

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С. В. Медведевских

2015 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы инфракрасные Granolyser

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 81-241-2015

н.р. 63340-16

г. Екатеринбург

2015

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Федеральным государственным унитарным предприятием
«Уральский научно-исследовательским институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 УТВЕРЖДЕНА И ВВЕДЕНА В ДЕЙСТВИЕ ФГУП «УНИИМ»

3 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ФГУП «УНИИМ» под № 81-241-2015

Содержание

1 Область применения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Операции поверки	4
4 Средства поверки	5
5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей	5
6 Условия поверки и подготовка к ней	6
7 Проведение поверки	6
8 Оформление результатов поверки	8
Приложение А Форма протокола поверки	9

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы инфракрасные Granoluser МЕТОДИКА ПОВЕРКИ	МП 81-241-2015
---	----------------

Дата введения: _____

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на анализаторы инфракрасные Granoluser, предназначенные для измерений массовой доли влаги, белка (протеина), сырого жира, сырой клейковины в зерновых, зернобобовых и масличных культурах, и устанавливает методику первичной и периодической поверок.

Рекомендуемый интервал между поверками - один год.

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 8.630–2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания влаги в твердых веществах и материалах.

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

ГОСТ 23706–93 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 8.597-2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Семена масличных культур и продукты их переработки. Методика измерений масличности и влажности методом импульсного ядерного магнитного резонанса.

ГОСТ Р 8.736–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения.

ГОСТ Р 54478-2011 Зерно. Методы определения количества и качества клейковины в пшенице.

3 Операции поверки

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

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта МП	Обязательность проведения операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Проверка электрического сопротивления изоляции	7.2	Да	Нет
Опробование	7.3	Да	Да
Определение диапазонов и абсолютных погрешностей измерений	7.4	Да	Да

4 Средства поверки

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

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта МП	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
7.2	Мегаомметр с рабочим напряжением до 500 В типа М4100/3 или Ф4102/1 по ГОСТ 23706
7.3	Термогигрометр с диапазоном измерений относительной влажности от 10 % до 100 % и основной абсолютной погрешностью не более 3,0 %; с диапазоном измерений температуры от 0 °С до 50 °С и абсолютной погрешностью не более $\pm 0,7$ °С
7.4	Установки измерительные эталонные 1 разряда массовой доли влаги в твердых веществах и материалах по ГОСТ 8.630-2013 с относительной погрешностью $\delta_0 = (3,0 - 0,8) \%$ в диапазоне измерений массовой доли влаги от 0,5 % до 80 %; СО массовой доли влаги зерна 1-го разряда (ГСО 8989 – 2008) с абсолютной погрешностью аттестованного значения СО при $P=0,95$: $\pm 0,1 \%$ в диапазоне измерений от 7,0 % до 18,0 %; СО массовой доли влаги зерна 2-го разряда (ГСО 8990 – 2008) с абсолютной погрешностью аттестованного значения СО при $P=0,95$: $\pm 0,2 \%$ в диапазоне измерений от 7,0 % до 18,0 %; $\pm 0,3 \%$ в диапазоне измерений от 18,0 % до 25,0 %; СО состава зерна и продуктов его переработки (ГСО 9734-2010) с абсолютной погрешностью аттестованного значения СО при $P=0,95$: массовой доли влаги в диапазоне от 7 % до 18 % $\pm 0,2 \%$, от 18 % до 25 % $\pm 0,3 \%$; массовой доли белка в диапазоне от 5 % до 16 % $\pm 0,25 \%$, от 16 % до 31 % $\pm 0,3 \%$, от 31 % до 50 % $\pm 0,35 \%$; массовой доли азота в диапазоне от 1,0 % до 2,5 % $\pm 0,04 \%$, от 2,5 % до 5,0 % $\pm 0,05 \%$, от 5,0 % до 8,0 % $\pm 0,06 \%$; Образцы веществ со значениями массовой доли сырого жира и сырой клейковины, определенными в соответствии с ГОСТ 8.597-2010, ГОСТ Р 54478-2011.

4.2 Допускается применять другие средства поверки, не приведенные в таблице 2, обеспечивающие требуемую точность.

4.3 Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, эталоны – действующие свидетельства об аттестации государственных эталонов единиц величин, а стандартные образцы утвержденного типа (СО) – действующие паспорта.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в эксплуатационной документации на средства поверки, в паспорте на СО и эксплуатационной документации на поверяемый анализатор.

Поверку должны осуществлять специалисты организаций, аккредитованных на право поверки, изучившие эксплуатационную документацию на поверяемый анализатор и инструкцию по технике безопасности.

Для проведения проверки электрического сопротивления изоляции допускаются лица, изучившие «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей».

6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С 23 ± 5 ;

относительная влажность воздуха, %, не более 80.

Помещение, где устанавливают 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 анализатора.

6.2 Анализатор перед поверкой должен находиться в условиях, указанных в 6.1, в течение времени, установленного в эксплуатационной документации на анализатор.

6.3 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, установленные в эксплуатационной документации на анализатор.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре анализатора устанавливают:

- соответствие комплектности требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие видимых внешних повреждений, отрицательно влияющих на работоспособность;
- исправность кнопок управления;
- исправность индикаторных устройств;
- исправность механизмов поворотного стола.

При выявлении дефектов, препятствующих нормальному использованию, анализатор бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

7.2 Проверка электрического сопротивления изоляции

Проверку электрического сопротивления изоляции (для анализаторов с питанием от сети переменного тока) проводят с применением мегаомметра типа М4100/3 или Ф4102/1-1М, подключенного между контактом заземления и накоротко замкнутыми контактами сетевой вилки. При отсутствии контакта заземления испытательное напряжение подают между замкнутыми контактами сетевой вилки и доступными для касания металлическими частями корпуса анализатора. Выключатель питания должен находиться в положении «Включено».

Анализатор считается выдержавшим испытание, если сопротивление его изоляции составляет не менее 20 МОм.

7.3 Опробование

7.3.1 При опробовании проводят проверку работоспособности анализатора и операции, предусмотренные в эксплуатационной документации на анализатор.

7.3.2 Проверку идентификационных данных программного обеспечения (номер версии программного обеспечения) проводят на соответствие требованиям описания типа средства измерений.

7.4 Определение диапазонов измерений и абсолютных погрешностей измерений

7.4.1 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги проводят с применением стандартных образцов (ГСО 8989 – 2008, ГСО 8990 – 2008) или установок измерительных эталонных 1 разряда массовой доли влаги в твердых веществах и материалах типа ЭУВТ-1, УВТО-М, УВТО-1М (далее установок эталонных).

Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой доли белка (протеина) проводят с применением стандартных образцов СО состава зерна и продуктов его переработки (ГСО 9734-2010);

Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой доли сырого жира и сырой клейковины проводят с применением образцов зерновых, зернобобовых и масличных культур, определенными в соответствии с ГОСТ 8.597-2010, ГОСТ Р 54478-2011.

Допускается проводить поверку на ограниченном перечне материалов и диапазонов измерений при наличии заявки от организации-владельца СИ, в которой указан данный перечень.

7.4.2 *Определение диапазонов и абсолютных погрешностей измерений с применением СО*

Для определения диапазонов и абсолютных погрешностей измерений используют ГСО 8990 – 2008, ГСО 8989-2008, ГСО 9734-2010. При этом используют стандартные образцы со значениями массовой доли каждого компонента, соответствующими диапазону измерений поверяемого анализатора.

Проводят не менее 5 измерений выбранного СО на поверяемом анализаторе. Результаты измерений вносят в таблицу, прилагаемую к протоколу поверки (форма протокола – по приложению А) и проводят обработку результатов измерений.

7.4.3 *Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений с применением установок эталонных*

Определение диапазонов и абсолютной погрешности измерений с применением установок эталонных проводят следующим образом:

- в соответствии с назначением анализатора подготавливают образцы зерновых, зернобобовых, масличных культур согласно методикам отбора и подготовки проб, приведенным в эксплуатационной документации на установку эталонную. Значения массовой доли влаги подготовленных проб должны соответствовать диапазону измерений поверяемого анализатора;

- подготовленную пробу делят на две части. На поверяемом анализаторе проводят не менее 5 измерений первой части пробы. Из второй части пробы отбирают навески для измерения массовой доли компонента на установке эталонной в соответствии с эксплуатационной документацией.

Результаты измерений заносят в таблицу, прилагаемую к протоколу поверки (форма протокола – по приложению А) и проводят обработку результатов измерений.

7.4.4 *Определение диапазонов и абсолютных погрешностей измерений с применением стандартизованных методик*

Определение диапазонов и абсолютных погрешностей измерений массовой доли компонентов с применением образцов веществ, значения показателей которых определены по стандартизованным методикам, проводят следующим образом:

- подготавливают образцы веществ, значения массовой доли сырого жира и сырой клейковины в которых определены по ГОСТ 8.597-2010, ГОСТ Р 54478-2011;

- проводят измерения подготовленных образцов на поверяемом анализаторе в соответствии с эксплуатационной документацией, при этом проводят не менее 5 измерений ($p \geq 5$).

7.4.5 *Обработка результатов измерений*

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение i -й массовой доли компонента \bar{R}_i , рассчитанное по формуле

$$\bar{R}_i = \frac{\sum R_{ij}}{n}, \quad (1)$$

где R_{ij} – j -й результат измерения i -й массовой доли компонента, %;

n – число измерений ($p \geq 5$).

Среднее квадратическое отклонение результатов измерений каждого компонента S_i определяют по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (R_{ij} - \bar{R}_i)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

Среднее квадратическое отклонение среднего арифметического $S_{\bar{x}}$ определяют по формуле

$$S_{\bar{x}} = \frac{S_i}{\sqrt{n}}, \quad (3)$$

Абсолютную погрешность результатов измерений массовой доли компонентов рассчитывают по ГОСТ Р 8.736 по формуле

$$\Delta = K \cdot S_{\Sigma}, \quad (4)$$

где K – коэффициент, зависящий от соотношения случайной составляющей погрешности и неисключенной систематической погрешности (НСП).

Суммарное среднее квадратическое отклонение S_{Σ} оценки измеряемой величины вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\Theta}^2 + S_{\bar{x}}^2}, \quad (5)$$

где S_{Θ} – среднее квадратическое отклонение НСП, которое оценивают по формуле

$$S_{\Theta} = \frac{\Theta}{\sqrt{3}}, \quad (6)$$

где Θ – неисключенная систематическая погрешность измерения.

Неисключенную систематическую погрешность измерения для каждого компонента определяют по формуле

$$\Theta = |\bar{R}_i - R_{amm}|, \quad (7)$$

где R_{amm} – значение массовой доли компонента, приведенное в паспорте на СО, или полученное с применением установки эталонной или стандартизованной методики.

Коэффициент K для подстановки в формулу (4) определяют по формуле

$$K = \frac{\varepsilon + \Theta}{S_{\bar{x}} + S_{\Theta}}, \quad (8)$$

где ε – доверительные границы случайной погрешности результатов измерений, определяемые по формуле

$$\varepsilon = t \cdot S_{\bar{x}}, \quad (9)$$

где t – коэффициент Стьюдента, равный 2,776 при $P=0,95$ и $(n-1) = 4$.

Анализатор считают выдержавшим поверку, если диапазоны измерений и погрешности измерений соответствуют требованиям описанию типа.

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки анализатора должны быть оформлены в виде протокола по форме, приведенной в приложении А. К протоколу прилагается заявка (при ее наличии).

8.2 К анализатору, прошедшему поверку, прилагают выданное свидетельство о поверке установленной формы [1]. Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

8.3 К анализатору, не прошедшему поверку, прилагают извещение о непригодности установленной формы [1].

Вед. научн. сотрудник



Запорожец А.С.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки анализатора
Протокол поверки

№ _____ от _____
 анализатора _____

1 Заводской номер анализатора _____

2 Наименование предприятия-изготовителя: _____

3 Дата выпуска _____

4 Принадлежит _____

5 Наименование нормативного документа по поверке

МП 81-241-2015 «Анализаторы инфракрасные Granolyser. Методика поверки».

6 Наименование, заводской номер, метрологические характеристики, сведения о поверке применяемых средств поверки _____

7 Условия поверки

температура окружающего воздуха, °C _____

относительная влажность воздуха, % _____

8 Операции поверки

Внешний осмотр анализатора _____

Проверка электрического сопротивления изоляции _____

Опробование _____

Определение метрологических характеристик

Т а б л и ц а А . 1

Метрологическая характеристика	Наименование показателя	Значение характеристики	
		по описанию типа	полученное при поверке
Абсолютная погрешность измерений Δ , %			

Поверитель _____

Выдано свидетельство о поверке № _____ от _____ г.

Выдано извещение о непригодности № _____ от _____ г.

Наименование организации, проводившей поверку _____

Приложение к протоколу
Форма таблицы определения абсолютной погрешности измерений

Т а б л и ц а А . 2 – Форма таблицы определения абсолютной погрешности измерений

Наименование измеряемого материала или СО	Наименование компонента	Аттесто- ванное значение, R_{att} , %	Результаты измерений, %					\overline{R}_i , %	$S_{\bar{x}}$, %	Θ , %	S_{Θ}	S_{Σ}	ε	K	Δ , %
			1	2	3	4	5								

Библиография

- [1] Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»