
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
8.596—
2010

Государственная система обеспечения
единства измерений

ЯМР-АНАЛИЗАТОРЫ
МАСЛИЧНОСТИ И ВЛАЖНОСТИ
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Методика поверки

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИМК» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 11 июня 2010 г. № 37)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узгосстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2010 г. № 694-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8.596—2010 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2012 г.

5 В настоящем стандарте реализовано положение статьи 2 Федерального закона от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 2019 г.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2012, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Операции и средства поверки	2
5 Требования безопасности	2
6 Условия поверки и подготовка к ней	2
7 Проведение поверки	3
8 Обработка результатов измерений	3
9 Оформление результатов поверки	4
Приложение А (обязательное) Форма протокола поверки ЯМР-анализатора	5

Государственная система обеспечения единства измерений

ЯМР-АНАЛИЗАТОРЫ МАСЛИЧНОСТИ И ВЛАЖНОСТИ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements. NMR-analyzers for definition of oiliness and moisture content of agricultural materials. Verification procedure

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на ЯМР-анализаторы (далее — анализаторы), предназначенные для измерений показателей качества (масличности и влажности) сельскохозяйственных материалов [семян масличных культур, продуктов их переработки, комбикормов и других материалов, содержащих растительные масла], и устанавливает методику первичной и периодической поверок анализаторов.

Рекомендуемый межпроверочный интервал — один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.207—76* Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

ГОСТ 12.3.019—80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие правила безопасности

ГОСТ 112—78 Термометры метеорологические стеклянные. Технические условия

ГОСТ 23706—93 (МЭК 51-6—84) Приборы аналоговые показывающие электроизмерительные прямого действия и вспомогательные части к ним. Часть 6. Особые требования к омметрам (приборам для измерения полного сопротивления) и приборам для измерения активной проводимости

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замещающим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.736—2011.

3.1 ЯМР-анализатор: Средство измерений на основе метода ядерного магнитного резонанса (ЯМР) и одного из его направлений — методы ядерной магнитной релаксации (ЯМ-релаксация).

3.2 ЯМ-релаксация: Процесс, заключающийся в установлении равновесного состояния спиновой системы ядер в постоянном магнитном поле.

Причина — ЯМ-релаксация характеризуется переходами между различными энергетическими уровнями магнитных диполей ядер и излучением электромагнитной энергии в радиочастотном диапазоне. Метод ЯМ-релаксации для одновременных измерений масличности и влажности анализируемого материала основан на зависимости амплитуды сигналов ЯМР от содержания воды и масла и различии времен релаксации ядер водорода воды и масла.

3.3 **влажность:** Массовая доля влаги в анализируемом материале.

3.4 масличность: Массовая доля масла в пересчете на сухое вещество в анализируемом материале.

4 Операции и средства поверки

4.1 При проведении поверки выполняют следующие операции:

- внешний осмотр (см. 7.1);
 - определение сопротивления электрической изоляции (см. 7.2);
 - опробование (см. 7.3);
 - определение метрологических характеристик анализатора (см. 7.4);

При получении отрицательных результатов на любой из операций поверку прекращают.

4.2 При проведении поверки используют в качестве средств поверки:

- комплекты межгосударственных стандартных образцов масличности и влажности семян масличных культур МСО 1492:2008 — МСО 1497:2008 (ГСО 3107:84—ГСО 3112:84) в диапазоне аттестованных значений влажности от 4 % до 25 %, масличности от 0,5 % до 60 % с погрешностью аттестованных значений $\pm 0,2 \%$;

- аспирационный психрометр с диапазоном измерений от 27 % до 85 % по нормативным документам государств, проголосовавших за принятие настоящего стандарта* (далее — нормативные документы);
 - термометр с диапазоном измерений от 0 °C до 50 °C по ГОСТ 112;
 - мегаомметр до 500 В типа М1102/1 по ГОСТ 23706.

П р и м е ч а н и е — Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих заданную точность.

5 Требования безопасности

5.1 Требования безопасности при монтаже, установке и эксплуатации анализатора должны соответствовать требованиям, изложенным в нормативных документах**.

5.2 Общие требования безопасности должны соответствовать ГОСТ 12.3.019.

6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С 23 ± 2

температура окружающего воздуха, °С 22 ± 2;
 относительная влажность воздуха, % 65 ± 15;

напряжение питающей сети. В 220 ± 22 ;

частота переменного тока, Гц 50 ± 1

6.2 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- выдерживают анализатор в рабочем состоянии при температуре окружающего воздуха $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ не менее 2 ч до начала поверки;

* В Российской Федерации — ТУ 25-1607-054—85 «Психрометр аспирационный МВ-4М».

** В Российской Федерации — 19-25-1007-84—85 «Термометр аспирационный МВ-ЧМ».

** В Российской Федерации см. «Общие правила техники безопасности и производственной санитарии для предприятий и организаций машиностроения», «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей».

- выдерживают стандартные образцы (далее — СО) в термостате любого типа при температуре $(23,0 \pm 0,5)$ °С не менее 3 ч.

При установке анализатора в помещении, оснащенном системой, обеспечивающей поддержание температуры воздуха с указанной точностью, допускается термостатирование СО без применения термостата.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- соответствие комплектности анализатора требованиям технических документов на анализатор;
- наличие маркировки на составных частях анализатора;
- надежность крепления составных частей анализатора, надежность контактных соединений;
- отсутствие механических повреждений на поверхности корпуса анализатора и соединительных кабелей.

7.2 Определение сопротивления электрической изоляции

Подключают мегаомметр к соединенным между собой штырям вилки сетевого питания и корпусу анализатора. Проводят отсчет показаний по истечении 1 мин с момента приложения напряжения к испытуемой цепи. Сопротивление изоляции должно быть не менее 10 МОм или значения, указанного в эксплуатационной документации на поверяемый анализатор.

7.3 Опробование

Перед проведением поверки анализатор подготавливают в соответствии с требованиями эксплуатационных документов на анализатор и проверяют его работоспособность. Для нормально работающего анализатора после 2 ч прогрева значений корректирующего коэффициента, определяемое по встроенному в датчик анализатора «контрольному образцу», должно составить от 0,9 до 1,1.

7.4 Определение метрологических характеристик анализатора

7.4.1 Определение основной абсолютной погрешности анализатора

7.4.1.1 Из комплектов МСО 1492:2008—МСО 1497:2008 выбирают СО для каждой разновидности анализатора материала (в соответствии с назначением анализатор). Из выбранного комплекта отбирают три СО, аттестованные значения масличности и влажности которых соответствуют началу, середине и концу диапазона измерений, указанного в эксплуатационных документах на анализатор.

7.4.1.2 Измеряют масличность и влажность поочередно каждого выбранного СО на поверяемом анализаторе согласно его руководству по эксплуатации не менее 10 раз. Значения измеряемых величин вносят в таблицу, прилагаемую к протоколу поверки (форма протокола — по приложению А), и проводят обработку результатов измерений.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Рассчитывают среднеарифметические значения масличности \bar{M} и влажности \bar{W} для каждого СО по формуле

$$\bar{M} = \frac{\sum_{i=1}^n M_i}{n}, \quad \bar{W} = \frac{\sum_{i=1}^n W_i}{n}, \quad (1)$$

где M_i — i -й результат измерений масличности, %;

W_i — i -й результат измерений влажности, %;

n — число измерений.

8.2 Рассчитывают среднеквадратические отклонения (далее — СКО) результатов измерений масличности S_M и влажности S_W для каждого СО по формуле

$$S_M = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (M_i - \bar{M})^2}{n-1}}, \quad S_W = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (W_i - \bar{W})^2}{n-1}}. \quad (2)$$

8.3 Систематическую составляющую погрешности анализатора при измерениях масличности Θ_M , %, для каждого СО рассчитывают по формуле

$$\Theta_M = \bar{M} - M_{CO}, \quad (3)$$

где M_{CO} — аттестованное значение масличности, указанное в свидетельстве на СО, %.

Систематическую составляющую погрешности анализатора при измерениях влажности Θ_W , %, для каждого СО рассчитывают по формуле

$$\Theta_W = \bar{W} - W_{CO}, \quad (4)$$

где W_{CO} — аттестованное значение влажности, указанное в паспорте на СО, %.

В протокол поверки вносят максимальные из полученных значений Θ_M и Θ_W .

8.4 Значение основной абсолютной погрешности анализатора при измерениях масличности Δ_M , %, рассчитывают по формуле

$$\Delta_M = K(|\Theta_M| + 2S_M), \quad (5)$$

где K — коэффициент, учитывающий соотношение систематической и случайной составляющих погрешности и равный 0,8 (коэффициент K определен для соотношения $0,8 \leq \Theta/S < 8$) по ГОСТ 8.207.

Значение основной абсолютной погрешности анализатора при измерениях влажности Δ_W , %, рассчитывают по формуле

$$\Delta_W = K(|\Theta_W| + 2S_W). \quad (6)$$

8.5 Результаты поверки считают положительными, если во всех поверяемых точках значения основной абсолютной погрешности анализатора при измерениях масличности и влажности не превышают пределов допускаемой основной абсолютной погрешности, указанных в эксплуатационных документах на анализатор.

В случае нормирования в эксплуатационных документах на анализатор конкретного типа пределов допускаемых значений систематической и СКО случайной составляющей погрешности анализатор считают пригодным к эксплуатации, если во всех поверяемых точках значения систематической и случайной составляющих основной абсолютной погрешности анализатора не превышают пределов допускаемых значений, указанных в эксплуатационных документах.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки анализатора оформляют протоколом по форме, приведенной в приложении А.

9.2 На анализатор, прошедший поверку с положительным результатом, выдают свидетельство о поверке установленной формы по нормативным документам*.

9.3 На анализатор, не прошедший поверку, свидетельство о предыдущей поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин, а также делают соответствующую запись в паспорте на анализатор.

* В Российской Федерации — по ПР 50.2.006—94 «Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений».

Приложение А
(обязательное)

Форма протокола поверки ЯМР-анализатора

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

- 1 Тип анализатора _____
- 2 Предприятие-изготовитель _____
- 3 Заводской номер и дата изготовления (выпуска) _____
- 4 Условия поверки:

температура окружающего воздуха, °С, _____ ;

относительная влажность воздуха, %, _____ ;

напряжение питающей сети, В, _____ ;
- 5 Комплектность и внешний осмотр анализатора _____
- 6 Сопротивление электрической изоляции, МОм, _____
- 7 Определение метрологических характеристик

Метрологическая характеристика	Значение характеристики	
	номинальное	действительное
Систематическая составляющая абсолютной погрешности анализатора при измерениях: масличности; влажности		
Среднее квадратическое отклонение результатов измерений: масличности; влажности		
Основная абсолютная погрешность анализатора при измерениях: масличности; влажности		

Поверитель _____
 личная подпись _____ фамилия, инициалы _____

Выдано свидетельство № _____ от « _____ » 201 ____ г.

Выдано извещение о непригодности № _____ от « _____ » 201 ____ г.

Номер из- мерения или определенная характеристика	MCO №					
	CO № индекс CO		CO № индекс CO		CO № индекс CO	
	$M_{CO} =$	$W_{CO} =$	$M_{CO} =$	$W_{CO} =$	$M_{CO} =$	$W_{CO} =$
	M_i	W_i	M_i	W_i	M_i	W_i
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
\bar{M}, \bar{W}						
S_M, S_W						
Θ_M, Θ_W						
Δ_M, Δ_W						

УДК 543.812.089.6:006.354

МКС 17.020

Ключевые слова: масличность, влажность, семена масличных культур, средства измерений, ЯМР-анализатор, методика поверки

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 21.02.2019. Подписано в печать 05.03.2019. Формат 60×84^{1/8}. Гарнитура Ариал.

Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального
информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru