

УДК 006.91 (083.131)

В.Б. Латипов

НИИ стандартизации, метрологии и сертификации (НИИСМС), Узбекистан

## ПРОЦЕДУРА ОЦЕНКИ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ БЕЛКА В ЗЕРНЕ МЕТОДОМ ОТГОНКИ АММИАКА В РАСТВОР СЕРНОЙ КИСЛОТЫ ПРИ ФАКТИЧЕСКОЙ ВЛАЖНОСТИ

*Рассмотрены этапы оценки неопределенности измерения белка в зерне методом отгонки аммиака в раствор серной кислоты при фактической влажности. Приведены уравнения для оценки характеристик неопределенности измерения.*

**Ключевые слова:** неопределенность, метод, процедура, белок, зерно, влажность.

Метод определения белка в зерне или продуктах его переработки установлен ГОСТ 10846 [1]. Согласно ГОСТ 10846 модель измерения содержания белка  $X_4$  в зерне или продуктах его переработки методом отгонки аммиака в раствор серной кислоты при фактической влажности в процентах выражается уравнением

$$X_4 = K \cdot \frac{(V_0 - V_1) \cdot K_1 \cdot 0,0014}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $K$  – коэффициент пересчета содержания азота на белок, равный: 5,7 – для пшеницы, овса и продуктов их переработки; 5,6 – для ржи и продуктов их переработки; 6,0 – для риса и продуктов их переработки; 6,25 – для семян бобовых культур, продуктов их переработки и пивоваренного ячменя;

$V_0$  – объем 0,1 mol/dm<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 mol/dm<sup>3</sup> серной кислоты в «холостом» определении, см<sup>3</sup>;  $V_1$  – объем 0,1 mol/dm<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 mol/dm<sup>3</sup> серной кислоты в анализируемом растворе, см<sup>3</sup>;  $K_1$  – поправка к титру 0,1 mol/dm<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия; 0,0014 – количество азота, эквивалентное 1 см<sup>3</sup> 0,05 mol/dm<sup>3</sup> раствора серной кислоты, г;  $m$  – масса навески, г.

Согласно ГОСТ 10846 оцененные (среднее арифметические) значения  $x_i$  входных величин  $X_i$  определяют по результатам двукратного ( $n = 2$ ) наблюдения по формулам

$$x_i = \bar{x}_i = \frac{x_{i1} + x_{i2}}{2}. \quad (2)$$

Поскольку информация о величинах являются нестатистическими (двукратное наблюдение) стандартную неопределенность входных величин  $X_i$  оценивают по типу В.

Составляющими неопределенности измерения содержания белка  $X_4$  в зерне или продуктах его переработки методом отгонки аммиака в раствор серной кислоты при фактической влажности (1) являются:

- неопределенность определения коэффициента  $K$  пересчета содержания азота на белок  $u_B(K)$ ;
- неопределенность определения объема 0,1 mol/dm<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, пошедшего на

титрование 0,05 mol/dm<sup>3</sup> серной кислоты в «холостом» определении  $u_B(V_0)$ , см<sup>3</sup>;

- неопределенность определения 0,1 mol/dm<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 mol/dm<sup>3</sup> серной кислоты в анализируемом растворе  $u_B(V_1)$ , см<sup>3</sup>;

- неопределенность определения поправки к титру 0,1 mol/dm<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия  $u_B(K_1)$ ;

- неопределенность определения массы навески  $u_B(m)$ , г;

- неопределенность, обусловленная случайными эффектами  $u_B(X_4)$ .

Согласно Руководства [2], вычисления с ограниченной точностью  $\delta x$ , например округлением результата вычисления также может быть источником неопределенности. Следовательно, стандартная неопределенность коэффициента  $K$  пересчета содержания азота на белок определяют по формуле

$$u_B(K) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\delta K}{2}; \quad u_{B0}(K) = \frac{u_B(K)}{K}, \quad (3)$$

где  $\delta K$  – единица последнего разряда числового значения коэффициента  $K$ . Согласно ГОСТ 10846 для пшеницы, овса, ржи, риса и продуктов их переработки  $\delta K = 0,1$ , а для семян бобовых культур, продуктов их переработки и пивоваренного ячменя  $\delta K = 0,01$ .

Стандартная неопределенность определения объема 0,1 mol/dm<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 mol/dm<sup>3</sup> серной кислоты в «холостом» определении  $u_B(V_0)$ , см<sup>3</sup>

$$u_B(V_0) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\delta V_0}{2}; \quad u_{B0}(V_0) = \frac{u_B(V_0)}{V_0}, \quad (4)$$

где  $\delta V_0$  – единица последнего разряда числового значения объема 0,05 mol/dm<sup>3</sup> раствора серной кислоты, пошедшего на титрование в «холостом» определении, см<sup>3</sup>.

Стандартная неопределенность определения 0,1 mol/dm<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 mol/dm<sup>3</sup> серной кислоты в анализируемом растворе  $u_B(V_1)$ , см<sup>3</sup>

$$u_B(V_1) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\delta V_1}{2}; \quad u_{B0}(V_1) = \frac{u_B(V_1)}{V_1}, \quad (5)$$

где  $\delta V_1$  - единица последнего разряда числового значения объема раствора  $V_1$ ,  $\text{cm}^3$ .

Стандартная неопределенность определения поправки к титру  $0,1 \text{ mol/dm}^3$  раствора гидроокиси натрия  $u_B(K_1)$ :

$$u_B(K_1) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\delta K_1}{2}; \quad u_{B0}(K_1) = \frac{u_B(K_1)}{K_1}, \quad (6)$$

где  $\delta K_1$  - единица последнего разряда числового значения  $K_1$ .

Стандартная неопределенность определения масса  $m$  навески,  $g$

$$u_B(m) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\delta m}{2}; \quad u_{B0}(m) = \frac{u_B(m)}{m}, \quad (7)$$

где  $a = 0,001 \text{ g}$  - полуширина равновероятного (равномерного, прямоугольного) распределения оценки массы навески, равная погрешности взвешивания.

Входные величины  $X_i$  не коррелированы, следовательно, нет необходимости оценки степени их корреляции.

Оценка содержания белка  $X_4$  в зерне или продуктах его переработки определенное *методом отгонки аммиака в раствор серной кислоты* при фактической влажности рассчитывают по формуле (1) и (2).

Согласно ГОСТ 10846 разница между значениями содержания белка  $X_4$  в зерне или продуктах его переработки *методом отгонки аммиака в раствор серной кислоты* при фактической влажности в процентах, полученными в двух определениях ( $X_{41}$  и  $X_{42}$ ), не должна превышать  $0,051 + 0,014 \cdot \bar{X}$ , т.е.

$$|X_{41} - X_{42}| \leq (0,051 + 0,014 \cdot \bar{X}_4), \quad (8)$$

т.е. можно утверждать, что «вероятность того, что значение содержания белка  $X_4$  в зерне или продуктах его переработки определенное *методом отгонки аммиака в раствор серной кислоты* при фактической влажности в процентах находится в интервале от  $X_{41}$  до  $X_{42}$  для всех практических целей, равна единице и вероятность того, что оно находится за пределами этого интервала, равна нулю». Значить распределения вероятности оценки белка  $X_4$  в зерне или продуктах его переработки равновероятная (равномерная, прямоугольная). Ширина интервала, естественно не более чем  $0,051 + 0,014 \cdot \bar{X}_4$ , а полуширина интервала  $a = (0,051 + 0,014 \cdot \bar{X}_4) / 2$ . Следовательно, стандартная неопределенность оценки содержания белка  $X_4$  в зерне или продуктах его переработки определенное *методом отгонки аммиака в раствор серной кислоты* при фактической влажности, обусловленная случайными эффектами определяется по формуле

$$u_B(\bar{X}_4) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{(0,051 + 0,014 \cdot \bar{X}_4)}{2 \cdot \sqrt{3}}. \quad (9)$$

Суммарную стандартную неопределенность  $u_c(y)$  результата измерения  $y$  из стандартных неопределенностей оценок входных величин определяют по формуле:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N u_i^2(y)}, \quad \text{где } u_i(y) = \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot u(x_i). \quad (10)$$

Применяя (10) к (1) получим

$$u_c(\bar{X}_4) = \bar{X}_4 \times \sqrt{u_{B0}^2(K) + u_{B0}^2(V_0 - V_1) + u_{B0}^2(K_1) + u_{B0}^2(m) + u_{B0}^2(\bar{X}_4)} = \bar{X}_4 \times \sqrt{u_{B0}^2(K) + \frac{u_B^2(V_0) + u_B^2(V_1)}{(V_0 - V_1)^2} + u_{B0}^2(K_1) + u_{B0}^2(m) + u_{B0}^2(\bar{X}_4)}. \quad (11)$$

Подставляя значения стандартных неопределенностей входных (3) – (7) и выходной (9) величин в (11) получим значение суммарную стандартную неопределенности оценки содержания белка  $X_4$  в зерне или продуктах его переработки определенное *методом отгонки аммиака в раствор серной кислоты* при фактической влажности.

Расширенную неопределенность  $U$  получим, умножая суммарную стандартную неопределенность  $u_c(\bar{X}_4)$  на коэффициент охвата  $k$ , т.е.

$$U = k \cdot u_c(\bar{X}_4). \quad (12)$$

Значение коэффициента охвата  $k$  выбирается на основе уровня доверия, требуемого интервала от  $y - U$  до  $y + U$  и закона распределения вероятностей. Поскольку распределения вероятностей оценок всех входных величин равновероятное (равномерное, прямоугольное), то естественно вероятность оценки выходной величины, т.е. оценки содержания белка  $X_4$  в зерне или продуктах его переработки определенное *методом отгонки аммиака в раствор серной кислоты* при фактической влажности, также имеет равновероятное распределение. Следовательно  $k = \sqrt{3}$ .

Результат измерения  $\bar{X}_4$  вместе с его суммарной стандартной неопределенностью  $u(\bar{X}_4)$  или расширенной неопределенностью  $U$  выражают в виде интервала

$$Y = \bar{X}_4 \pm U, \quad \text{при } k = \sqrt{3} \quad (13)$$

или в виде

$$\bar{X}_4 - U \leq Y \leq \bar{X}_4 + U, \quad \text{при } k = \sqrt{3}. \quad (14)$$

## Список литературы

1. ГОСТ 10846-91 Зерно и продукты его переработки. Метод определения белка.
2. Руководство по выражению неопределенности измерения (Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. ISO, Geneva, 1993): Перевод с англ. под науч. ред. проф. Слаева В.А. – С.-Пб.: ГП ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 1999.

Поступила в редколлегию 7.05.2008

**Рецензент:** д-р техн. наук, проф. И.П. Захаров, Харьковский национальный университет радиоэлектроники, Харьков.

**ПРОЦЕДУРА ОЦІНКИ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ ВИМІРЮВАННЯ БІЛКА В ЗЕРНІ МЕТОДОМ ВІДГОНУ АМІАКУ  
В РОЗЧИН СІРЧАНОЇ КИСЛОТИ ПРИ ФАКТИЧНІЙ ВОЛОГОСТІ**

Латіпов В.Б.

*Розглянуто етапи оцінки невизначеності вимірювання білка в зерні методом відгону аміаку в розчин сірчаної кислоти при фактичній вологості. Приведені рівняння для оцінки характеристик невизначеності вимірювання.*

*Ключові слова: невизначеність, метод, процедура, білок, зерно, вологість.*

**PROCEDURE OF ESTIMATION OF VAGUENESS OF MEASURING OF ALBUMEN IN A CORN BY THE  
METHOD  
OF DISTILLATION OF AMMONIA IN SOLUTION OF SULPHURIC ACID AT ACTUAL HUMIDITY**

Latipov V.

*The stages of estimation of vagueness of measuring of albumen are considered in a corn by the method of distillation of ammonia in solution of sulphuric acid at actual humidity. Resulted equalization for the estimation of descriptions of measuring uncertainty.*

*Keywords: uncertainty, method, procedure, albumen, corn, humidity.*