ГОСТ Р 8.581—2001

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

УСТАНОВКИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ ВЛАЖНОСТИ ЗЕРНА И ЗЕРНОПРОДУКТОВ ВОЗДУШНО-ТЕПЛОВЫЕ

Методика поверки

Издание официальное

БЗ 1-2001/460

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ)

ВНЕСЕН Управлением метрологии Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 13 июня 2001 г. № 228-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2001

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 2
4 Средства поверки 2
5 Требования безопасности 2
6 Условия поверки и подготовка к ней 2
7 Проведение поверки 3
8 Оформление результатов поверки 5
Приложение А Термины с соответствующими пояснениями и сокращениями, применяемые в настоящем стандарте 5
Приложение Б Методика подготовки, приготовления и аттестации проб зерна и зерно-продуктов для поверки средств измерений влажности 5
Приложение В Форма протокола поверки воздушно-тепловой установки 7
Приложение Г Библиография 8

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

УСТАНОВКИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ ВЛАЖНОСТИ ЗЕРНА И ЗЕРНОПРОДУКТОВ ВОЗДУШНО-ТЕПЛОВЫЕ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Air-heat installations for measuring moisture of cereals and cereal products. Verification procedure

Дата введения 2002—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на воздушно-тепловые установки (далее — установки) для измерений влажности зерна и зернопродуктов.

Настоящий стандарт устанавливает методику первичной и периодической поверок установок с учетом положений МР 59 МОЗМ [1], ИСО 7700-1 [2].

Термины с соответствующими пояснениями и сокращениями, применяемые в настоящем стандарте, приведены в приложении А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы 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 8.432—81 Государственная система обеспечения единства измерений. Влажность зерна и продуктов его переработки. Методика выполнения измерений на образцовой вакуумно-тепловой установке

ГОСТ 8.480—82 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений влажности зерна и зернопродуктов

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 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9404—88 Мука и отруби. Метод определения влажности

ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13586.5—93 Зерно. Метод определения влажности

ГОСТ 13646—68 Термометры стеклянные ртутные для точных измерений. 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 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 26312.1—84 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 26312.7—88 Крупа. Метод определения влажности

ГОСТ 27668—88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 29143—91 (ИСО 712—85) Зерно и зернопродукты. Определение влажности (рабочий контрольный метод)

ГОСТ Р 50431—92 (МЭК 584-1—77) Термопары. Часть 1. Номинальные статические характеристики преобразования

Издание официальное

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта настоящего стандарта	Обязательность выполнения операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Проверка сопротивления электрической изоляции	7.2	Да	Да
Опробование	7.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	7.4		
Определение погрешности задания и поддержания температуры в сушильной камере	7.4.1	Да	Нет
Определение абсолютной погрешности результата измерения влажности	7.4.2	Да[1)]	Да[1)]
Определение среднего квадратического отклонения результата измерения влажности	7.4.3	Да[1)]	Да1)
[1)] При наличии стандартизованной (аттестованной) методики выполнения измерений (МВИ) влажности.			

4 Средства поверки

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

Таблица 2

Номер раздела, пункта настоящего стандарта	Наименование и тип средства поверки, обозначение стандарта, устанавливающего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства измерений
5	Психрометр аспирационный с диапазоном измерений от 27 % до 85 %. Термометр с диапазоном измерений от 0 до 50 °С по ГОСТ 112
7.2	Мегомметр до 500 В типа М1102/1 по ГОСТ 23706
7.4.1	Термометр ртутно-стеклянный по ГОСТ 13646 или термопара типа ХК(L) 2-го разряда с диапазоном измерений от 50 до 200 °С с погрешностью 0,5 °С по ГОСТ Р 50431
7.4.2; 7.4.3	Установка вакуумно-тепловая образцовая 1-го разряда (УВТО) (рабочий эталон) для измерений влажности зерна и зернопродуктов по ГОСТ 8.432. Комплект проб зерновых культур или продуктов их переработки влажностью от 8 % до 16 %, аттестованных с применением образцовой установки УВТО или установки высшей точности УВТ 15А-81 по ГОСТ 8.480 [приложение Б]
Примечание — Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих заданную точность.	

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности по ГОСТ 12.3.019.

6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

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

6.2 Перед поверкой должны быть проведены работы:

- проверено выполнение требований безопасности;
- подготовлены пробы зерна (зернопродуктов) в соответствии с приложением Б и выдержаны при температуре (20 ± 5) °С не менее 12 ч.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности и номеров блоков установки паспортным данным;
- четкость маркировки и наличие всех предусмотренных надписей на поверхности средств измерений и вспомогательных устройств, входящих в состав установки;
- отсутствие видимых внешних повреждений, отрицательно влияющих на работоспособность узлов и блоков установки;
- исправность механизмов дверок, задвижек и крепежных деталей.

При обнаружении дефектов, препятствующих нормальному использованию, установку бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

7.2 Проверка сопротивления электрической изоляции

Сопротивление электрической изоляции цепи сетевого питания средств измерений и вспомогательных устройств, входящих в состав установки, проверяют с помощью мегомметра. Измеряют сопротивление изоляции между штырями сетевой вилки и корпусом приборов при положении «Включено» темблера «Сеть». Сопротивление электрической изоляции должно быть не менее 10 МОм.

7.3 Опробование

Опробование проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации на установку.

Проверяют правильность установки терморегулятора типа ТЗК сушильного шкафа типа СЭШ в точках +105 и +130 °С. Вращение рабочего стола сушильного шкафа должно быть свободным. Сушильный шкаф типа СЭШ должен быть снабжен выхлопными трубками.

Работоспособность размалывающего устройства проверяют по крупности помола любой зерновой культуры влажностью не более 14 %, просеивая размолотое зерно через сита № 01 и № 08. Рекомендуемое время размола для пшеницы — 30 с; ячменя, овса — 60 с. Крупность размола оценивают по процедуре 4.2 ГОСТ 13586.5. Если требуемую крупность размола не удается обеспечить, увеличивают продолжительность размола или заменяют размалывающее устройство.

7.4 Определение метрологических характеристик

7.4.1 Определение погрешности задания и поддержания температуры в рабочей зоне сушильной камеры

Погрешность задания и поддержания температуры в рабочей зоне сушильной камеры установки определяют при температурах сушки 105 и 130 °С с использованием термометра или термопары (рабочий эталон). Помещают рабочий эталон вблизи датчика терморегулятора (контактного термометра). Включают установку и задают температуру сушки 105 °С. После достижения установившегося режима определяют температуру по рабочему эталону. Температуру измеряют с интервалом в 8 мин не менее пяти раз. Повторяют аналогичные операции при температуре сушки 130 °С. Погрешность задания температуры $\Delta T_у$, °С, определяют по формуле

$$\Delta T_у = T_у - T_{ср}, \tag{1}$$

где $T_у$ — заданное на установке значение температуры сушки, °С;

$T_{ср}$ — среднее арифметическое значение температуры, °С.

$$T_{ср} = \frac{\sum_{i=1}^{n} T_i}{n}, \tag{2}$$

где T_i — i-е значение температуры сушки, измеренной по рабочему эталону, °С;

n— число измерений, равное пяти.

Погрешность поддержания температуры в рабочей зоне сушильной камеры ΔT_c определяют как максимальное значение отклонения измеренной температуры сушки от ее среднего значения по формуле

$$\Delta T_c = |T_i - T_{ср}|_{max}. \tag{3}$$

Погрешности задания и поддержания температуры не должны превышать указанных в инструкции по эксплуатации.

7.4.2 Определение абсолютной погрешности результата измерений влажности

Абсолютную погрешность результата измерений влажности определяют сличением результатов измерений влажности зерна или зернопродуктов на поверяемой установке и образцовой вакуумно-тепловой установке 1-го разряда (УВТО) по ГОСТ 8.432. При проведении поверки на месте эксплуатации используют пробы зерна или зернопродуктов, значение влажности которых определено на образцовой установке УВТО или на установке высшей точности УВТ 15А-81 (приложение Б).

Установку поверяют в соответствии с ее назначением, используя не менее двух зерновых культур (пленчатой и непленчатой), например пшеницы и ячменя, или продуктов переработки (мука, крупа) с аттестованными значениями влажности от 8 % до 16 %. Измерения влажности пробы зерна или зернопродуктов на поверяемой воздушно-тепловой установке проводят по методикам, указанным в ГОСТ 13586.5, ГОСТ 26312.7, ГОСТ 9404, или по стандартизованным (аттестованным) в установленном порядке методикам выполнения измерений (МВИ), прилагаемым к установке. Измеряют влажность 10 навесок из каждой пробы зерна (зернопродуктов).

Абсолютную погрешность результата измерений влажности ΔW, %, определяют по формуле

$$\Delta W = |W_{Ai} - W_0|_{max}, \quad (4)$$

где W_{Ai} — результат измерения влажности на поверяемой установке, %;

W_0 — результат измерений влажности на образцовой вакуумно-тепловой установке или аттестованное значение влажности, указанное в свидетельстве на пробу зерна (зернопродуктов), %.

Погрешность результата измерений не должна превышать указанной в ГОСТ 13586.5, ГОСТ 9404, ГОСТ 26312.7 или в стандартизованных (аттестованных) МВИ, прилагаемых к установке.

7.4.3 Определение среднего квадратического отклонения результата измерений влажности

Среднее квадратическое отклонение результата измерений влажности на поверяемой установке определяют по результатам измерений 10 навесок из каждой пробы зерна или зернопродуктов. Среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений влажности пробы S определяют по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i}^{n} (W_i - \overline{W})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

где W_i — влажность i-й навески, %;

$\overline{W} = \frac{\sum W_i}{n}$ — средняя влажность пробы, %;

n — число навесок.

Среднее квадратическое отклонение не должно превышать указанного в ГОСТ 13586.5, ГОСТ 9404, ГОСТ 26312.7 или стандартизованных (аттестованных) МВИ, прилагаемых к установке. При нормировании случайной погрешности в виде допускаемого расхождения между результатами двух параллельных измерений значение допускаемого среднего квадратического отклонения случайной погрешности результатов измерений K_σ рассчитывают по формуле

$$K_\sigma = d/Q(P, n), \quad (6)$$

где d — допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений, указанное в ГОСТ 13586.5, ГОСТ 9404, ГОСТ 26312.7 или стандартизованной (аттестованной) МВИ, прилагаемой к установке;

$Q(P, n)$ — квантиль распределения стьюдентизированного размаха при доверительной вероятности P и числе измерений n.

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

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

Установку считают пригодной к эксплуатации, если выполняется условие $S \le K_\sigma$.

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки установки должны быть оформлены протоколом в соответствии с приложением В.

8.2 На установку, результаты поверки которой положительные, выдают свидетельство о поверке установленной формы по ПР 50.2.006 [3].

8.3 На оборотной стороне свидетельства о поверке указывают стандарт или стандартизованную (аттестованную) МВИ, в соответствии с которым или которой установку допускают к применению.

8.4 На установку, результаты поверки которой отрицательные, выдают извещение о непригодности к применению с указанием причин по ПР 50.2.006 [3].

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Термины с соответствующими пояснениями и сокращениями, применяемые в настоящем стандарте

А.1 **установка для измерений влажности зерна и зернопродуктов воздушно-тепловая:** Совокупность средств измерений и вспомогательных устройств (сушильный шкаф типа СЭШ или другого типа с терморегулятором типа ТЗК, лабораторные весы, набор гирь, бюксы, размалывающее устройство типа ЛЗМ, набор сит), функционально объединенных для измерений влажности по ГОСТ 13586.5, ГОСТ 9404, ГОСТ 26312.7, ГОСТ 29143.

А.2 **влажность:** Убыль массы продукта, выраженная в процентах, при его высушивании в условиях, установленных стандартами на методы измерения влажности.

А.3 **аттестованная проба зерна (зернопродуктов):** Проба, аттестованная с применением УВТ 15А-81 или (рабочего эталона УВТО) для целей градуировки и поверки средств измерений влажности с установленными при аттестации метрологическими характеристиками.

А.4 **размалывающее устройство типа ЛЗМ:** Лабораторная зерновая мельница.

А.5 **терморегулятор типа ТЗК:** Стеклянный ртутный электроконтактный терморегулятор.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Методика подготовки, приготовления и аттестации проб зерна и зернопродуктов для поверки средств измерений влажности

Настоящая методика устанавливает процедуру подготовки, приготовления и аттестации проб зерна и зернопродуктов для поверки средств измерений влажности.

Б.1 Средства измерений и реактивы

Установка вакуумно-тепловая эталонная (образцовая) 1-го разряда для измерения влажности зерна и зернопродуктов по ГОСТ 8.432 или установка высшей точности УВТ 15А-81 по ГОСТ 8.480.

Экспрессный влагомер зерна любого типа.

Весы лабораторные 2-го класса с погрешностью, не превышающей 0,1 г, по ГОСТ 24104.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стеклянные сосуды вместимостью не менее 3 $дм^3$.

Мерный цилиндр вместимостью 500 $см^3$.

Б.2 Подготовка проб

Б.2.1 Пробы зерна и зернопродуктов, применяемые для поверки средств измерений влажности, отбирают из основных районированных сортов в соответствии с ГОСТ 13586.3, ГОСТ 27668, ГОСТ 26312.1.

Б.2.2 Отобранную пробу зерна тщательно очищают от сорной и зерновой примесей, полностью удаляют дробленое зерно. Масса очищенной пробы должна составлять не менее 1 кг.

Б.2.3 Измеряют первоначальную влажность на экспрессном влагомере любого типа и разделяют исходную пробу на две части для подготовки проб влажностью от 8 % до 12 % и свыше 12 % до 18 %.

Б.2.4 При подготовке проб влажностью от 8 % до 12 % при необходимости подсушивают зерно на воздухе, перемешивая его. После подсушки до требуемой влажности пробы зерна помещают в стеклянный сосуд, герметически закрывают и выдерживают в холодильнике при температуре (6 ± 4) °С в течение 96 ч.

Б.2.5 При подготовке проб влажностью свыше 18 % используют зерно естественной влажности, при необходимости увлажняя его.

Б.2.6 При подготовке искусственно увлаженных проб зерно увлажняют, добавляя рассчитанное количество дистиллированной воды для получения требуемого значения влажности.

Необходимое количество воды для увлажнения $M_в$, г, рассчитывают по формуле

$$M_в = \frac{M_н (W_{тр} - W_н)}{100 - W_{тр}}, \qquad (Б.1)$$

где $M_н$ — начальная масса пробы зерна, г;

$W_{тр}$ — требуемая влажность, %;

$W_н$ — начальная влажность, %.

Б.2.7 Пробу зерна массой $M_н$ помещают в стеклянный сосуд на $^2/_3$ объема, добавляют отмеренное с помощью мензурки рассчитанное количество воды и тщательно перемешивают встряхиванием.

Б.2.8 Герметически закрытые сосуды выдерживают в холодильнике при температуре (6 ± 4) °С в течение 96 ч. Пробы зерна периодически перемешивают встряхиванием емкостей в первые сутки не менее шести раз, в остальное время — не менее трех раз в сутки.

Б.2.9 Перед аттестацией пробы зерна (зернопродуктов) выдерживают в герметически закрытых сосудах при комнатной температуре не менее 8 ч.

Б.3 Проведение метрологической аттестации

Б.3.1 Метрологическими характеристиками проб зерна (зернопродуктов) являются аттестованное значение влажности и погрешность аттестованного значения влажности.

Б.3.2 Аттестованное значение влажности пробы устанавливают измерением влажности пробы на эталонной вакуумно-тепловой установке 1-го разряда по ГОСТ 8.432 или на установке высшей точности УВТ 15А-81.

Б.3.3 Аттестованное значение влажности пробы определяют как среднее арифметическое значение влажности n навесок. Число навесок при аттестации на эталонной вакуумно-тепловой установке — 6, на установке высшей точности — 18.

Б.3.4 Границы интервала ΔW, в котором с принятой доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ находится погрешность аттестованного значения влажности зерна (зернопродуктов), рассчитывают по формуле

$$\Delta W = K \sqrt{(S_{\overline{W}})^2 + \frac{(\theta)^2}{3}}, \qquad (Б.2)$$

где θ — значение неисключенной систематической составляющей погрешности образцовой вакуумно-тепловой установки;

$S_{\overline{W}}$ — среднее квадратическое отклонение среднего результата измерений влажности, рассчитанное по формуле

$$S_{\overline{W}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (W_i - \overline{W})^2}{n(n-1)}}, \qquad (Б.3)$$

где W_i — i-е значение влажности пробы, %;

$\overline{W} = \frac{\sum_{i=1}^{n} W_i}{n}$ — среднее арифметическое значение влажности пробы, %;

K— коэффициент, полученный в соответствии с ГОСТ 8.207, по формуле

$$K = \frac{\xi + \theta}{S_{\overline{W}} + \frac{\theta}{\sqrt{3}}}, \qquad (Б.4)$$

где ξ — доверительные границы случайной составляющей погрешности результата измерений, $\xi = t S_{\overline{W}}$, где t — коэффициент Стьюдента: при $n = 6$ и доверительной вероятности $P = 0{,}95$ t = 2,571; при $n = 18$ и $P = 0{,}95$ t =2,101.

Для каждой аттестованной пробы устанавливают срок действия — интервал времени, в течение которого аттестованное значение остается неизменным в пределах погрешности аттестованного значения при соблюдении условий хранения.

Для проб зерна и зернопродуктов влажностью от 8 % до12 % установлен срок действия 180 сут, для проб влажностью свыше 12 % — 60 сут со дня изготовления. По истечении срока действия пробы обезличивают.

Б.4 Условия хранения

Б.4.1 Пробы зерна (зернопродуктов) после аттестации расфасовывают в двойные полиэтиленовые пакеты, при этом масса пробы зерна (зернопродуктов) составляет 60 — 70 г. Пакеты герметически запаивают.

Б.4.2 Пакеты с аттестованными пробами зерна (зернопродуктов) хранят при температуре (6 ± 4) °С в холодильнике.

Б.4.3 Перед использованием пробы зерна (зернопродуктов) должны быть выдержаны в помещении при комнатной температуре не менее 12 ч.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

Форма протокола поверки воздушно-тепловой установки

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

1 Тип установки _____

_____

2 Предприятие-изготовитель _____

3 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 установки _____

_____

6 Сопротивление электрической изоляции _____

7 Определение метрологических характеристик

Метрологическая характеристика	Значение характеристики	
	по инструкции по эксплуатации и (или) стандартизованной (аттестованной) МВИ, прилагаемой к установке	действительное
Погрешность задания и поддержания температуры в сушильной камере		
Абсолютная погрешность результата измерения влажности		
СКО результата измерения влажности		

Поверитель _____

Выдано свидетельство № _____ от «___» _____ г.

Выдано извещение о непригодности № _____ от «___»_____г.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(справочное)

Библиография

[1] МР 59—84 МОЗМ Влагомеры для зерновых и масличных культур
[2] ИСО 7700-1—84 Проверка калибровки влагомеров. Часть 1. Влагомеры для зерновых культур
[3] ПР 50.2.006—94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

УДК 543.812.089.68:633.1:006.354 ОКС 17.020 Т88.5 ОКСТУ 0008

Ключевые слова: влажность, зерно и зернопродукты, средства измерений, воздушно-тепловые установки, методика поверки, метрологические характеристики

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 25.06.2001. Подписано в печать 13.07.2001. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 330 экз. С 1577. Зак. 695.

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