O'z DSt 8121 2016

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

ЗЕРНО И ЗЕРНОПРОДУКТЫ
Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности

Издание официальное

**Узбекское агентство стандартизации,
метрологии и сертификации**

Ташкент

Предисловие

1. РАЗРАБОТАН ООО «Donmahsulotlari ilmiy ishlab chiqarish markazi»
2. ВНЕСЕН техническим комитетом по стандартизации «DONMAHSULOTLARI»
3. УТВЕРЖДЕН И ВНЕСЕН постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство Узстандарт) № 05-802 от 01.12. 2016г.
4. Настоящий стандарт представляет собой идентичный текст ГОСТ Р 8.633-2007 «ЗЕРНО И ЗЕРНОПРОДУКТЫ. Инфракрасный термогравиметрический метод определения влажности»

В стандарте следующие редакционные изменения:

а) изменения в нумерации страниц;

б) изменено обозначение единиц измерений;

в) дополнен разделом «Библиографические данные»;

г) ссылки на национальные стандарты России заменены ссылками на идентичные нормативные документы, действующие на территории Республики Узбекистан;

д) взамен ссылки на Приложение Б к ГОСТ Р 8.581 в стандарте приведен текст приложения полностью в виде Приложения В.

5. ВВЕДЕН ВПЕВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории Республики Узбекистан публикуется в указателе, издаваемом агентством «Узстандарт».

O'ZSTANDART AGENTLIGA
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания агентства «Узстандарт»

Содержание

	Предисловие	II
1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины, определения, обозначения и сокращения	2
4	Общие положения	3
5	Характеристики погрешности результатов измерений	3
6	Условия выполнения измерений	4
7	Требования к инфракрасному термогравиметрическому влагомеру и вспомогательному оборудованию, используемому при выполнении измерений	4
8	Подготовка к выполнению измерений	4
9	Выполнение измерений	5
10	Обработка и оформление результатов измерений	5
11	Контроль погрешности результатов измерений	7
	Приложение А (рекомендуемое)	10
	Приложение Б (справочное)	11
	Приложение В (обязательное)	12
	Библиография	15
	Библиографические данные	16

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

O'z DSt 3121:2016

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

Улчашлар бирлигини таьминлаш давлат тизими
ДОН ВА ДОН МАХСУЛОТЛАРИ
Намликни аниклашнинг инфракизил термогравиметрик усули

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

State system for ensuring the uniformity of measurements
CEREALS AND CEREAL PRODUCTS
Infrared thermogravimetric method of moisture content determination

Дата введения с 04.12.2016

1 Область применения

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

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1.2-2009	Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены
ГОСТ 1.5-2001	Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению
ГОСТ 8.010-2013	Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения
ГОСТ 8.207-76	Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

Издание официальное

O'ZSTANDART AGENTLIGI
919 son bilan
«01» 12 2016 yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

ГОСТ 8.432-81	Государственная система обеспечения единства измерений. Влажность зерна и продуктов его переработки. Методика выполнения измерений на образцовой вакуумно-тепловой установке
ГОСТ 8.480-82	Государственная поверочная схема для средств измерений влажности зерна и зернопродуктов
ГОСТ ИСО 5725-1-2003	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ГОСТ ИСО 5725-5-2003	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений
ГОСТ ИСО 5725-6-2003	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
ГОСТ 5550-74	Крупа гречневая. Технические условия
ГОСТ 6709-72.	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 7022-97	Крупа манная. Технические условия
ГОСТ 9353-90	Пшеница. Технические условия
ГОСТ 9404-88	Мука и отруби. Метод определения влажности
ГОСТ 13586.3-83	Зерно. Правила приемки и методы отбора проб
ГОСТ 13586.5-93	Зерно. Метод определения влажности
ГОСТ 24104-2001	Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 26312.1-84	Крупа. Правила приемки и методы отбора проб
ГОСТ 26312.7-88	Крупа. Метод определения влажности
ГОСТ 26574-85	Мука пшеничная хлебопекарная. Технические условия
ГОСТ 27668-88	Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб
ГОСТ 28672-90	Ячмень. Требования при заготовках и поставках
ГОСТ 29027-91	Влагомеры твердых и сыпучих веществ. Общие технические требования и методы испытаний
O'z DSt 880:2015	Пшеница. Требования при заготовках и поставках
O'z DSt 1104:2011	Мука пшеничная хлебопекарная первого сорта, обогащенная витаминно-минеральной смесью. Технические условия
O'z DSt 1313:2009	Мука пшеничная хлебопекарная. Общие технические условия

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории Узбекистана по соответствующему указателю стандартов, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменённым (измененным) стандартом. 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 применены термины, имеющие соответствующие определения, и обозначения с учетом требований ГОСТ 29027, ГОСТ 8.010, ГОСТ ИСО 5725-1, [1].

3.2 В настоящем стандарте использованы следующие сокращения:

ИК ТГ влагомер - инфракрасный термогравиметрический влагомер;

ИК ТГ метод - инфракрасный термогравиметрический метод;

МВИ - методика выполнения измерений.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH V.
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

4 Общие положения

4.1 ИК ТГ метод определения влажности 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, массы образца), обеспечивающих полное удаление влаги из анализируемого вещества без его разложения.

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

4.3 Разработку, аттестацию и стандартизацию МВИ влажности зерна и зернопродуктов для ИК ТГ влагомера конкретного типа проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 8.010, ГОСТ 1.2, ГОСТ 1.5 и настоящего стандарта.

4.4 Выполнение требований настоящего стандарта позволяет использовать ИК ТГ метод определения влажности зерна и зернопродуктов в качестве альтернативного основным воздушно-тепловым методам определения влажности по ГОСТ 9404, ГОСТ 13586.5 и ГОСТ 26312.7 в соответствии с ГОСТ 8.010, ГОСТ ИСО 5725-6.

5 Характеристики погрешности результатов измерений

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

Таблица 1 - Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости ИК ТГ метода определения влажности в процентах

Зерно и зернопродукты	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости) σ_r	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости) σ_R	Показатель точности (границы, в которых находится абсолютная погрешность измерений с вероятностью $P = 0,95$) $\pm \Delta$
Зерно	0,07	0,14	0,2
Мука	0,07	0,14	0,2
Крупа	0,07	0,14	0,2

Информация об эксперименте, проведенном для оценки характеристик погрешности ИК ТГ метода, дана в приложении Б.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

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 ИК ТГ влагомера.

Рабочее место при выполнении измерений влажности 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 влажности с характеристиками погрешности, указанными в таблице 1, обеспечивают при выполнении измерений ИК ТГ влагомером утвержденного типа и соответствующего диапазона измерений со следующими основными метрологическими и техническими характеристиками:
- цена единицы наименьшего разряда 0,01 %;
- наибольший предел взвешивания не менее 15 g;
- предел абсолютной погрешности взвешивания не более 0,01 g;
- диапазон задаваемых температур сушки 40 °С...160 °С;
- точность поддержания температуры сушки не более ±5 °С;
- диаметр алюминиевой кюветы для сушки не менее 90 mm;
- глубина алюминиевой кюветы для сушки не менее 5 mm.

7.2 Вспомогательное оборудование при подготовке проб зерна и зернопродуктов к измерениям ИК ТГ 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.

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

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Отбор проб зерна и зернопродуктов (далее - пробы) проводят в соответствии с ГОСТ 13586.3, ГОСТ 27668, ГОСТ 26312.1. Пробу массой не менее 50 g сразу же помещают в контейнер, снабжают информацией о способе ее взятия и хранения до проведения измерений.

Пробы, предназначенные для определения влажности, следует хранить и транспортировать, защищая от прямого солнечного света и влаги.

STANDARTLASHTIRISH, DAVLA
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

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

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

- перед измерением анализируемые пробы измельчают на мельнице в течение:

60 s - пшеницу, ячмень, рожь, овес, крупы;

30 s - просо;

- крупность размола зерна контролируют в соответствии с ГОСТ 13586.5.

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

8.3 ИК ТГ 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

9.1 Условия выполнения измерений - по разделу 6.

9.2 При определении влажности ИК ТГ методом выполняют следующие основные операции:

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

Кювету с навеской образца помещают в рабочую камеру ИК ТГ влагомера и проводят высушивание при установленных параметрах режима измерений до постоянной массы (в автоматическом режиме сушки) в соответствии с руководством по эксплуатации или паспортом ИК ТГ 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 ИК ТГ влагомером с выдачей результата единичного определения влажности на электронном табло влагомера.

10.2 ИК ТГ 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 ИК ТГ 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,

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
TYKROST TEXNOLOGIYALARINI

указанного в таблице 2, то за результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

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

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

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

Если абсолютное расхождение между максимальным и минимальным результатами (диапазон) из полученных результатов определений влажности ($W_{max} - W_{min}$) меньше или равно по значению критическому диапазону $CR_{0,95}(3)$ для уровня доверительной вероятности 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, 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 $CD_{0,95}$:

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI

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

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 влажности

Результат измерений влажности представляют в виде:

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

где W - результат измерений влажности, %;

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

11 Контроль погрешности результатов измерений

Контроль погрешности результатов измерений влажности проводят одним из следующих способов.

11.1 Контроль с использованием аттестованных проб зерна и зернопродуктов

В качестве средств контроля используют комплект проб, аттестованных по приложению В, аналогичных по составу анализируемому материалу.

Контроль погрешности с применением аттестованных проб состоит в сравнении аттестованного значения влажности пробы - C с результатом измерения ее влажности на ИК ТГ влагомере - W. Результат контрольной процедуры $\hat{\delta}$ - оценку погрешности результата измерений влажности рассчитывают по формуле

$$\hat{\delta} = |W - C|. \quad (3)$$

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если

$$\hat{\delta} \le \Delta, \quad (4)$$

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

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

11.2 Контроль с использованием методики сравнения

Роль средств контроля выполняют рабочие пробы. В качестве методики сравнения по ГОСТ 8.010 (приложение Б) выбирают воздушно-тепловой метод в соответствии со следующими стандартами:

ГОСТ 13586.5 – при контроле погрешности результатов измерений влажности зерна;

ГОСТ 9404 - " " " " " муки;

ГОСТ 26312.7 - " " " " " крупы.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

Контроль погрешности результатов измерений влажности 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 влажности рассчитывают по формуле

$$\hat{\delta} = |W - W_C|. \quad (5)$$

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если

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

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

Δ_C - границы абсолютной погрешности по методике сравнения, %.

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

Примечание - Наиболее часто причиной превышения погрешности при измерении влажности являются либо неверно выбранные параметры режима измерений влажности ИК ТГ влагомером конкретного типа, либо несоблюдение процедуры пробоподготовки.

11.3 Результаты измерений, полученные при контроле погрешности результатов измерений, могут быть использованы при реализации контроля стабильности результатов измерений влажности ИК ТГ методом.

11.4 Контроль стабильности результатов измерений влажности зерна и зернопродуктов с помощью ИК ТГ влагомеров проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 с использованием карт Шухарта 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.

11.4.1 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности повторяемости

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

Средняя линия

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

где σ_r - по таблице 1;

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

Пределы действия:

$$UCL = D_2\sigma_r = 3{,}686\sigma_r; \quad (8)$$

LCL - отсутствует.

Пределы предупреждения:

O'ZSTANDART AGENTL...
STANDARTLASHTIRISH, DAVL...
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH...
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI...

$$UCL = D_2(2)\sigma_r = 2{,}834\sigma_r; \quad (9)$$

LCL - отсутствует,

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

11.4.2 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности погрешности

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

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

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

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

Пределы действия в соответствии с [1].:

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

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

где n - число параллельных определений влажности 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).

11.4.3 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.

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

Если появляется хотя бы один из вышеперечисленных признаков, необходимо проверить соблюдение условий хранения аттестованных проб зерна и зернопродуктов, проведения пробоподготовки и выполнения измерений, а также условий эксплуатации ИК ТГ влагомера.

O'ZSTANDART AGENTLIGA
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

Приложение А
(рекомендуемое)

Особенности нагрева зерна и зернопродуктов под действием инфракрасного излучения

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

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 ИК ТГ метода измерений влажности требует оценки влияния инфракрасного излучения на материал анализируемой пробы. Параметры режима измерений влажности конкретного продукта ИК ТГ методом (температуру и время высушивания, массу навески) следует выбирать для ИК ТГ влагомера конкретного типа.

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

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

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

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
TEXNOLOGIYALARINI

Приложение Б
(справочное)

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

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

Б.2 Показатели точности (границы, в которых находится абсолютная погрешность измерений с доверительной вероятностью $P = 0,95$) оценены в соответствии с разделом 8 рекомендаций [2].

Б.3 Дополнительная информация, относящаяся к проведенному межлабораторному эксперименту:

- 20 лабораторий-участниц;
- четыре различных типа ИК ТГ влагомеров;
- образцы зерна и зернопродуктов (образец молотого зерна пшеницы по ГОСТ 9353 или O'z DSt 880; образец пшеничной хлебопекарной муки по ГОСТ 26574, O'z DSt 1313 или O'z DSt 1104; образец гречневой крупы по ГОСТ 5550; образец манной крупы по ГОСТ 7022; образец ячменя по ГОСТ 28672).

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLA
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

Методика подготовки, приготовления и аттестации проб зерна и зернопродуктов для поверки средств измерений влажности

Настоящая методика устанавливает процедуру подготовки, приготовления и аттестации проб зерна и зернопродуктов для поверки средств измерений влажности.

В.1 **Средства измерений и реактивы**

Установка вакуумно-тепловая эталонная (образцовая) 1-го разряда для измерения влажности зерна и зернопродуктов по ГОСТ 8.432 или установка высшей точности УВТ 15А-81 по ГОСТ 8.480.

Экспрессный влагомер зерна любого типа.

Весы лабораторные 2-го класса с погрешностью, не превышающей 0,1 g, по ГОСТ 24104.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стеклянные сосуды вместимостью не менее 3 dm .

Мерный цилиндр вместимостью 500 cm .

В.2 Подготовка проб

В.2.1 Пробы зерна и зернопродуктов, применяемые для поверки средств измерений влажности, отбирают из основных районированных сортов в соответствии с ГОСТ 13586.3, ГОСТ 27668, ГОСТ 26312.1.

В.2.2 Отобранную пробу зерна тщательно очищают от сорной и зерновой примесей, полностью удаляют дробленое зерно. Масса очищенной пробы должна составлять не менее 1 kg.

В.2.3 Измеряют первоначальную влажность на экспрессном влагомере любого типа и разделяют исходную пробу на две части для подготовки проб влажностью от 8% до 12% и свыше 12% до 18%.

В.2.4 При подготовке проб влажностью от 8% до 12% при необходимости подсушивают зерно на воздухе, перемешивая его. После подсушки до требуемой влажности пробы зерна помещают в стеклянный сосуд, герметически закрывают и выдерживают в холодильнике при температуре (6±4) °С в течение 96 h.

В.2.5 При подготовке проб влажностью свыше 18% используют зерно естественной влажности, при необходимости увлажняя его.

В.2.6 При подготовке искусственно увлажненных проб зерно увлажняют, добавляя рассчитанное количество дистиллированной воды для получения требуемого значения влажности.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

Необходимое количество воды для увлажнения $M_в$, g, рассчитывают по формуле

$$M_в = \frac{M_н(W_{тр} - W_н)}{100 - W_{тр}}, \quad (Б.1)$$

где $M_н$ - начальная масса пробы зерна, g;

$W_{тр}$ - требуемая влажность, %;

$W_н$ - начальная влажность, %.

В.2.7 Пробу зерна массой $M_н$ помещают в стеклянный сосуд на 2/3 объема, добавляют отмеренное с помощью мензурки рассчитанное количество воды и тщательно перемешивают встряхиванием.

В.2.8 Герметически закрытые сосуды выдерживают в холодильнике при температуре (6±4) °С в течение 96 h. Пробы зерна периодически перемешивают встряхиванием емкостей в первые сутки не менее шести раз, в остальное время - не менее трех раз в сутки.

В.2.9 Перед аттестацией пробы зерна (зернопродуктов) выдерживают в герметически закрытых сосудах при комнатной температуре не менее 8 h.

В.3 Проведение метрологической аттестации

В.3.1 Метрологическими характеристиками проб зерна (зернопродуктов) являются аттестованное значение влажности и погрешность аттестованного значения влажности.

В.3.2 Аттестованное значение влажности пробы устанавливают измерением влажности пробы на эталонной вакуумно-тепловой установке 1-го разряда по ГОСТ 8.432 или на установке высшей точности УВТ 15А-81.

В.3.3 Аттестованное значение влажности пробы определяют как среднее арифметическое значение влажности *n* навесок. Число навесок при аттестации на эталонной вакуумно-тепловой установке - 6, на установке высшей точности - 18.

В.3.4 Границы интервала ΔW, в котором с принятой доверительной вероятностью P=0,95 находится погрешность аттестованного значения влажности зерна (зернопродуктов), рассчитывают по формуле

$$\Delta W = K\sqrt{(S_W)^2 + \frac{(\theta)^2}{3}}, \quad (Б.2)$$

где θ- значение неисключенной систематической составляющей погрешности образцовой вакуумно-тепловой установки;

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

$S_{\overline{W}}$ - среднее квадратическое отклонение среднего результата измерений влажности, рассчитанное по формуле

$$S_{\overline{W}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(W_i - \overline{W})^2}{n(n-1)}}, \quad (Б.3)$$

где W_i - i-е значение влажности пробы, %;

$\overline{W} = \frac{\sum_{i=1}^{n} W_i}{n}$ - среднее арифметическое значение влажности пробы, %;

K- коэффициент, полученный в соответствии с ГОСТ 8.207, по формуле

$$K = \frac{\xi + \theta}{S_{\overline{W}} + \frac{\theta}{\sqrt{3}}}, \quad (Б.4)$$

где ξ - доверительные границы случайной составляющей погрешности результата измерений, $\xi = tS_{\overline{W}}$,

где t - коэффициент Стьюдента: при n=6 и доверительной вероятности P=0,95 t=2,571; при n=18 и P=0,95 t=2,101.

Для каждой аттестованной пробы устанавливают срок действия - интервал времени, в течение которого аттестованное значение остается неизменным в пределах погрешности аттестованного значения при соблюдении условий хранения.

Для проб зерна и зернопродуктов влажностью от 8% до 12% установлен срок действия 180 суток, для проб влажностью свыше 12% - 60 суток со дня изготовления. По истечении срока действия пробы обезличивают.

В.4 Условия хранения

В.4.1 Пробы зерна (зернопродуктов) после аттестации расфасовывают в двойные полиэтиленовые пакеты, при этом масса пробы зерна (зернопродуктов) составляет 60-70 g. Пакеты герметически запаивают.

В.4.2 Пакеты с аттестованными пробами зерна (зернопродуктов) хранят при температуре (6±4) °С в холодильнике.

В.4.3 Перед использованием пробы зерна (зернопродуктов) должны быть выдержаны в помещении при комнатной температуре не менее 12 h.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AVROROT TEXNOLOGIYALARINI
...IV ETISH BOSHQARMASI

Библиография

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

[2] РМГ 61-2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

Библиографические данные

УДК 633.1.543.573:006.354	ОКС 67.180.10	С 19	ОКП 97 1000 92 9300 92 9400

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

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

O'z DSt 8121:2016

СОГЛАСОВАНО

Государственная хлебная инспекция
при Кабинете Министров
Республики Узбекистан

Письмо от "31" 05. 2016 г
№ 01/1-16/204

СОГЛАСОВАНО

Главный государственный
санитарный врач
Республики Узбекистан

Письмо от "28" 04. 2016 г
№ 012-3/928

СОГЛАСОВАНО

УПХ и ВНВП
АК "Уздонмахсулот"

Пенжиев А.Г.
"21" 06 2016 г.

СОГЛАСОВАНО

УИ и ВНТ
АК "Уздонмахсулот"

Абдуллаев Р.А.
"04" 07 2016 г

СОГЛАСОВАНО

УМЭ и К
АК "Уздонмахсулот"

Акрамов А.Х.
"18" 07 2016 г.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
RIVOJLANTIRISH MARKAZI

Заместитель Председателя
АК "Уздонмахсулот" Юлдашев А.

Директор
ООО "Donmahsulotlari IIChM" Гафурова Д.А.

Начальник отдела стандартизации
ООО "Donmahsulotlari IIChM" Кушвид О.Н.

Начальник испытательного комплекса
ООО "Donmahsulotlari IIChM" Чарыяров А.У.

Ведущий инженер
отдела стандартизации
ООО "Donmahsulotlari IIChM" Алимджанова Х.Т..

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

№ Изме-нений	№ листов (страниц)				Всего листов (страниц)	№ доку-мента	Входя-щий № сопроводи тельного документа и дата	Под-пись	Дата
	Изме-ненного	Заменен-ного	Нового	Аннули-рован-ного					

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI