

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/dm³ раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 mol/dm³ серной кислоты в «холостом» определении, см³; V_1 – объем 0,1 mol/dm³ раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 mol/dm³ серной кислоты в анализируемом растворе, см³; K_1 – поправка к титру 0,1 mol/dm³ раствора гидроокиси натрия; 0,0014 – количество азота, эквивалентное 1 см³ 0,05 mol/dm³ 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/dm³ раствора гидроокиси натрия, пошедшего на

титрование 0,05 mol/dm³ серной кислоты в «холостом» определении $u_B(V_0)$, см³;

- неопределенность определения 0,1 mol/dm³ раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 mol/dm³ серной кислоты в анализируемом растворе $u_B(V_1)$, см³;

- неопределенность определения поправки к титру 0,1 mol/dm³ 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 δx , 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 δK – 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/dm³ раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 mol/dm³ серной кислоты в «холостом» определении $u_B(V_0)$, см³

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

где δV_0 – единица последнего разряда числового значения объема 0,05 mol/dm³ раствора серной кислоты, пошедшего на титрование в «холостом» определении, см³.

Стандартная неопределенность определения 0,1 mol/dm³ раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование 0,05 mol/dm³ серной кислоты в анализируемом растворе $u_B(V_1)$, см³

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

где δV_1 - единица последнего разряда числового значения объема раствора V_1 , 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 δK_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 $0,051 + 0,014 \cdot \bar{X}_4$, 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.