оболочке	Галогеновый нагреватель
Молоко сухое	3,0 ÷ 3,1	105	120	130
Творог	3,0 ÷ 3,1	160	180	140
Творожная масса	3,0 ÷ 3,1	155	175	140
Сыры сычужные	3,0 ÷ 3,2	125	155	140
Сыры плавленые	2,0 ÷ 2,5	110	140	140
Масло сливочное	3,0 ÷ 3,2	130	165	140
Мороженое	1,0 ÷ 1,5	110	145	150
Примечание — Устанавливают критерий остановки сушки — автоматический — сушка до постоянной массы, режим, обозначенный в программах сушки влагомеров «AUTO».				

- устанавливают на ИК ТГ влагомере соответствующий режим отображения результатов — массовая доля влаги (обозначение «(0—100) %») для молока сухого, масла сливочного, сыра, творога и творожных изделий, или массовая доля сухих веществ (обозначение «(100—0) %») для мороженого;

- в кювете из комплекта ИК ТГ влагомера равномерно распределяют навеску пробы молочных продуктов в соответствии с таблицей 2, массой (1,0—1,5) г мороженого и (3,0 ± 0,1) г остальных молочных продуктов, ориентируясь по показаниям электронного табло влагомера.

Примечание — При выполнении измерений массовой доли влаги в консервах молочных сухих, сырах и сухих веществ в мороженом рекомендуется применять предварительно высушенные на ИК ТГ влагомере бумажные обеззоленные фильтры. Порядок применения описан в приложении Б;

- кювету с навеской образца помещают в рабочую камеру ИК ТГ влагомера и проводят высушивание при установленных параметрах режима измерений до постоянной массы (автоматический режим сушки) в соответствии с руководством по эксплуатации или паспортом на ИК ТГ влагомер.

12 Обработка и оформление результатов измерений

12.1 Определение убыли массы навески в процессе сушки, математическая обработка и вычисление массовой доли влаги или сухого вещества в пробе осуществляются автоматически ИК ТГ влагомером с выдачей результата единичного определения на электронном табло ИК ТГ влагомера.

12.2 ИК ТГ метод предполагает получение результата измерения по одному определению в случаях рутинных экспресс-анализов.

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

Примечание — С учетом специфики конструкции ИК ТГ влагомера за параллельные определения влаги или сухих веществ принимают последовательно проведенные определения навесок одной и той же пробы.

12.3 Проверку приемлемости результатов определений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р 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 3, то за результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Таблица 3 — Пределы повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95 и числе измерений, равном двум

В процентах

Молочный продукт	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Консервы молочные сухие	0,25	0,40
Творог	0,55	1,00
Сыры	0,55	1,00
Масло сливочное	0,20	0,30
Мороженое	0,30	0,45

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

Если абсолютное расхождение между максимальным и минимальным результатами определений массовой доли влаги и сухого вещества ($W_{max} - W_{min}$) не превышает по значению 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

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

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

σ_r — стандартное отклонение повторяемости по таблице 1, %.

Если значение ($W_{max} - W_{min}$) превышает значение критического диапазона для n = 3, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями разделов 11 и 12.

12.4 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости в соответствии с требованиями ГОСТ Р 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 12.3.

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

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

где R, r — пределы повторяемости и воспроизводимости по таблице 3, %.

Примечание — Формула (2) применяется в случае, если средние значения получены как среднеарифметические двух последовательных определений ($n_1 = n_2 = 2$).

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

12.5 Оформление результатов измерений

12.5.1 Результат измерений массовой доли влаги представляют в виде:

$$W \pm \Delta,\ \%, \quad P = 0,95,$$

где W — результат измерений массовой доли влаги, %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений по таблице 1, %.

12.5.2 Результат измерений массовой доли сухого вещества представляют в виде:

$$X \pm \Delta,\ \%, \quad P = 0,95,$$

где X — результат измерений массовой доли сухого вещества, %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений по таблице 1, %.

12.5.3 Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

13 Контроль точности результатов измерений

Контроль точности результатов измерений массовой доли влаги и сухого вещества проводится одним из следующих способов.

13.1 Контроль с использованием стандартных образцов

В качестве средств контроля при определении массовой доли влаги в сухих молочных продуктах используют стандартные образцы утвержденного типа ГСО 9563—2010 (МСО 1781:2012), информация по стандартному образцу приведена в приложении В настоящего стандарта.

Контроль погрешности с применением стандартных образцов утвержденных типов состоит в сравнении аттестованного значения — A с результатом измерения влаги на ИК ТГ влагомере — W.

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

$$\hat{\delta} = W - A \tag{3}$$

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если

$$\hat{\delta} \le \Delta, \tag{4}$$

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.

13.2 Контроль с использованием методики сравнения

Роль средств контроля выполняют рабочие пробы. В качестве методики сравнения выбирают воздушно-тепловой метод, регламентированный следующими стандартами:

ГОСТ 3626 — при контроле погрешности результатов измерений массовой доли влаги в сырах, твороге, масле сливочном и при контроле погрешности определения массовой доли сухих веществ в мороженом;

ГОСТ 29246 — при контроле погрешности результатов определения массовой доли влаги в консервах молочных сухих.

Контроль погрешности результатов измерений с применением методики сравнения состоит в сравнении результатов контрольных измерений одной и той же пробы, полученных по ИК ТГ методу — W и по методике сравнения — W_C.

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

$$\hat{\delta} = |W - W_C|. \tag{5}$$

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если

$$\hat{\delta} \le \sqrt{\Delta^2 + \Delta_C^2}, \tag{6}$$

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 причинами превышения погрешности при измерении массовой доли влаги и сухого вещества являются либо неверно выбранные параметры режима измерений на ИК ТГ влагомере конкретного типа, либо несоблюдение процедуры пробоподготовки.

13.3 Результаты измерений, полученные при контроле погрешности результатов измерений, могут быть применены при реализации контроля стабильности результатов измерений ИК ТГ методом.

13.4 Контроль стабильности результатов измерений массовой доли влаги и сухого вещества в молоке и молочных продуктах с помощью ИК ТГ влагомеров рекомендуется проводить в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 с использованием карт Шухарта либо в соответствии с рекомендациями [1]. Процедуры контроля и их периодичность указывают в соответствующем руководстве по качеству или

в контракте на поставку продукции. Если периодичность не указана, то руководствуются рекомендациями [1] по выбору числа контрольных процедур в зависимости от объема анализируемых проб.

13.4.1 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности повторяемости

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

Средняя линия

$$d_2 \sigma_r = 1{,}128\ \sigma_r, \tag{7}$$

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:

$$UCL = D_2 \sigma_2 = 3{,}68\ \sigma_r;$$
$$LCL \text{ — отсутствует.} \tag{8}$$

Пределы предупреждения:

$$UCL = D_2(2)\ \sigma_2 = 2{,}834\ \sigma_r;$$
$$LCL \text{ — отсутствует.} \tag{9}$$

В формулах (8) и (9) коэффициенты для расчетов пределов действия и предупреждения приведены для числа параллельных определений, равного двум.

13.4.2 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности погрешности

С целью определить параметры контрольных карт для контроля стабильности погрешности рассчитывают стандартное отклонение погрешности σ_r по формуле

$$\sigma = \frac{\Delta}{1{,}96}, \tag{10}$$

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

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

Пределы действия в соответствии с ГОСТ Р 50779.42:

$$UCL = +\frac{3\sigma}{\sqrt{n}};$$
$$LCL = -\frac{3\sigma}{\sqrt{n}}, \tag{11}$$

где n — число параллельных определений массовой доли влаги и сухого вещества ИК ТГ 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 ИК ТГ метода в конкретной лаборатории должно быть меньше значения, полученного по формуле (10).

13.4.3 Заполнение и интерпретация контрольных карт Шухарта

При построении контрольных карт Шухарта по оси ординат откладывают результат контрольной процедуры w — при реализации контроля стабильности повторяемости, $\hat{\delta}$ — при реализации контроля стабильности погрешности; по оси абсцисс откладывают дату проведения анализа.

Признаками возможного нарушения стабильности процесса измерений массовой доли влаги и сухого вещества ИК ТГ методом служит появление на контрольной карте следующих особенностей: 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 подготовленных проб для анализа, проведения пробоподготовки и выполнения измерений, а также условий эксплуатации ИК ТГ влагомера.

Приложение А
(справочное)

Информация об эксперименте, проведенном для оценки характеристик точности инфракрасного термогравиметрического метода

А.1 Данные, относящиеся к оценке характеристик прецизионности (среднеквадратичного отклонения повторяемости, среднеквадратичного отклонения воспроизводимости), получены из межлабораторного эксперимента, организованного и проведенного в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-5.

А.2 Статистические результаты проведенного межлабораторного эксперимента:

Количество участвующих лабораторий	33
Количество типов ИК ТГ влагомеров	6
Число результатов измерений, полученных всеми лабораториями	640
Число результатов измерений, полученных всеми лабораториями после удаления выбросов	624
Опорное значение, полученное на ГЭТ 173—2013, %	3,86
Общее среднее значений, W, %	3,95
Стандартное отклонение повторяемости σ_r, %	0,09
Коэффициент вариаций повторяемости, W, %	2,28
Предел повторяемости, r (2,77 S_r), %	0,25
Стандартное отклонение воспроизводимости, σ_R, %	0,14
Коэффициент вариаций воспроизводимости, W, %	3,64
Предел воспроизводимости, R, %	0,40

А.3 Межлабораторный эксперимент не мог быть проведен для других молочных продуктов — объектов настоящего стандарта ввиду невозможности создания достаточно стабильных и однородных проб молочных продуктов.

Приложение Б
(обязательное)

Особенности воздействия инфракрасного излучения на молочные продукты

Б.1 ИК излучение. Особенности нагрева веществ и материалов под действием ИК 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 нагрева 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, галогеновые; газоразрядные дуговые лампы; электрические излучатели (зеркальные лампы). У темных инфракрасных излучателей, среди которых наиболее распространены электрические излучатели с керамической или металлической оболочкой, температура тела 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 ИК ТГ метода измерений массовой доли влаги и сухого вещества требует оценки влияния инфракрасного излучения на материал анализируемой пробы. Параметры режима измерений массовой доли влаги и сухого вещества конкретного продукта ИК ТГ методом (температуру и время высушивания, массу навески) следует выбирать для ИК ТГ влагомеров каждого конкретного типа.

Б.2 Особенности проведения измерений влаги и сухих веществ с использованием бумажных обеззоленных фильтров

При выполнении измерений массовой доли влаги в консервах молочных сухих, сырах и сухих веществ в мороженом рекомендуется применять предварительно высушенные на ИК ТГ влагомере бумажные обеззоленные фильтры, например «синяя лента», с диаметром, соответствующим диаметру алюминиевых кювет из комплекта ИК ТГ влагомера. Рекомендуемая температура сушки фильтров 125 °С, автоматический критерий остановки сушки («AUTO»).

При проведении измерений массовой доли влаги в сыре и сухих молочных консервах фильтры размещаются под навеской анализируемого продукта. В этом случае обнуляют массу сухой и чистой кюветы из комплекта ИК ТГ влагомера с расположенным в ней фильтром, после чего уже на фильтр делают навеску анализируемого молочного продукта. Кроме того, перед началом измерений массовой доли влаги в твороге, творожной массе и сырах плавленых необходимо, переставив кювету с уже взвешенной навеской с прибора ИК ТГ влагомера на ровную плоскую поверхность, произвести дополнительное выравнивание (размазывание) пробы лопаточкой, после чего вернуть кювету в рабочую камеру ИК ТГ влагомера и еще раз проверить массу навески.

При проведении измерений массовой доли сухого вещества в мороженом фильтр размещается сверху на навеску анализируемого продукта. В этом случае обнуляют массу сухой и чистой кюветы из комплекта ИК ТГ влагомера с расположенным в ней фильтром, после чего фильтр извлекается. Нагружают навеску мороженого, ориентируясь по показаниям электронного табло ИК ТГ влагомера. Затем поверх размещенной в кювете навески мороженого размещают фильтр, после чего еще раз проверяют массу навески — на электронном табло ИК ТГ влагомера должна быть показана масса навески мороженого (1,0—1,5) г.

Приложение В
(справочное)

Информация о стандартном образце утвержденного типа ГСО 9563-2010 (МСО 1781:2012)

НАИМЕНОВАНИЕ
Государственный стандартный образец состава молока сухого (АСМ-1).

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ
ГСО предназначен для обеспечения поверки и калибровки средств измерений массовой доли влаги и массовой доли азота (белка), основанных на различных физических методах измерений, а также для контроля погрешности и метрологической аттестации методик измерений массовой доли влаги и массовой доли азота в молоке сухом.

ОПИСАНИЕ
ГСО представляет собой молоко сухое цельное.
ГСО АСМ-1, массой 100 г, расфасован в специальные влагонепроницаемые пакеты из полиэтилена размерами 100 × 100 мм, с маркировкой.

НОРМИРУЕМЫЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ:

Аттестованная характеристика	Интервал значений аттестуемой характеристики ГСО	Абсолютная погрешность аттестованного значения, %
Массовая доля азота*	От 2 % до 6 %	0,03
Массовая доля влаги	От 2 % до 5 %	0,15

СРОК ГОДНОСТИ ЭКЗЕМПЛЯРА ГСО 6 месяцев

УТВЕРЖДЕНИЕ О ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТИ
Прослеживаемость аттестованного значения массовой доли влаги обеспечивается прямыми измерениями на Государственном первичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173—2013 в соответствии с ГОСТ Р 8.681.
Прослеживаемость аттестованного значения массовой доли азота обеспечивается прямыми измерениями на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1—2010, который в свою очередь прослеживается к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в твердых и жидких веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176—2013.

РАЗРАБОТЧИК И ИЗГОТОВИТЕЛЬ
ФГУП «УНИИМ»
620000, ГСП-824, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4.

* Массовая доля азота пересчитана на абсолютно сухое вещество.

Библиография

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

УДК 637.1.543.573:006.354 ОКС 67.100 ОКП 92 2000

Ключевые слова: молоко и молочные продукты, термогравиметрический метод, инфракрасное излучение, влагомер

Редактор *Е.Ю. Каширцева*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 30.10.2015. Подписано в печать 10.02.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,39. Тираж 57 экз. Зак. 3716.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru