



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі

**МАЙЛЫ ДАҚЫЛДАРДЫҢ ТҮҚЫМЫ ЖӘНЕ ОЛАРДЫҢ ӨНДЕЛГЕН 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 түқымы және олардың өнделген өнімдері. Ылғалдылықты инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен анықтау», MOD)

Ресми басылым

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

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі

МАЙЛЫ ДАҚЫЛДАРДЫҢ ТҮҚЫМЫ ЖӘНЕ ОЛАРДЫҢ ӨНДЕЛГЕН ӨНІМДЕРІ
Ылғалдылықты инфракызыл термогравиметрлік әдіспен анықтау

ҚР СТ 2.194-2010

(ГОСТ Р 8.634-2007 «Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Майлы дақылдардың түқымы және олардың өнделген өнімдері. Ылғалдылықты инфракызыл термогравиметрлік әдіспен анықтау», MOD)

Ресми басылым

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

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан метрология институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны ӘЗІРЛЕП ЕҢГІЗДІ

2 Қазақстан Республикасы Индустрія және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 7 қыркүйектегі № 396-од бүйрүғымен **БЕКІТЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕҢГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт Ресей Федерациясының ГОСТ Р 8.634-2007 «Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Майлы дақылдардың тұқымы және олардың өндөлген өнімдері. Ылғалдылықты инфракызыл 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 көлбейу каріппен ерекшеленген.

Сәйкестік деңгейі – түрлендірілген (MOD).

**4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ**

2015 жыл
5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗІЛДІ

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 Индустрія және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатының 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 өндөу және рәсімдеу	4
11	Өлшеу нәтижелерінің қателіктерін бақылау	6
А қосымшасы (ақпараттық) Майлы дақылдардың тұқымдарын және олардың өндөлген өнімдерін инфрақызыл сәулеленудің әсерімен қыздырудың ерекшеліктері		9
Б қосымшасы (ақпараттық) Ылғалдылықты анықтаудың ауа-жылулық әдісінің дәлдік, кайталану және жаңғыру көрсеткіштерінің мәндері		10
Библиография		11

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі

МАЙЛЫ ДАҚЫЛДАРДЫҢ ТҮҚЫМЫ ЖӘНЕ ОЛАРДЫҢ ӨНДЕЛГЕН ӨНІМДЕРІ

Ылғалдылықты инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен анықтау

Енгізілген күні 2011-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт майлы дақылдардың түқымына, майлы өнеркәсіп үшін шикізат ретінде пайдаланылатын сояға, олардың өнделген өнімдеріне – құнжаралар мен шпроттарға (бұдан әрі - майлы дақылдардың түқымына және олардың өнделген өнімдеріне) таралады және ылғалдылықты анықтаудың инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен белгілейді.

Осы стандарттың ережелері майлы дақылдардың түқымының және олардың өнделген өнімдерінің ылғалдылығының инфрақызыл термогравиметрлік әдіспен өлшеуді орындау әдістемесін әзірлеген және аттестаттаған кезде пайдаланылуы мүмкін.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадағы сілтемелік нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 2.4-2007 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлием құралдарын салыстырып тексеру. Үйымдастыру және жүргізу тәртібі.

ҚР СТ 2.18-2009 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлием бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлием құралдарын сынауды және титін бекітуі жүргізу тәртібі.

ҚР СТ 2.21-2007 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлием құралдарын сынауды және титін бекітуі жүргізу тәртібі.

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

ҚР СТ 2.71-2004 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Құжаттарды метрологиялық сарнатау. 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. Шұхарлтың бақылау карталары.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003. Өлшеу әдістерінің және нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және ете дәлдігі). 1 бөлім. Негізгі ережелер және анықтамалар.

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

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

ГОСТ 10471-85 Зығыр шроты. Техникалық шарттар.

ГОСТ 10856-96 Майлы дақылдар. Ылғалдылықты анықтау әдісі.

ҚР СТ 2.194-2010

ГОСТ 13979.1-68 Күнжара, шрот және қыша ұнтағы. Үлгілділіктердің және ұшқыншыларды анықтаудың әдістері.

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

ЕСКЕРТПЕ Осы стандарттың пайдаланған кезде сілтеме стандарттар мен жіктеуіштердің ағымдағы жылдамдықтарынан жақындаған жыл сайын басылып шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар сілтемесі» ақпараттық сілтемесі бойынша және ағымдағы жылда жасирилған тиесті ай сайын басылып шығарылатын ақпараттық сілтемелер бойынша тексерген дұрыс. Егер сілтеме құжат ауыстырылса, (өзгертілсе), онда осы стандарттың пайдаланған кезде ауыстырылған (өзгертілген) стандарттың басылылықта алу керек. Егер сілтеме құжат ауыстырусыз жойылса, онда оған сілтеме берілген ереже осы сілтемені қозғамайтын болікте 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 Үлгілділіктерді 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 куатымен;

б) жұмыс камерасында температуралы ұстаса ауқымымен және дәлдігімен;

в) өлшеу ауқымымен және қателігімен сипатталады.

ИҚТГ әдістің ерекшелігі талданатын заттан оның ыдырауынсыз ылғалды толық жоуды 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, накты типті ИҚТГ ылғалөлшегіштері үшін накты өнімдердің ылғалдылығын ӨОӘ белгілейді.

Накты типті ИҚТГ ылғалөлшегіштері үшін майлы дақылдардың тұқымының және олардың өндөлген 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 өндөлген 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 өндөлген өнімдерінің ылғалдылығының өлшеу нәтижелерінің мәндері 1-кестеде көрсетілген мәндерден аспайтын абсолюттік қателікпен алуды қамтамасыз етеді.

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

Процентпен

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 болатын шектері), $\pm \Delta$
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 сакталады:

- коршаган ортасынан температурасы $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- ауаның салыстырмалы ылғалдылығы $(55 \pm 25) \%$.

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

ИҚТГ әдіспен ылғалдылықты өлшеуді орындаған кезде жұмыс орны ауа ағындары мен дірліден корғалуы қажет; жұмыс орнының жаңында магниттік өріс көздері болмауы тиіс.

7 Инфракызыл 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 $\pm 0,01$ г артық емес;
- кептірудің берілген температурасының ауқымы $40 ^\circ\text{C}$ бастап $160 ^\circ\text{C}$ дейін;
- кептірудің температурасын ұсташа дәлдігі $\pm 5 ^\circ\text{C}$ артық емес;
- кептіруге арналған алюминий астаушаның диаметрі 90 мм кем емес;
- кептіруге арналған алюминий астаушаның терендігі 5 мм кем емес.

7.2 Майлы дақылдардың тұқымы және олардың өндөлген өнімдерінің үлгілерін ИҚТГ әдіспен өлшеуге дайындау кезіндегі қоымша жабдық:

КР СТ 2.194-2010

- суды өткізбейтін материалдан жасалған, температураның айқын артуынсыз және мүмкіндігінше үлгінің коршаган 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 төр төсемнен жасалған елек.

7.3 Майлы дақылдардың тұқымы және олардың өндөлген өнімдерінің таңдалған үлгілерін тасымалдауға және дайындалған үлгілерін сақтауға арналған контейнерлер үлгі сыйымдылықтың 80 % кем емес көлемін толтыратында болуы тиіс.

7.4 Қолданылатын өлшем құралдары КР СТ 2.21 сәйкес типін бекіту мақсатында сынауға немесе КР СТ 2.30 сәйкес метрологиялық аттестаттауға, КР СТ 2.4 сәйкес салыстырылған төксеруғе және Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесінің тізіліміне енгізуға жетады, сынау жабдығы КР СТ 2.75 сәйкес метрологиялық аттестаттауға жетады.

8 Өлшеуді орындауға дайындық

8.1 Салмағы 50 г кем емес майлы дақылдардың тұқымы және олардың өндөлген 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 елкен толығымен өткенге дейін зертханалық ұсақтағышта тартудан тұрады.

Үлғалдылықты анықтауға арналған үлгілерді құн көзі мен ылғалдың тікелей түсінен қорғап сақтайты және тасымалдайды. Тікелей ылғалдылықты өлшеуден бұрын үлгілерді мұқият араластырады.

ИҚТГ ылғалөлшегішті пайдалану жөніндегі нұсқаулыққа және (немесе) төлкүжатқа сәйкес жұмысқа дайындауды. 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 $(5,00 \pm 0,20)$ 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) төлкүжатқа сәйкес тұрақты массага дейін (кептірудің автоматты режимінде) өлшеу режимінің белгіленген параметрлерінде кептіреді.

10 Өлшеу нәтижелерін өндеу және рәсімдеу

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

ЕСКЕРПЕ ИҚТГ ылғалөшегіші 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 г 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, г	Жаңғыру шегі, R
Майлы дақылдардың тұқымдары	0,25	0,50
Күнжаралар, шпроттар	0,20	0,40

Егер абсолюттік айырмашылық қайталану шегінен г 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 санғы нәтиже ретінде үш анықтау нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні көрсетіледі. Критикалық ауқым мәні $n = 3$ үшін формула бойынша анықталады:

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

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-тарауарлардың талаптарына сәйкес ылғалдылықты өлшеуді орындауды қайталаіды.

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 орындауга 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 жанғыру және қайталану шектері.

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

10.5 Өлшеу нәтижелерін рәсімдеу

Ілғалдылықты өлшеу нәтижесі мұнадай 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 аткарады. Салыстыру әдістемесі ретінде мұнадай 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 үлгін бақылау өлшеудің нәтижелерін салыстырудан тұрады.

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

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

Бақылау процедурасының нәтижесі қанағаттанарлық деп танылады, егер

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

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

Δ_c – салыстыру әдістемесі бойынша абсолюттік қателіктің шектері, %.

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

ЕСКЕРТПЕ Ылғалдылықты өлшеу кезінде қателіктің арту себебі жи ңакты типті ИҚТГ ылғалөлшегішпен ылғалдылықты өлшеу режимінің дұрыс таңдалмаган 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 өндөлген өнімдерінің ылғалдылығын ИҚТГ ылғалөлшегіштерінің көмегімен өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылауды КР 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 талдау бойынша [1] нұсқаулықтарды басшылыққа алады.

11.2.1 Қайталаңғыштықтың тұрақтылығын бақылауға арналған Шұхарттың бақылау карталарының параметрлері.

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

Орташа сзызық:

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

мұндағы σ_r – 1-кесте бойынша;

d_2 – орташа сзызыкты есептеуге арналған коэффициент; $d_2 = 1,128$ екіге тен қатар анықтамалар санында.

Әрекет шектері: $UCL = D_2 \sigma_r = 3,686 \sigma_r$, LCL – жоқ.

Алдын алу шектері: $UCL = D_2 (2) \sigma_r = 2,834 \sigma_r$, LCL – жоқ,

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

11.2.2 Қателіктің тұрақтылығын бақылауға арналған Шұхарттың бақылау карталарының параметрлері.

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

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

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

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

Әрекет шектері *ҚР СТ ГОСТР 50779.42* сәйкес:

$$UCL = +\frac{3\sigma}{\sqrt{n}} \quad (10)$$

$$LCL = -\frac{3\sigma}{\sqrt{n}},$$

мұндағы n – ИҚТГ әдісімен ылғалдылықты қатар анықтау саны.

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

11.2.3 Шұхарттың бақылау карталарын толтыру және интерпретациялау Шұхарттың бақылау карталарын құрған кезде:

а) ордината осі бойынша бақылау процедураларының нәтижелерін бөліп алады:

1) w – қайталаңғыштықтың тұрақтылығын бақылауды жүзеге асырган кезде,

2) $\hat{\delta}$ – қателіктің тұрақтылығын бақылауды жүзеге асырган кезде;

б) абсцисса осі бойынша талдаудың жүргізілген күннің бөліп алады.

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

ҚР СТ 2.194-2010

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

А қосымшасы
(ақпараттық)

Майлы дақылдардың тұқымдарын және олардың өндөлгөн 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 қөздері шыны және металл қабықтарындағы қызу денесімен ашық және қара инфрақызыл сәулелендіргіштерге бөлінеді. Ашығына дене температурасы 1000 °C жоғары сәулелендіргіштер жатады, ал шығарылатын спектрде манызды үлесін көрінетін сәулелену алады. Бұл қыздыру шамдары, шамдық сәулелендіргіштер, мысалы, галогенді, газразрядты дөғалық шамдар, электрлік сәулелендіргіштер (айна шамдары). Қара инфрақызыл сәулелендіргіштерде, олардың ішінде ең көп тарағаны керамикалық немесе металл қабықты электрлік сәулелендіргіштерде қызу денесінің температурасы 1000 °C 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 түрлendірулерден тұрады. Сондықтан ылғалдылықты өлшеудін 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 түтті ИҚТГ ылғалөлшегіштері үшін тандау қажет.

Инфрақызыл сәулеленудің әр түрлі қөздерімен ИҚТГ ылғалөлшегіштеріндегі майлы дақылдардың тұқымы және олардың өндөлгөн өнімдерінің ылғалдылығын өлшеген кезде құрғату температураларының мәндері А.1 кестесінде көлтірілген.

A.1 кестесі – Майлы дақылдардың тұқымын және олардың өндөлгөн өнімдерін құрғату режимдері

Өнімнің аты	Ілме массасы, г	Құрғату температурасы, °C		
		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, шпроттар	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 шроттар үшін ГОСТ 13979.1 белгіленген ылғалдылықты анықтаудың ауа-жылулық әдістері Б.1 кестесінде көлтірілген абсолюттік қателіктерден аспайтын майлы дақылдардың тұқымы және олардың өндөлген 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, құнжара, шпрот, инфракызыл 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», МОД)

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
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2015 год
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. Проверка 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

СТ РК 2.194-2010

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

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 $P = 0,95$), $\pm \Delta$
			в процентах
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 $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха $(55 \pm 25) \%$.

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 $\pm 0,01$ г;
- диапазон задаваемых температур сушки от $40 ^\circ\text{C}$ до $160 ^\circ\text{C}$;
- точность поддержания температуры сушки не более $\pm 5 ^\circ\text{C}$;
- 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

СТ РК 2.194-2010

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 подготавливают 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 $(5,00 \pm 0,20)$ 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 $P = 0,95$

Объект измерений	Предел повторяемости, r	в процентах	
		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:

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

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

σ_r - стандартное отклонение повторяемости по Таблице 1.

Если диапазон результатов трех определений больше критического диапазона для $n = 3$, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраниют 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 $CD_{0,95}$:

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

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:

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

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:

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

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если

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

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 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 СТРК ГОСТР 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: $UCL = D_2 \sigma_r = 3,686 \sigma_r$,
 LCL – отсутствует. (7)

Пределы предупреждения: $UCL = D_2 (2) \sigma_r = 2,834 \sigma_r$,
 LCL – отсутствует, (8)

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:

$$UCL = \frac{3\sigma}{\sqrt{n}} \quad (10)$$

$$LCL = -\frac{3\sigma}{\sqrt{n}},$$

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 MA-30;
- галогенная лампа – инфракрасный термогравиметрический влагомер MA-45 Н;
- нагреватель в керамической оболочке – инфракрасный термогравиметрический влагомер MA-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.

Басуға _____ ж. кол қойылды. Пішімі 60x84 1/16 Қағазы оғсеттік.

Қаріп түрі «Times New Roman»

Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы _____ дана.

Тапсырыс _____

«Қазақстан стандарттау жөне сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік
кәсіпорны

010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй

«Эталон орталығы» ғимараты

Тел.: 8(7172) 240074, 793324