



СССР

ПРЕДПРИЯТИЕ

п/я Г-4605

г. 620073, Свердловск

09.04.84 № 243-4-8/463

На № 30-3/1492 от 14.03.84

Зам. главного инженера
НПО "Ищепромавтоматика"
г. Глозман И.М.
270059, г. Одесса, ул. Краснова, 6

Настоящим письмом подтверждаем разрешение на продление
срока действия методики поверки ПВИС МИ на период разработки
стандартных образцов до 01.01.87 г.


Зам. руководителя

В.Г. Романов

Исп. Гершков В.В.
55-16-98

16 04 84 2362 30

Министерство пищевой промышленности
С С С Р


СОГЛАСОВАНО
Заместитель руководителя
предприятия П/А Г-4605
В.Ф. Романов
" 2 " 1981 г.


УТВЕРЖДАЮ
Главный инженер НПО
"Пищепромавтоматика"
В.А. Соколов
" 2 " 02 1981 г.

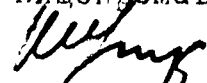
ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЬ ВЛАЖНОСТИ
ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ СОРБЦИОННЫЙ

Методика поверки
ПВИС.МИ

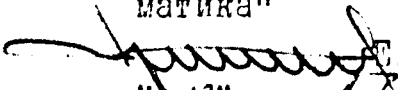
Срок действия с 24.04.81 по 24.04.83

Продлен до 01.01.87
письмом исх.243-4-8/463 от
09.04.84

Зам. главного инженера,
главный метролог НПО
"Пищепромавтоматика"


К.М. Унгур
" 16 " 1981 г.

И.о. зав. отделом №30
ин-та "Пищепромавто-
матика"


Е.П. Крылов
" 12 " 1981 г.

Владелец и дата выдачи и дата окончания срока действия

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в табл.2.

Таблица 2

Наименование средств поверки	Нормативно-технические характеристики
Редуктор давления воздуха РДФ-3-1	ТУ З.02. 1898-75 Рвх.=2,5-6 кгс/см ² ; Рвых.=0,2-2 кгс/см ² ; Q=1,6 м ³ /ч
Воздушный фильтр ФВ-6	ГОСТ 14266-69
Манометр образцовый	(0-1,6) кгс/см ² ; ГОСТ 6521-72
Миллиампермер Н-392	кл. 1,5; (0-5) мА
Вольтметр ЭИ3/3	кл. I; (0-250) В; ГОСТ 8711-60
Мегометр М1101М	500В; ГОСТ 8038-60
Аппаратура и оборудование для выполнения методики определения влажности высушиванием в сушильном шкафу	типы и характеристики средств указаны в аттестате методики высушивания в приложении 4
Образцы натурального продукта с влажностями 2%, 5%, 8%, 12%, 15%, приготовленные согласно аттестатов методик, приведенных в приложении 4	
Кювета для образцов натурального продукта Реперное устройство из комплекта принадлежностей ПВИС	размер площади не менее 150x150 мм Приложение 3

Образцовые средства измерения должны быть аттестованы (поверены) органами метрологической службы.

Допускается применение образцовых и вспомогательных средств, не перечисленных в таблице 2, но аттестованных органами метрологической службы и удовлетворяющих требуемой точности измерений.

Подпись и дата
 Подпись и дата
 Взам. инв. №
 Инв. № дубл.
 Подпись и дата
 Инв. № дубл.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха и измеряемых образцов 20 ± 5;
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, МПа от 0,084 до 0,106
- давление воздуха питания номинальное согласно ПВИС.ПС с отклонением не более + 3 % от номинального;
- класс загрязненности воздуха питания по ГОСТ 17433-72 I;
- напряжение питающей сети, В 220 ± 5.

4. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

4.1. Снять с преобразователя цилиндр, закрывающий оптическое окно. Установить преобразователь на шпильки (поз.4 приложение 3) и установить реперное устройство (приложение 3).

4.2. Подключить кабель сетевого питания и кабель, соединяющий выход преобразователя с регистрирующим прибором, для чего следует:

- разделить и зачистить концы каждого кабеля;
- снять крышки отсеков кабельных вводов, протянуть кабели через кабельные входы и через отверстия отсеков кабельных вводов, подключить их к соответствующим шпилькам внутри отсеков;
- установить крышки на свои прежние места;

Инв. № подл.	Подл. и дата	Инв. № дубл.	Подл. и дата
Инв. № инв.	Инв. № дубл.	Инв. № инв.	Инв. № дубл.

1	Лист	№ докум.	ПВИС.МИ	Подпись	Дата
				<i>[Signature]</i>	

ПВИС.МИ

вытянуть излишки кабелей из отсека;
вставить уплотнительные кольца и шайбу в каждый кабельный ввод;
вкрутить штуцеры;
завернуть соединительные муфты на штуцеры каждого кабельного ввода;
подсоединить концы кабеля, выходящего из кабельного ввода с надписью "выход" к регистрирующему прибору (миллиамперметру).

4.3. Для подачи сжатого воздуха следует:

снять колпачки со штуцеров для подачи сжатого воздуха и выхода отработанного воздуха;

соединить пневмотрубкой входной штуцер преобразователя с выходным штуцером редуктора давления и с образцовым манометром, а входной штуцер редуктора давления через воздушный фильтр ФВ-6 с линией сжатого воздуха.

4.4. Преобразователь необходимо заземлить с помощью наружного зажима.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

Во время проведения поверки необходимо соблюдать требования безопасности согласно приложения I.

5.1. Внешний осмотр.

5.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие поверяемого преобразователя следующим требованиям:

преобразователь должен быть полностью укомплектован, снабжен паспортом и совмещенным с ним техническим описанием и инструкцией по эксплуатации;

Подпись и дата

№ дубл.

№ инв. №

Подпись и дата

№ инв. №

маркировка преобразователя должна соответствовать в полном объеме маркировке, указанной в паспорте на данное изделие;

на корпусе преобразователя должны отсутствовать повреждения типа трещин, вмятин;

комплект пластин, входящих в состав реперного устройства, а также оптическое окно преобразователя, должны быть чистыми (без следов влаги, жира, пыли).

5.2. Опробование.

5.2.1. Проверить сопротивление изоляции, для чего приложить испытательное напряжение (500 В) между корпусом и соединенными вместе сетевыми контактами. Сопротивление изоляции должно быть не менее 40 МОм.

5.2.2. Выставить редуктором давления номинальное давление питания воздуха согласно паспорту преобразователя.

5.2.3. Подключить сетевой кабель преобразователя к сети 220 В

5.2.4. Установить подставку реперного устройства под оптическим окном преобразователя в соответствии с рисунком приложение 3 на расстоянии 250 мм от корпуса преобразователя.

5.2.5. Через 30 минут после включения преобразователя проверить показания выходного миллиамперметра при установке на оптическом окне преобразователя держателя реперного устройства, пластины - в который поочередно вкладываются образцы из стекла с маркировкой 1, 2, 3.

Испытания считать положительными, если показания для первого образца соответствуют влажности в пределах 2-5%, для второго - в пределах 7-10%, для третьего - в пределах 12-15%.

После окончания опробования снять реперное устройство и установить на место цилиндр (поз.6 на черт. ПВИС 00 000 СБ).

Эв. № подл.	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата

5.3. Определение основной погрешности преобразователя.

Для определения основной погрешности необходимо:

установить под оптическим окном преобразователя на расстоянии 200-300 мм поочередно образцы натурального продукта, насыщенные слоем не менее 2 мм в кювету размером не менее 150x150 мм, так чтобы проекция оптического окна находилась в пределах кюветы:

через 20 секунд после установки очередного образца снимать показания выходного миллиамперметра;

образец каждой влажности измерить 3 раза, перемешивая образец перед каждым измерением;

занести показания миллиамперметра на выходе преобразователя в таблицу:

Таблица 3

Действительные значения влажности образцов	Значение выходного сигнала		Погрешность % влажности
	мА	% влаж.	

определить влажность измеренных образцов по методике определения влажности высушиванием в сушильном шкафу (согласно аттестату) и полученные данные занести в таблицу 3 в графу "действительные значения влажности образцов".

Влажность рассчитывается по номинальной характеристике преобразователя, имеющей вид:

$$W = 2,6 \cdot J + 2,$$

где J - выходной ток в мА;

W - значение влажности контролируемого продукта в % влажности.

Подпись и дата

Взам. инв. № Инв. № дубл.

Подпись и дата

Инв. № подл.

Погрешность рассчитывается как разность между значением влажности, полученным с помощью преобразователя и аттестованным значением влажности соответствующего образца, и для всех измерений образцов не должна превышать $\pm 1\%$.

5.4. Определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей основной погрешности проводят одновременно с определением основной погрешности и в поверяемой точке рассчитывают по формуле:

$$\sigma_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (W_{ij} - \bar{W}_j)^2}{n-1}},$$

где W_{ij} - i -ое значение выходного сигнала преобразователя, пересчитанное по его номинальной характеристике в значение влажности при измерении влажности, воспроизводимой j -м образцом натурального продукта;

\bar{W}_j - среднее арифметическое значение выходного сигнала преобразователя (пересчитанное в проценты влажности) при измерении влажности, воспроизводимой j -м образцом;

n - число реализаций среднего квадратического отклонения случайной составляющей основной погрешности в поверяемой точке, которое должно быть не меньше 10.

Перед каждым измерением образец натурального продукта перемещается и показания снимаются через 20 с после каждого перемещения.

среднее квадратическое

Во всех поверяемых точках отклонение случайной составляющей основной погрешности не должно превышать $1/2$ предела допускаемой основной погрешности.

Подпись и дата

Имп. № докл.

Взам. инв. №

Подпись и дата

Имп. № докл.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Преобразователи, соответствующие требованиям настоящей методики, допускаются к применению.

6.2. При положительных результатах первичной поверки в паспорте ПВИС.ПС записывают, что преобразователь годен к применению и указывают дату поверки.

Запись результатов первичной поверки заверяют в порядке, установленном предприятием, на котором проводилась первичная поверка.

6.3. При положительных результатах периодической поверки в паспорте ПВИС,ПС записывают, что преобразователь годен к применению и указывают дату поверки.

Запись результатов периодической поверки заверяется в порядке, установленном органом ведомственной метрологической службы.

6.4. Запрещается выпускать в обращение и применять преобразователи, прошедшие поверку с отрицательным результатом.

В этом случае, при первичной поверке преобразователь возвращается в производство для исправления брака, а при периодической поверке ранее нанесенные клейма снимаются и в документах по оформлению результатов поверки заносят запись о непригодности поверенного преобразователя.

6.5. По результатам поверки составляют протокол по форме указанной в приложении 2.

Подпись и дата
Имя, № докум.
Имя, № докум.
Имя, № докум.
Имя, № докум.

Приложение I

ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Основные требования и необходимые меры для обеспечения безопасности:

при внешнем осмотре обращается внимание на наличие пломбы и знаков взрывозащиты на корпусе преобразователя, отсутствие обрывов заземляющих проводов, надежность присоединений кабелей, отсутствие их повреждений, отсутствие видимых механических повреждений.

Изм. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инд. № дубл.	Издан. в дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ПВВС.МИ

Лист
10

ПРОТОКОЛ №

" " 19 г.

поверки преобразователя влажности измерительного сорбционного

Зав. № _____

Дата выпуска _____

Пределы измерения _____ %

Контролируемая среда _____

Изготовленного (отремонтированного) _____

Принадлежащего _____

Поверка производилась по образцовым приборам _____

Результаты поверки

Поверяемые параметры	Норма	Действительное значение
Основная погрешность, %	I	
Среднеквадратическое отклонение основной погрешности, %	0,5	
Сопротивление изоляции, Мом	40	

Заключение по результатам поверки (преобразователь пригоден

к эксплуатации или не пригоден по такому то параметру)

Подпись лица, выполнявшего поверку _____

№ инв. № колл. Подпись и дата | Введ. инв. № | Инв. № дубл. | Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

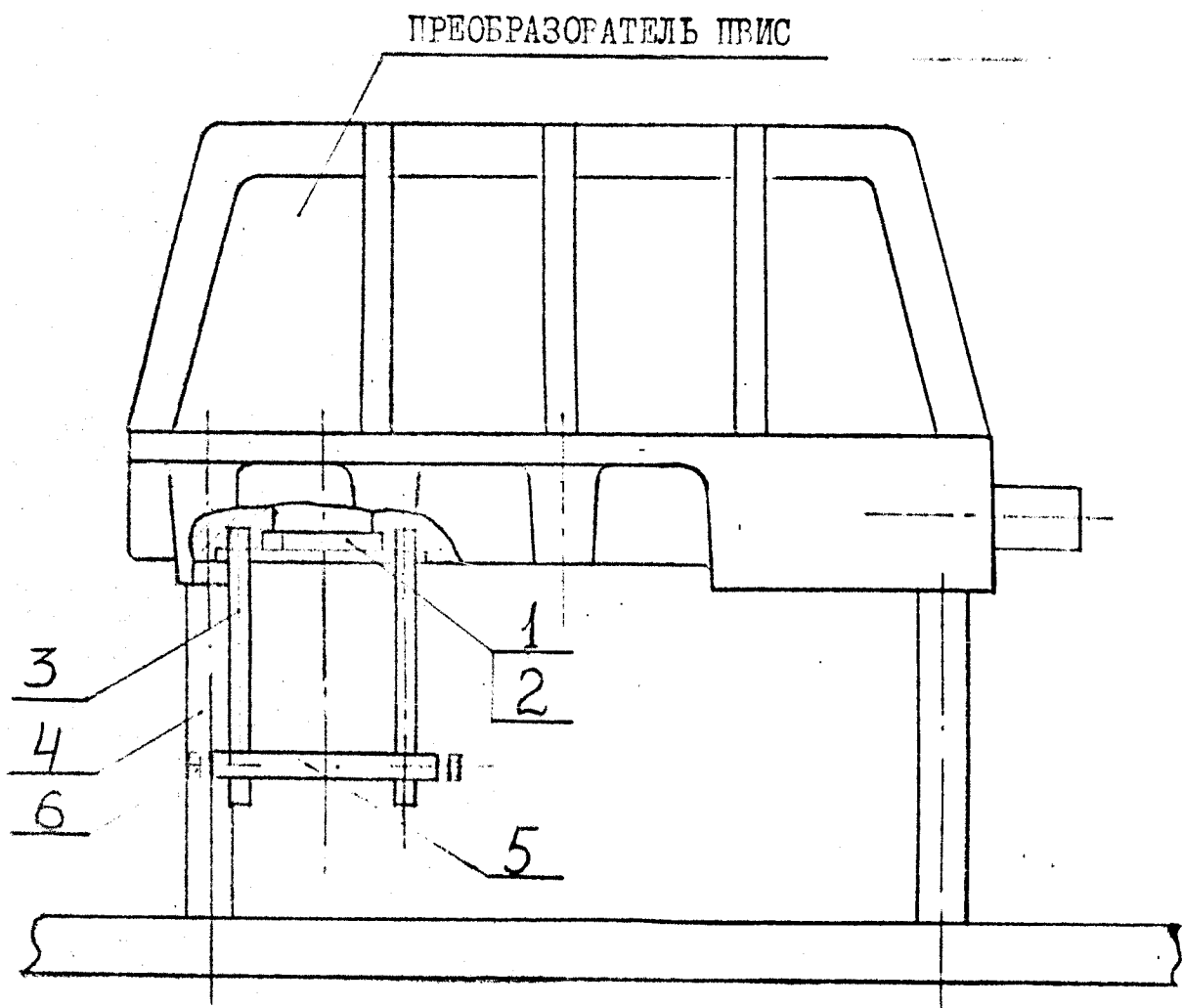


Рис. 1

Реперное устройство:

1. Держатель	ПВИС 00.060
2. Пластина	ПВИС 00.091 (091-01, 091-02)
3. Шпилька	ПВИС 00.092
4. Шпилька	ПВИС 00.092-01
5. Подставка	ПВИС 00.070
6. Болт М4х12.36.01	ГОСТ 7798-70

№ докум. и дата / Изм. № докум. / Подпись и дата

АТТЕСТАТЫ

МЕТОДИК ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ ПОДСОЛНЕЧНОЙ
МЯТКИ (ЖМЫХА, ШРОТА) РЫСУШКАНИЕМ Р СУШИЛЬНОМ
ШКАФУ

Изм. № верс. | Номер и дата | Назв. введ. № | Назв. докум. | Кол-во в арх.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ПРИС.МИ

Начальник отдела стандартизации
и качества

А.Б. Гаврилкевич
А.Б. Гаврилкевич

"12" января 1981 г.

И.о. начальника отдела метрологического обеспечения

В.В. Провазник
В.В. Провазник

8 января 1981 г.

Ответственный исполнитель

В.И. Артемьев
В.И. Артемьев

"26" декабря 1980 г.

Ст. научный сотрудник

Е.И. Ринберг
"26" декабря 1980 г.
Е.И. Ринберг

Лист № подл.	Подпись и дата	Взам. инв. №	Инд. № дубл.	Подпись и дата

Лист регистрации изменений

Изм	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в докум.	№ документа	Входящий № сопроводительного документа	Подпись	Дата
	измененных	измененных	новых	аннулированных					

1 2,4 6 - -

ПРИЛОЖЕНИЕ

Фев 16 05 23

Подпись и дата

Взам инв. № Инв. № дубл

Подпись и дата

Имя, Фамилия

Изм. Лист № докум. Подпись Дата

ПВИС.МИ

УТВЕРЖДАЮ

Зам. руководителя предприятия

И/я Г-4605

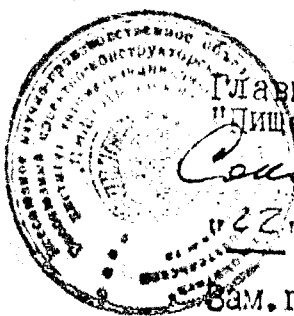
В.Г. Романов

"24" марта 1980 г.

А Т Т Е С Т А Т

МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ ПОДСОЛНЕЧНОЙ
МЯТКИ ВЫСУШИВАНИЕМ В СУШИЛЬНОМ ШКАФУЗам. директора ВНИИМ
по научной работеЗарембо Г.В. Зарембо
"26" II 1980 г.

Гл. метролог ВНИИМ

Бегунов А.А. Бегунов
"26" IV 1980 г.Главный инженер института
"Пищепромавтоматика"Соколов В.А. Соколов
"22" 02 1980 г.Зам. главного инженера,
гл. метролог института
"Пищепромавтоматика"Унгур К.М. Унгур
"21" февр 1980 г.

1980

I. НАЗНАЧЕНИЕ

Настоящая методика предназначена для определения влажности (массовой доли влаги) подсолнечной мятки маслоэкстракционного производства, в диапазоне (2-12) % по массе, высушиванием в сушильном шкафу. Методика может быть использована при градуировке, поверке и аттестации образцовых приборов для измерения этого показателя мятки перед форпрессованием или экстракцией.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ

При проведении измерений по настоящей методике рекомендуется применять средства измерений, оборудование и материалы, указанные в таблице.

Таблица

Наименование, тип, марка	Рекомендуемые нормативно-технические характеристики	Количество
1	2	3
Весы лабораторные	I класса, 100-200г, ГОСТ 19491-74	1
Разновесы 2 класса	ГОСТ 7328-73	1
Сушильный шкаф, ШСС-80п	ТУ 64-I-909-74. Нестабильность поддержания температуры $\pm 1^{\circ}\text{C}$	3
Секундомер	ГОСТ 5072-79Е	1
Эксикатор	ГОСТ 6371-73	4
Банка стеклянная с притертой пробкой вместимостью 500 мл	ГОСТ 3885-73	5
Стаканчик для взвешивания высотой 4 см, диаметром 5 см	ГОСТ 7148-70	30

I	!	2	!	3
Термометр		ГОСТ 215-73, цона деления $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$		3
Вода дистиллированная		ГОСТ 6709-72		I л
Кювета стальная эмалированная, 240x300 мм		МРТУ 1057-67		I
Шпатель		ГОСТ 19126-72		2
Кальций хлористый плавленный, марки "ч"		ГОСТ 4460-77		3 кг

3. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении измерений по настоящей методике должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха	$(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$;
относительная влажность окружающего воздуха, не более	80 %;
атмосферное давление окружающего воздуха от $0,84 \cdot 10^5$ Па до $1,07 \cdot 10^5$ Па;	
напряжение питания сети 220 В, отклонения напряжения питания от номинального	от минус 15 % до плюс 10 %
частота (50 ± 1) Гц.	

4. ПРИНЦИП ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ

Под влажностью мятки понимают отношение массы веществ, удаляемых при высушивании, к массе влажной мятки.

Определение влажности мятки проводят путем высушивания её в электрическом сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ в течение 4 часов.

В случае применения средств измерений и оборудования, указанных в таблице, и выполнения требований методики абсолютная суммарная погрешность определения влажности мятки будет лежать в пределах:

от минус 0,05 % до плюс 0,05 %
с доверительной вероятностью 0,95.

5. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1. Подготовка материалов и оборудования к анализу.

Для проведения анализа используют подсолнечную мятку, отобранную непосредственно с технологической линии в стеклянные банки с притертыми пробками.

Образцы мятки с заданным содержанием влаги получают следующим образом: навеску мятки с известной влажностью, определенной по описанному ниже методу, помещают в герметично закрывающийся сосуд, медленно добавляют рассчитанное количество дистиллированной воды. Затем сосуд герметизируют и, тщательно перемешав пробу, ставят его в холодильник. Если влажность мятки, используемой для приготовления образцов, превышает заданную величину, то исходную мятку предварительно просушивают в сушильном шкафу на ковете и определяют влажность подсушенной пробы.

Таким образом готовят образцы мятки на весь период проведения поверки и градуировки прибора по крайней мере за 3 дня до начала работы, но не более, чем за 15 суток. Находящиеся в холодильнике образцы мятки периодически перемешивают. За сутки до проведения анализа сосуд с мяткой извлекают из холодильника и оставляют при комнатной температуре.

Образец мятки с заданным содержанием влаги должен быть приготовлен в количестве около 200 г.

Расчет массы воды, которую необходимо добавить к мятке с известной влажностью до достижения заданной, ведут по формуле:

$$X = P_H \cdot \left(\frac{100 - W_u}{100 - W_z} - 1 \right),$$

где X — количество воды, добавляемой к мятке, г;
 P_H — масса навески мятки с известной влажностью, г;
 W_u — влажность исходной пробы мятки, %;
 W_z — заданное значение влажности пробы, %.

Нижняя часть эксикаторов, в которых выдерживаются боксы, должна быть заполнена плавленным хлористым кальцием на половину её объема. По мере увлажнения осушающего вещества его заменяют свежим.

5.2. Определение влажности мятки.

Вымытые боксы высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы и хранят перед использованием в эксикаторе с хлористым кальцием.

Подключают к электросети сушильный шкаф и после разогрева измеряют в нём температуру. В случае отклонения температуры от нормируемой величины её устанавливают с помощью терморегулятора.

Тщательно перемешивают встряхиванием пробу мятки с заданной влажностью и отбирают 10 проб массой $(5 \pm 0,5)$ г. Каждую пробу отбирают следующим образом: открывают крышку предварительно взвешенной боксы, засыпают мятку, быстро закрывают крышку и ставят боксу в эксикатор.

Все боксы с пробами должны быть взвешены на аналитических весах в течение 30 мин с момента начала насыпания мятки.

Помещают боксы с мяткой (крышки боксов открыты) в сушильный шкаф с температурой $(105 \pm 1) ^\circ\text{C}$. Высушивание проб мятки в шкафу

при установившейся температуре проводят в течение 3 часов. По истечении этого времени боксы извлекают из шкафа, закрывают крышками и помещают в эксикаторы.

После охлаждения закрытых боксов в течение 50 – 60 мин их взвешивают. При взвешивании боксов с мяткой до и после высушивания должен быть использован один и тот же набор гирь.

Влажность каждой пробы мятки вычисляют по формуле:

$$W_i = \frac{(P - P_I) \cdot 100}{P - P_2}$$

где W_i – влажность пробы, %;

P – масса боксы с мяткой до высушивания, г;

P_I – масса боксы с мяткой после высушивания, г;

P_2 – масса боксы без пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое 10 параллельных определений.

Для оценки погрешности определения вычисляют среднее квадратическое отклонение от среднего арифметического результата параллельных опытов.

6. АТТЕСТАЦИЯ ПРИМЕНЯЕМЫХ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1. Комплект применяемых в настоящей методике средств измерений и вспомогательного оборудования должен подвергаться периодической аттестации государственной метрологической службой с межповерочным интервалом в один год.

6.2. При аттестации должны проверяться:

правильность размещения оборудования и удобство работы с ним;

комплектность оборудования согласно перечня, указанного в

таблице;

наличие на всех средствах измерений непросроченных клейм или свидетельств о поверке;

исправность вспомогательного оборудования и применяемой посуды.

6.3. По результатам аттестации составляется акт с указанием права на возможность выполнения дальнейших измерений по данной методике на указанный период.

7. ТРЕБОВАНИЯ К ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

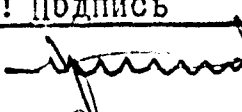

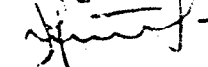
Помещение лаборатории, в которой производят измерения по настоящей методике, должно соответствовать требованиям "Пожарных норм проектирования зданий и сооружений" (СП и ППА - 5 - 70) и "Санитарных норм проектирования промышленных предприятий" (СП 245-71).

Сушильные шкафы, в которых ведется высушивание мятки, должны быть заземлены.


8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К измерениям по настоящей методике допускаются лица с образованием не ниже среднего, хорошо знакомые с техникой лабораторного химического анализа, изучившие настоящую методику, прошедшие инструктаж по технике безопасности.

Разработано

Ф.И.О.	! Должность	! Дата	! Подпись
Крылов Е.П.	и.о.зав.отделом ИЗО	21.02.80	
Мухля С.Ю.	и.о.зав.сектором физ-хим. исследований	18.04.80	
Ангелов М.С.	ст.н.сотр.	18/11-80	

УТВЕРЖДАЮ
 Зам. руководителя предприятия
 Э.Г. Романов
 марта 1980 г.



А Т Т Е С Т А Т
 МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ ПОДСОЛНЕЧНОГО
 ХЛЕБА ВЫСУШИВАНИЕМ В СУШИЛЬНОМ ШКАФУ

Зам. директора ВНИИЖ
 по научной работе
 Г.В. Зарембо
 "25" II 1980 г.



Гл. инженер института
 "Пищепромавтоматика"
 В.А. Соколов
 "22" II 1980 г.

Гл. метролог ВНИИЖ
 А.А. Бегунов
 "26" IV 1980 г.

Зам. главного инженера,
 гл. метролог института
 "Пищепромавтоматика"
 К.М. Унгур
 "21" фев. 1980 г.

I. НАЗНАЧЕНИЕ

Настоящая методика предназначена для определения влажности (массовой доли влаги в процентах) подсолнечного жмыха маслоэкстракционного производства, в диапазоне (2-15) %, высушиванием в сушильном шкафу. Методика может быть использована при градуировке, поверке и аттестации образцовых приборов для измерения этого показателя жмыха перед экстракцией.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ

При проведении измерений по настоящей методике рекомендуется применять средства измерений, оборудование и материалы, указанные в таблице.

Таблица

Наименование, тип, марка	Рекомендуемые нормативно-технические характеристики		Количество
	1	2	
Весы лабораторные	II класса, 100-200г, ГОСТ 19491-74		1
Разновесы 2 класса	ГОСТ 7328-73		1
Сушильный шкаф, ШС-80 П	ТУ 64-1-909-74 Неустойчивость поддержания температуры $\pm 1^\circ\text{C}$		3
Секундомер	ГОСТ 5072-79Б		1
Эксикатор	ГОСТ 6371-73		4
Банка стеклянная с притертой пробкой вместимостью 500 мл	ГОСТ 3685-73		5
Стаканчик для взвешивания высотой 4 см, диаметром 5 см	ГОСТ 7148-70		30
Термометр	ГОСТ 215 - 73, цена деления $\pm 0,5^\circ\text{C}$		3
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72		1 л

Г	!	2	!	3
Листа стальная, эмали- рованная, 240 x 300 мм		МРТУ 1057-67		1
Шпатель		ГОСТ 19126-72		2
Кальций хлористый плав- ленный, марки "Ч"		ГОСТ 4460-77		3 кг

3. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении измерений по настоящей методике должны соблю-
даться следующие условия:

температура окружающего воздуха	$(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$
относительная влажность окружающего воздуха, не более	80 %
атмосферное давление окружающего воздуха	от 0,84 · 10 ⁵ Па до 1,07 · 10 ⁵ Па;
напряжение питания сети 220 В, отклонения напряжения питания	от минус 15 % до плюс 10 %;
частота (50 ± 1) Гц.	

4. ПРИНЦИП ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ

Под влажностью жмыха понимают отношение массы веществ, уда-
ляемых при высушивании, к массе влажного жмыха.

Определение влажности жмыха проводят путем высушивания его
в электрическом сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 1) ^\circ\text{C}$ в
течение 4 часов.

В случае применения средств измерений и оборудования указан-
ных в таблице, и выполнения требований методики абсолютная суммар-
ная погрешность определения влажности жмыха будет лежать в преде-
лах :

от минус 0,05 % до плюс 0,05 %
с доверительной вероятностью 0,95.

5. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1. Подготовка материалов и оборудования к анализу.

Для проведения анализа используют подсолнечный жмых, отобран-
ный непосредственно с технологической линии в стеклянные банки с
притертыми пробками.

Образцы жмыха с заданной влажностью получают следующим обра-
зом : навеску жмыха с известной влажностью, определенной по опи-
санному ниже методу при двух параллельных, помещают в герметично
закрывающийся сосуд, медленно добавляют рассчитанное количество
дистиллированной воды. Затем сосуд герметизируют и, тщательно
перемешав пробу, ставят его в холодильник. Если влажность жмыха,
используемого для приготовления образцов, превышает заданную ве-
личину, то исходный жмых предварительно подсушивают в сушильном
шкафу на кювете и определяют влажность подсушенной пробы.

Таким образом готовят образцы мятки на весь период проведения
поверки и градуировки прибора по крайней мере за 3 дня до начала
работы, но не более, чем за 15 суток. Находящиеся в холодильнике
образцы жмыха периодически перемешивают. За сутки до проведения
анализа сосуд со жмыхом извлекают из холодильника и оставляют при
комнатной температуре.

Образец жмыха с заданным содержанием влаги должен быть приго-
товлен в количестве около 200 г.

Расчет массы воды, которую необходимо добавить к жмыху с
известной влажностью до достижения заданной, ведут по формуле:

$$X = P_H \cdot \left(\frac{100 - W_2}{100 - W_1} - 1 \right),$$

- где X — количество воды, добавляемой к жмыху, г;
 P_H — масса навески жмыха с известной влажностью, г;
 W_u — влажность исходной пробы жмыха, %;
 W_3 — заданное значение влажности пробы, %.

Нижняя часть эксикаторов, в которых выдерживаются боксы, должна быть заполнена плавленым хлористым кальцием на половину её объема. По мере увлажнения осушающего вещества его заменяют свежим.

5.2. Определение влажности жмыха.

Вымытые боксы высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы и хранят перед использованием в эксикаторе с хлористым кальцием.

Подключают к электросети сушильный шкаф и после разогрева измеряют в нем температуру. В случае отклонения температуры от нормируемой величины её устанавливают с помощью терморегулятора.

Тщательно перемешивают встряхиванием пробу жмыха с заданной влажностью и отбирают 10 проб массой ($5 \pm 0,5$) г. Каждую пробу отбирают следующим образом: открывают крышку предварительно взвешенной боксы с погрешностью 0,0002 г, засыпают жмых, быстро закрывают крышку и ставят боксу в эксикатор.

Все боксы с пробами должны быть взвешены на аналитических весах в течение 30 мин с момента начала насыпания жмыха в боксы, с погрешностью 0,0002 г.

Помещают боксы со жмыхом (крышки боксов открыты) в сушильный шкаф с температурой (105 ± 1) °С. Высушивание проб жмыха в шкафу при установившейся температуре производят в течение 3 часов. По истечении этого времени боксы извлекают из шкафа, закрывают крышками и помещают в эксикаторы.

После охлаждения закрытых боксов в течение 50 - 60 мин их

взвешивают. При взвешивании бюксов со жмыхом до и после высушивания должен быть использован один и тот же набор гирь.

Влажность каждой пробы жмыха вычисляют по формуле:

$$W_i = \frac{(P - P_I) \cdot 100}{P - P_2}$$

- где W_i — влажность пробы, %;
- P — масса бюксы со жмыхом до высушивания, г;
- P_I — масса бюксы со жмыхом после высушивания, г;
- P_2 — масса бюксы без пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое 10 параллельных определений.

Для оценки погрешности определения вычисляют среднее квадратическое отклонение от среднего арифметического результата параллельных опытов.

6. АТТЕСТАЦИЯ ПРИМЕНЯЕМЫХ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1. Комплект применяемых в настоящей методике средств измерений и вспомогательного оборудования должен подвергаться периодической аттестации государственной метрологической службой с межповторочным интервалом в один год.

6.2. При аттестации должны проверяться:

- правильность размещения оборудования и удобство работы с ним;
- комплектность оборудования согласно перечня, указанного в таблице;

- наличие на всех средствах измерений непросроченных клейм или свидетельств о поверке;

исправность вспомогательного оборудования и применяемой посуды.

6.3. По результатам аттестации составляется акт с указанием права на возможность выполнения дальнейших измерений по данной методике на указанный период.

7. ТРЕБОВАНИЯ К ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

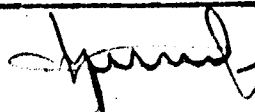
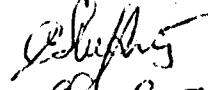

Помещение лаборатории, в которой производят измерения по настоящей методике, должно соответствовать требованиям "Пожарных норм проектирования зданий и сооружений" (СП и ППА - 5 - 70) и "Санитарных норм проектирования промышленных предприятий" (СП 245 - 71).

Сушильные шкафы, в которых ведется высушивание жмыха, должны быть заземлены.

8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К измерениям по настоящей методике допускаются лица с образованием не ниже среднего, хорошо знакомые с техникой лабораторного химического анализа, изучившие настоящую методику, прошедшие инструктаж по технике безопасности.

Разработано:

Ф.И.О.	! Должность	! Дата	! Подпись
Крылов Е.П.	и.о. зав. отделом № 30	21.02.80	
Мухля С.Ю.	и.о. зав. сектором физ-хим. исследований	20.02.80	
Ориничева Д.П.	мл.н.сотрудник	19.02.80г.	

УТВЕРЖДАЮ

Зам. руководителя предприятия

п.я. П/4605

В. Г. Романов

В. Г. Романов

"24" марта 1980 г.

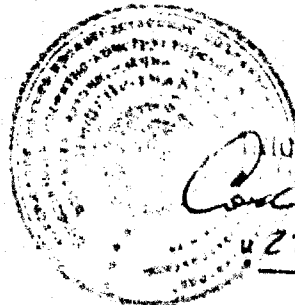
А Т Т Е С Т А Т

МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ ПОДСОЛНЕЧНОГО
ПРОТА ВИСУШИВАНИЕМ В СУШИЛЬНОМ ШКАФУ

Зам. директора ВНИИЖ
по научной работе

Р. В. Зарембо

"24" " " 1980 г.



Главный инженер

Института "Пищепром Автоматики"

В. А. Соколов

В. А. Соколов

"22" " " 1980 г.

Зам. контролер ВНИИЖ

А. А. Ватунов

"26" " " 1980 г.

Зам. главного инженера,
зам. контролер института
"Пищепром Автоматики"

К. М. Унгур

К. М. Унгур

"25" " " 1980 г.

1. НАЗНАЧЕНИЕ

Настоящая методика предназначена для определения влажности (массовой доли влаги в процентах) подсолнечного шрота маслоэкстракционного производства, в диапазоне (2-15) %, высушиванием в сушильном шкафу. Методика может быть использована при градуировке, поверке и аттестации образцовых приборов для измерения этого показателя шрота перед складированием.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ.

При проведении измерений по настоящей методике рекомендуется применять средства измерений, оборудование и материалы, указанные в таблице.

Таблица

Наименование, тип, марка	Рекомендуемые нормативно-технические характеристики	Количество
1	2	3
Весы лабораторные	I класса, 100-200г, ГОСТ 19491-74	1
Разновесы 2 класса	ГОСТ 7328 -73	1
Сушильный шкаф, ШСС-8Эл	ТУ 64-1-909 - 74 Нестабильность поддержания температуры $\pm 1^{\circ}\text{C}$	3
Секундомер	ГОСТ 5072 -79Б	1
Эксикатор	ГОСТ 6371 -73	4
Банка стеклянная с притертой пробкой вместимостью 500мл	ГОСТ 3885 -73	5
Стаканчик для взвешивания высотой 4см, диаметром 5 см.	ГОСТ 7148 -70	30

I	1	2	3
Термометр	ГОСТ 215 -73,	цена деления $\pm 0,5$ °С	3
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72		II
Кювета стальная эмалированная, 240 x 300 мм.	МРТУ 1057-67		2
Штатив	ГОСТ 19126 -72		2
Кальций хлористый плавленый, марки, "Ч"	ГОСТ 4460 -77		3кг

3. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении измерений по настоящей методике должны соблюдаться следующие условия :

температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С

относительная влажность окружающего воздуха, не более 80 %

атмосферное давление окружающего воздуха от $0,84 \times 10^5$ Па до $1,07 \times 10^5$ Па ;

напряжение питания сети 220 В, отклонения напряжения питания от номинального от минус 15% до плюс 10 %, частота (50 ± 1) Гц.

4. ПРИНЦИП ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ

Под влажностью шрота понимается отношение массы вещества, удаляемых при высушивании, к массе влажного шрота.

Определение влажности шрота проводят путем высушивания его в электрическом сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 1)^\circ\text{C}$ в течение 4 часов.

В случае применения средств измерений и оборудования, указанных в таблице, и выполнения требований методики абсолютная суммарная погрешность определения влажности шрота будет лежать в пределах :

от минус 0,05% до плюс 0,05%
с доверительной вероятностью 0,95.

5. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1. Подготовка материалов и оборудования к анализу.

Для проведения анализа используют подсолнечный шрот, отобранный непосредственно с технологической линии в стеклянные банки с притертыми пробками.

Образцы шрота подсушивают для удаления остаточного растворителя. С этой целью образец шрота помещают в кювету и устанавливают в сушильный шкаф с температурой $(105 \pm 1)^\circ\text{C}$. Продолжительность подсушивания 4 часа.

Образцы шрота с заданным содержанием влаги получают следующим образом: навеску подсушенного шрота с известной остаточной влажностью, определенной по описанному ниже методу, помещают в герметично закрывающийся сосуд, медленно добавляют рассчитанное количество дистиллированной воды. Затем сосуд герметизируют и, тщательно перемешав пробу, ставят его в холодильник.

Таким образом готовят образцы шрота на весь период проведения поверки и градуировки прибора по крайней мере за 3 дня до

начала работы, но не более, чем за 15 суток. Находящиеся в холодильнике образцы шрота периодически перемешивают. За сутки до проведения анализа сосуд со шротом извлекают из холодильника и оставляют при комнатной температуре.

Образец шрота с заданной влажностью должен быть приготовлен в количестве около 200 г.

Расчет массы воды, которую необходимо добавить к шроту до достижения заданной влажности, ведут по формуле:

$$X = P_n \times \left(\frac{100}{100 - W_3} - \frac{W_4}{W_3} - 1 \right),$$

где : X - количество воды, добавляемой к шроту, г ;

P_n - масса навески шрота с известной влажностью, г ;

W_4 - остаточная влажность подсушенного шрота, % ;

W_3 - заданное значение влажности пробы, % .

Нижняя часть эксикаторов, в которых выдерживаются бюксы, должны быть заполнены плавленым хлористым кальцием на половину её объема. По мере увлажнения осушающего вещества его заменяют свежим.

5.2. Определение влажности шрота.

Вымытые бюксы высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы и хранят перед использованием в эксикаторе с хлористым кальцием.

Подключают к электросети сушильный шкаф и после разогрева измеряют в нем температуру. В случае отклонения температуры от нормируемой величины её восстанавливают с помощью терморегулятора.

Тщательно перемешивают встряхиванием пробу шрота с заданной влажностью и отбирают 10 проб массой $(5 \pm 0,5)$ г. Каждую пробу отбирают следующим образом: открывают крышку предварительно взвешенной бюксы, засыпают шрот, быстро закрывают крышку и ставят бюксу в эксикатор.

Все бюксы с пробами должны быть взвешены на аналитических весах в течение 30 мин с момента начала насыпания шрота в бюксы, с погрешностью 0,0002 г.

Помещают бюксы со шротом (крышки бюксов открыты) в сушильный шкаф с температурой $(105 \pm 1)^\circ\text{C}$. Высушивание проб шрота в шкафу при установившейся температуре производят в течение 3 часов. По истечении этого времени бюксы извлекают из шкафа, закрывают крышками и помещают в эксикаторы.

После охлаждения закрытых бюксов в течение 50-60 мин их взвешивают. При взвешивании бюксов со шротом до и после высушивания должен быть использован один и тот же набор гирь.

Влажность каждой пробы шрота вычисляют по формуле :

$$W_2 = \frac{(P - P_1) \times 100}{P - P_2},$$

где: W_2 - влажность пробы, % ;

P - масса бюксы со шротом до высушивания, г ;

P_1 - масса бюксы со шротом после высушивания, г ;

P_2 - масса бюксы без пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое 10 параллельных определений.

Для оценки погрешности определения вычисляют среднее квадратическое отклонение от среднего арифметического результата параллельных опытов.

6. АТТЕСТАЦИЯ ПРИМЕНЯЕМЫХ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1. Комплект применяемых в настоящей методике средств измерений и вспомогательного оборудования должен подвергаться периодической аттестации государственной метрологической службой с межповерочным интервалом в один год.

6.2. При аттестации должны проверяться :

правильность размещения оборудования и удобство работы с ним;
полнота комплектности оборудования согласно перечня, указанного в таблице ;

наличие на всех средствах измерений непросроченных клейм или свидетельств о поверке ;

исправность вспомогательного оборудования и применяемой посуды.

6.3. По результатам аттестации составляется акт с указанием права на возможность выполнения дальнейших измерений по данной методике на указанный период.

7. ТРЕБОВАНИЯ К ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

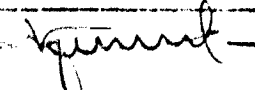
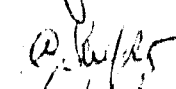
Помещение лаборатории, в которой производят измерения по настоящей методике, должно соответствовать требованиям "Пожарных норм проектирования зданий и сооружений" (СП и ППА -5-70) и "Санитарных норм проектирования промышленных предприятий" (СП 245 - 71).

Сушильные шкафы, в которых ведется высушивание шроты, должны быть заземлены.

8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К измерениям по настоящей методике допускаются лица с образованием не ниже среднего, хорошо знакомые с техникой лабораторного химического анализа, изучившие настоящую методику, прошедшие инструктаж по технике безопасности.

Разработано:

Фамилия, имя, отчество	должность	дата	подпись
Крылов Е. П.	и.о. зав. отделом ЗО	21.02.80	
Мухля С. Ю.	и.о. зав. сектором Физ-хим. исследований	20.02.80	
Варфоломеев К. А.	мл. н. сотрудник	19.02.80	