

**Государственная система обеспечения
единства измерений**

**ЯМР-АНАЛИЗАТОРЫ МАСЛИЧНОСТИ
И ВЛАЖНОСТИ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ
МАТЕРИАЛОВ**

Методика поверки

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ) Госстандарта России, Всероссийским научно-исследовательским институтом масличных культур им. В.С. Пустовойта (ВНИИМК)

ВНЕСЕН Управлением метрологии Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 13 июня 2001 г. № 229-ст

3 ВЗАМЕН РД 50-342—82

© ИПК Издательство стандартов, 2001

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)**Библиография**

- [1] ИСО 7700-2—84 Проверка калибровки влагомеров. Часть 2. Влагомеры для семян масличных культур
- [2] МР 59—84 МОЗМ Влагомеры для зерновых и масличных культур
- [3] ТУ 25-1607-054—85 Психрометр аспирационный МВ-4М
- [4] Общие правила техники безопасности и производственной санитарии для предприятий и организаций машиностроения
- [5] Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей
- [6] Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей
- [7] МИ 1552—86 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые однократные. Оценивание погрешности результатов измерений
- [8] ПР 50.2.006—94 Государственная система обеспечения единства измерений. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения

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

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Вареницова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 03.07.2001. Подписано в печать 02.08.2001. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 250 экз. С 1709. Зак. 749.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Определения	1
4 Операции и средства поверки	2
5 Требования безопасности	2
6 Условия поверки и подготовка к ней.	2
7 Проведение поверки	2
8 Обработка результатов измерений	3
9 Оформление результатов поверки	4
Приложение А Форма протокола поверки ЯМР-анализатора	5
Приложение Б Библиография	7

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 determination of oiliness and moisture of agricultural materials. Verification procedures

Дата введения 2002—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.

По общим техническим требованиям и методам испытаний анализаторы соответствуют ГОСТ 29027, [1], [2].

Рекомендуемый межповерочный интервал — не более одного года.

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 29027—91 Влагомеры твердых и сыпучих веществ. Общие технические требования и методы испытаний

3 Определения

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

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

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

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

3.1.4 **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 (7.1);
- определение сопротивления электрической изоляции (7.2);
- опробование (7.3);
- определение метрологических характеристик анализатора (7.4).

При получении отрицательных результатов на любой из операций поверку прекращают.

4.2 При проведении поверки используют в качестве средств поверки:

- аспирационный психрометр с диапазоном измерений от 27 % до 85 % по [3];
- термометр с диапазоном измерений от 0 до 50 °С по ГОСТ 112;
- мегомметр до 500 В типа М1102/1 по ГОСТ 23706;
- комплекты государственных стандартных образцов масличности и влажности семян масличных культур ГСО 3107 — ГСО 3112 в диапазоне значений влажности от 4 % до 25 %, масличности от 0,5 % до 60 %; погрешность аттестации $\pm 0,2$ %.

Примечание — 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 [4] — [6].

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
относительная влажность воздуха, %	65 ± 15
напряжение питающей сети, В	220 ± 22

6.2 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- выдерживают анализатор в рабочем состоянии при температуре окружающего воздуха (23 ± 2) °С не менее 2 ч до начала поверки;
- выдерживают стандартные образцы (далее — СО) в термостате при температуре ($23,0 \pm 0,5$) °С не менее 3 ч.

При установке анализатора в помещении, оснащенной 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 мегомметр 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.

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 значение 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 ГСО 3107 — ГСО 3112 выбирают СО для каждой разновидности анализируемого материала (в соответствии с назначением анализатора). Из выбранного комплекта ГСО 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), обрабатывают результаты измерений.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Рассчитывают средние арифметические значения масличности \bar{M} и влажности \bar{W} для каждого СО по формулам:

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

$$\bar{W} = \frac{\sum_{i=1}^n W_i}{n}, \quad (2)$$

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

W_i — i -й результат измерений влажности, %;

n — число измерений.

8.2 Рассчитывают средние квадратические отклонения (далее — СКО) результатов измерений масличности S_M и влажности S_W для каждого СО по формулам:

$$S_M = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (M_i - \bar{M})^2}{n-1}}; \quad (3)$$

$$S_W = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (W_i - \bar{W})^2}{n-1}}. \quad (4)$$

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

$$\theta_M = \bar{M} - M_{\text{СО}}, \quad (5)$$

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

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

$$\theta_W = \bar{W} - W_{\text{СО}}, \quad (6)$$

где $W_{\text{СО}}$ — аттестованное значение влажности, указанное в свидетельстве 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

$$\Delta_M = K (|\theta_M| + 2S_M), \quad (7)$$

где K — коэффициент, учитывающий соотношение систематической и случайной составляющих погрешности и равный 0,8 (коэффициент K определен по [7] для соотношения $0,8 \leq \theta/S < 8$).

Значение основной абсолютной погрешности анализатора при измерениях влажности $\Delta_{W'}$, %, рассчитывают по формуле

$$\Delta_{W'} = K (|\theta_{W'}| + 2S_{W'}). \quad (8)$$

8.5 Результаты поверки считают положительными, если во всех проверяемых 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 проверяемых 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 [8].

9.3 На анализатор, не прошедший поверку, свидетельство о предыдущей поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин по [8], а также делают соответствующую запись в паспорте на анализатор.

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 погрешности анализатора при измерениях: - масляности; - влажности		
Среднее квадратическое отклонение результатов измерений: - масляности; - влажности		
Основная абсолютная погрешность анализатора при измерениях: - масляности; - влажности		

Поверитель _____
подпись имя, отчество, фамилия

Выдано свидетельство № от « ____ » _____ 200 ____ г.

Выдано извещение о непригодности № _____ от « ____ » _____ 200 ____ г.

Номер измерения или определяемая характеристика	ГСО № индекс СО		ГСО № индекс СО		ГСО № индекс СО	
	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						
$\overline{M}, \overline{W}$						
S_M, S_W						
θ_M, θ_W						
Δ_M, Δ_W						