ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ СОСТАВА ЗЕРНА И КОРМОВ ИНФРАКРАСНЫЕ

Методика поверки

Издание официальное

БЗ 2—2002/16

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Уральским научно-исследовательским институтом (УНИИМ), Всероссийским центральным научно-исследовательским институтом агрохимической службы (ЦИНАО)

ВНЕСЕН Управлением метрологии Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 24 мая 2002 г. № 204-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Операции поверки. 1
4 Средства поверки 2
5 Требования безопасности 2
6 Условия поверки и подготовка к ней. 3
7 Проведение поверки 3
8 Оформление результатов поверки 5
Приложение А Методика подготовки, приготовления и аттестации проб зерна и кормов для поверки ИК-анализаторов (контроля погрешности МВИ) 6
Приложение Б Форма свидетельства о метрологической аттестации пробы зерна (кормов) . . . 8
Приложение В Форма протокола поверки ИК-анализатора 10
Приложение Г Библиография 11

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ СОСТАВА ЗЕРНА И КОРМОВ ИНФРАКРАСНЫЕ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements. Infrared analysers of grain and forage. Verification procedure

Дата введения 2003—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на инфракрасные анализаторы (далее — ИК-анализаторы), работающие в ближней инфракрасной области в спектральном диапазоне от 1300 до 2400 нм на принципе диффузного отражения, предназначенные для измерений содержания веществ, характеризующих качество зерна и кормов (далее — показатели качества), и устанавливает методику их первичной и периодической поверок с учетом положений ИСО 7700-1 [1] и МР 59 МОЗМ [2].

Рекомендуемый межповерочный интервал — 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 — Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящего стандарта	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Определение электрического сопротивления изоляции	7.2	Да	Да
Опробование	7.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик ИК-анализатора	7.4		

Издание официальное

Окончание таблицы 1

Наименование операции	Номер пункта настоящего стандарта	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Определение основной абсолютной погрешности установки длин волн	7.4.1	Да	Да
Определение среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности результатов измерения спектральных коэффициентов диффузного отражения	7.4.2	Да	Да
Определение среднеквадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности результатов измерений показателей качества зерна и кормов	7.4.3	Нет	Да[1)]
Определение погрешности результатов измерений показателей качества зерна и кормов	7.4.4	Нет	Да[1)]
[1)] Проводят при наличии стандарта. В случае отсутствия стандарта проводят в соответствии с методикой выполнения измерений, аттестованной по ГОСТ Р 8.563.			

3.2 Если при проведении той или иной операции получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 — Средства поверки

Номер раздела, пункта настоящего стандарта	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
Раздел 6	Психрометр аспирационный с диапазоном измерений от 27 % до 85 % по [3]. Термометр с диапазоном измерений от 0 °С до 50 °С по ГОСТ 112
7.2	Мегомметр до 500 В типа М1102/1 по ГОСТ 23706
7.4	Тонкоструктурный абсорбционный светофильтр отражения типа ОДВ1 с погрешностью аттестации максимумов полос в спектральном диапазоне от 1300 до 2500 нм ±0,5 нм. Комплект мер диффузного отражения ОДО-2, имеющих спектральный диапазон от 250 до 2500 нм, диапазон значений спектральных коэффициентов диффузного отражения (СКДО) от 10,0 % до 99,0 %, абсолютную погрешность 1,0 %. Комплект проб зерна и кормов для контроля погрешности результатов измерений, аттестованных по показателям качества (приложение А)
Примечание — Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих точность не хуже указанной.	

5 Требования безопасности

При поверке ИК-анализаторов общие требования безопасности должны соответствовать ГОСТ 12.3.019.

6 Условия поверки и подготовка к ней

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С.....20±5;
относительная влажность воздуха, % .....65±15;
напряжение питания, В.....220±22;
частота питающей сети, Гц .....50±1.

Помещение, где устанавливают ИК-анализатор, не должно подвергаться механическим воздействиям (тряска, вибрация и пр.).

Система электрического питания прибора должна быть защищена от пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи ИК-анализатора.

Перед проведением поверки ИК-анализатор выдерживают в лабораторных условиях не менее 8 ч.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

соответствие комплектности требованиям эксплуатационной документации на ИК-анализатор;

отсутствие на ИК-анализаторе механических повреждений и дефектов, влияющих на его работу;

наличие маркировки и необходимой надписи на наружных панелях ИК-анализатора, четкость надписи и обозначений.

7.2 Определение электрического сопротивления изоляции

Подключают мегомметр к соединенным между собой штырям вилки сетевого питания и корпусу ИК-анализатора. Проводят отсчет показаний по истечении 1 мин с момента приложения напряжения к испытуемой цепи. Сопротивление изоляции должно быть не менее 20 МОм.

7.3 Опробование

Перед проведением поверки ИК-анализатор подготавливают к работе в соответствии с требованиями эксплуатационных документов на анализатор конкретного типа и проверяют его работоспособность. Для нормально работающего анализатора после 2 ч прогрева значения спектральных характеристик, определяемых по «контрольному образцу», входящему в комплект поставки анализатора, не должны превышать требуемых значений.

7.4 Определение метрологических характеристик ИК-анализатора

7.4.1 Определение основной абсолютной погрешности установки длин волн

В кюветное отделение ИК-анализатора помещают тонкоструктурный абсорбционный светофильтр отражения типа ОДВ1 и проводят регистрацию спектра диффузного отражения.

Определяют положение максимумов полос в спектральном диапазоне от 1300 до 2400 нм и сравнивают с длинами волн, указанными в паспорте на светофильтр. Измерения проводят не менее 4 раз в течение дня. Абсолютную погрешность установки длин волн $\Delta_{\lambda ij}$ определяют по формуле

$$\Delta_{\lambda ij} = \lambda_{ij} - \lambda_{ami}, \qquad (1)$$

где λ_{ij} — i-й результат регистрации положения j-го максимума спектра отражения, нм;

λ_{ami} — аттестованное значение длины волны j-го максимума спектра отражения, нм.

Полученные значения $\Delta_{\lambda ij}$ должны быть в пределах, указанных в нормативных документах на ИК-анализатор.

7.4.2 Определение среднеквадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерения спектральных коэффициентов диффузного отражения

В кюветное отделение ИК-анализатора помещают i-ю меру из комплекта мер ОДО-2 и проводят измерения коэффициентов диффузного отражения ρ_i в трех точках спектрального диапазона измерений ИК-анализатора: в начале, середине и конце диапазона.

Измерение проводят не менее пяти раз и определяют среднеарифметическое результатов измерений коэффициентов диффузного отражения $\overline{\rho}_i$ по формуле

$$\bar{\rho}_i = \frac{\sum_{j=1}^{n} \rho_{ij}}{n}, \qquad (2)$$

где ρ_{ij} — результат j-го измерения для i-й меры;

n — число измерений.

Среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности измерения спектральных коэффициентов диффузного отражения $S_{\rho i}$ определяют по формуле

$$S_{\rho i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n} (\rho_{ij} - \bar{\rho}_i)^2}{n-1}}. \qquad (3)$$

Среднеквадратическое отклонение не должно превышать значений, указанных в эксплуатационной документации на ИК-анализатор.

7.4.3 Определение среднеквадратического отклонения результатов измерений показателей качества зерна и кормов

Среднеквадратическое отклонение результатов измерений показателей качества зерна и кормов определяют по результатам 5 измерений для проб зерна или кормов, приготовленных и аттестованных в соответствии с приложением А.

Среднеквадратическое отклонение результатов измерений каждого показателя для каждой пробы S_{Ri} определяют по формуле

$$S_{R_i} = \sqrt{\frac{\sum_{1}^{n} (R_{ij} - \bar{R}_i)^2}{n-1}}, \qquad (4)$$

где R_{ij} — j-й результат измерения i-го показателя качества, %;

$\bar{R}_i$ — среднеарифметическое значение показателя качества, %; $\bar{R}_i = \frac{\Sigma R_{ij}}{n}$;

n — число измерений.

Среднеквадратическое отклонение результатов измерений для каждого показателя качества не должно превышать значений, указанных в методике выполнения измерений (МВИ), прилагаемой к ИК-анализатору. В случае нормирования случайной погрешности в виде допускаемого расхождения между результатами параллельных измерений норматив допускаемого среднеквадратического отклонения случайной погрешности результатов измерений K_σ рассчитывают по формуле

$$K_\sigma = d/Q(P,n), \qquad (5)$$

где d — допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений, указанное в стандарте или аттестованной МВИ;

$Q(P, n) = 2{,}77$, при $P = 0{,}95$ $n = 2$;

$Q(P, n) = 3{,}31$, при $P = 0{,}95$ $n = 3$.

ИК-анализатор считают пригодным к эксплуатации, если выполняется условие: $S \le K_\sigma$.

7.4.4 Определение погрешности результатов измерений показателей качества зерна и кормов

Погрешность результатов измерений показателей качества зерна (кормов) определяют с применением образцов зерна (кормов), отобранных, приготовленных и аттестованных в соответствии с приложением Б.

Для каждого показателя качества, указанного в МВИ, выбирают образцы, аттестованные значения показателей качества которых не выходят за пределы диапазона измерений, и проводят измерения в соответствии с инструкцией по эксплуатации ИК-анализатора. Измерения повторяют не менее 5 раз и вычисляют среднеарифметическое значение показателя качества.

Результат измерения каждого показателя качества должен удовлетворять условию:

$$(\bar{R}_i - R_{ami}) \le K, \qquad (6)$$

где $\overline{R}_i$ — среднее значение i-го показателя качества, измеренное на поверяемом анализаторе, %;

R_{ami} — аттестованное значение показателя качества зерна или кормов, указанное в свидетельстве (приложение В), %;

K — норматив оперативного контроля погрешности, указанный в МВИ.

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки ИК-анализатора должны быть оформлены протоколом по форме, приведенной в приложении В.

8.2 На ИК-анализаторы, прошедшие поверку с положительным результатом, выдают свидетельство о поверке установленной формы по [4].

8.3 На ИК-анализатор, не прошедший поверку, выдают извещение о непригодности к применению или делают соответствующую запись в эксплуатационной документации.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Методика подготовки, приготовления и аттестации проб зерна и кормов для поверки ИК-анализаторов (контроля погрешности МВИ)

Настоящая методика устанавливает процедуру подготовки, приготовления и аттестации проб зерна и кормов для поверки ИК-анализаторов.

А.1 Подготовка проб

А.1.1 Отбор проб зерна (кормов) проводят в соответствии с действующими стандартами на соответствующий материал. Масса проб должна быть достаточной для проведения измерений на ИК-анализаторе и для измерений показателей качества стандартизованными методами.

А.1.2 Пробы должны представлять все разнообразие видов, сортов и районов произрастания зерна и кормов, подлежащих последующему анализу на ИК-анализаторе. Пробы должны охватывать рабочий диапазон измерений всех показателей качества при максимально равномерном распределении по диапазону измеряемых показателей.

А.1.3 Отобранные пробы помещают в герметичную тару, защищенную от внешнего загрязнения, и сопровождают паспортом, включающим наименование хозяйства, района, дату взятия проб, наименование материала проб, исходную массу проб.

А.1.4 В процессе подготовки при необходимости исходный материал проб размалывают на мельнице, входящей в комплект поставки ИК-анализатора, или размалывающем устройстве другого типа, обеспечивающем соответствующую крупность помола. Грубые корма (например, сено) подвергают предварительному измельчению на размалывающем устройстве типа ИПР-2 или другого типа.

А.1.5 Проводят усреднение исходного материала проб путем тщательного его перемешивания для достижения однородности.

А.1.6 Подготовленный материал проб помещают в тару с плотно закрывающейся крышкой и нумеруют.

А.1.7 При необходимости проведения поверки ИК-анализаторов по влажности допускается приготовление искусственно увлажненных проб.

А.1.7.1 При подготовке искусственно увлажненных проб увлажнение проводят добавлением дистиллированной воды таким образом, чтобы достичь требуемого уровня влажности.

Необходимое количество воды для увлажнения M, г, определяют по формуле

$$M = \frac{M_{\text{нач}} \cdot (W_{\text{треб}} - W_{\text{нач}})}{100 - W_{\text{треб}}}, \qquad \text{(А.1)}$$

где $M_{\text{нач}}$ — начальная масса образца, г;

$W_{\text{треб}}$ — требуемая влажность, %;

$W_{\text{нач}}$ — начальная влажность, %.

А.1.7.2 Увлажнение проб проводят в герметичной таре, при этом сухой материал должен занимать не более половины ее объема, чтобы учесть увеличение объема материала при увлажнении.

А.1.7.3 Герметично закрытые сосуды (пакеты) с пробами выдерживают в холодильнике в течение 96 ч, периодически перемешивая.

А.1.8 Если материал проб хранят в холодильнике, перед проведением аттестации его необходимо выдержать в лаборатории, где будут проводить измерения, не менее двух часов.

А.2 Проведение метрологической аттестации

А.2.1 Метрологическими характеристиками проб зерна (кормов) являются аттестованные значения показателей качества и характеристики погрешностей аттестованных значений.

А.2.2 Метрологические характеристики устанавливают для тех показателей качества зерна и кормов, для измерения которых предназначен ИК-анализатор.

А.2.3 Установление аттестованных значений показателей качества проб и их погрешностей осуществляют методом межлабораторного эксперимента. Для расчета метрологических характеристик проб проводят измерения показателей качества по соответствующим нормативным документам в аккредитованных лабораториях. Число независимых результатов измерений, полученных в процессе эксперимента, должно быть не менее 8.

При расчете погрешности аттестованного значения контролируемого показателя учитывают характеристику однородности материала образца (пробы).

А.2.4 Срок годности проб зерна и кормов устанавливают 6 месяцев для воздушно-сухих проб и указывают в свидетельстве на пробы.

А.3 Оформление результатов поверки

А.3.1 Результаты измерений показателей качества проб зерна и кормов для контроля погрешности измерений при поверке конкретного типа ИК-анализатора должны быть занесены в протокол организацией, проводившей измерения. Протокол содержит краткое описание процедуры приготовления проб и экспериментальные данные по установлению значений их метрологических характеристик.

А.3.2 После проведения органом Госстандарта или аккредитованной метрологической службой экспертизы полученных результатов УНИИМ или органы государственной метрологической службы (ГМС) выдают свидетельство, в котором указаны наименование и ботанические характеристики продукта, назначение пробы, наименование эталонов (образцовых средств измерений) или МВИ, используемых для аттестации, метрологические характеристики и срок действия аттестованных проб зерна и кормов.

Свидетельство о метрологической аттестации проб зерна и кормов представляют в виде формы, приведенной в приложение Б.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Форма свидетельства о метрологической аттестации пробы зерна (кормов)

СВИДЕТЕЛЬСТВО №
о метрологической аттестации пробы зерна (кормов)

Наименование продукта и его ботанические характеристики

_____

Дата аттестации «_____»_____200 г.

Назначение пробы _____

_____

Наименование эталона или МВИ, применяемых при аттестации, нормативные документы:

_____

_____

Результаты аттестации приведены в приложении к свидетельству.

По результатам метрологической аттестации (протокол №_____ от «_____»_____ г.) аттестованная проба №_____ допускается к применению для поверки ИК-анализатора (наименование)_____ со сроком действия _____ дней

Подпись руководителя организации (подразделения), проводившего аттестацию

Подпись руководителя организации (подразделения), проводившего экспертизу

Приложение к свидетельству
о метрологической аттестации проб зерна и кормов

Результаты метрологической аттестации

Номер пробы	Показатели качества R_i					
	Влажность		Белок		Жир	
	Аттестованное значение	Погрешность аттестации	Аттестованное значение	Погрешность аттестации	Аттестованное значение	Погрешность аттестации
1						
2						
3						
•						
•						
•						

Руководитель организации (подразделения),
проводившей аттестацию (подпись)

Руководитель организации (подразделения),
проводившей экспертизу (подпись)

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

Форма протокола поверки ИК-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 _____

частота питающей сети, Гц _____

5 Комплектность и внешний осмотр анализатора _____

6 Сопротивление электрической изоляции, МОм _____

7 Определение метрологических характеристик:

Метрологическая характеристика	Значение характеристики	
	по нормативному документу	действительное
Абсолютная погрешность установления длин волн		
Среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности результатов измерения спектральных коэффициентов диффузного отражения		
Среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности результатов измерений показателей качества зерна и кормов		
Погрешность результатов измерений показателей качества зерна и кормов		

Поверитель _____ _____
подпись ФИО

Выдано свидетельство №_____ от «_____»_____ г.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(справочное)

Библиография

[1] ИСО 7700-1—84 Проверка калибровки влагомеров. Часть 1. Влагомеры для зерновых культур
[2] МР 59—84 МОЗМ Влагомеры для зерновых и масличных культур
[3] ТУ 25-1607-054—85 Психрометр аспирационный МВ-4М
[4] ПР 50.2.006—94 Правила по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения

УДК 543.812.089.68:006:354 ОКС 17.020 Т88.5 ОКСТУ 0008

Ключевые слова: ИК-анализатор, методика поверки, показатели качества, зерно, корма

Редактор *Т.С. Шеко*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 05.06.2002. Подписано в печать 19.06.2002. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,35.
Тираж 190 экз. С 6222. Зак. 593.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru