

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ – ФИЛИАЛ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМЕНИ Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»

УТВЕРЖДАЮ

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



С.В. Медведевских

2020 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы молока и молочных продуктов MIRA

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 119-241-2019

Екатеринбург

2020

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА УНИИМ - филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева»**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Медведевских М.Ю.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в феврале 2020 г.**

Дата введения: февраль 2020 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы молока и молочных продуктов MIRA (далее - анализаторы) производства фирмы «Bruker Optik GmbH», Германия и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (с изменениями по приказу Минпромторга № 5329 от 28.12.2018)

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

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

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 23327-98 Молоко и молочные продукты. Метод измерения массовой доли общего азота по Кьельдалю и определение массовой доли белка

ГОСТ 25101-2015 Молоко. Метод определения точки замерзания.

3 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов	8.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений точки замерзания молока	8.3.2	да	да
3.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов и точки замерзания молока	8.3.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проведение периодической поверки анализаторов, используемых для измерений меньшего числа величин, на основании письменного заявления владельца анализаторов, оформленного в произвольной форме.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартные образцы состава молочных продуктов ГСО 11504-2020/115050-2020 (массовая доля жира от 0,5 до 42 %, абс. погрешность $\pm 0,06$ %; массовая доля белка от 1,50 до 3,60 %, абс. погрешность $\pm 0,06$ %; массовая доля сухих веществ от 9,0 до 55 %, абс. погрешность $\pm 0,1$ %; массовая доля лактозы от 3,00 до 8,00 %, абс. погрешность $\pm 0,08$ %);

- титратор автоматический серии Excellence, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала

от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ± 3 % (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 65147-16);

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 28158-04).

4.2 Допускается применение образцов молока (молочного продукта), в которых массовая доля компонентов и значение точки замерзания определены в соответствии со стандартными методами, указанными в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень нормативных документов, по которым определяется массовая доля белка и точки замерзания

Наименование определяемого компонента	Стандарт на метод определения
Массовая доля белка	ГОСТ 23327-98
Точка замерзания	ГОСТ 25101-2015

Примечание к таблице 2 – Допускается применение рабочих проб, проанализированных в соответствующих диапазонах измерений по другим стандартизованным и (или) аттестованным в установленном порядке методикам, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза.

4.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0. Для выполнения измерений допускаются лица, прошедшие инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Условия поверки и подготовки к ней

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализаторы подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО и (или) пробы молока и молочных продуктов и определить массовую долю компонентов и точку замерзания в соответствии со стандартами, указанными в таблице 2.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения одной из проб, указанных в разделе 4. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения анализатора.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OPUS LSM
Номер версии ПО	не ниже 2.4.8
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

Методикой поверки предусмотрена проверка метрологических характеристик следующими способами:

- 1) с использованием рабочих проб, проанализированных стандартизованными методами;
- 2) с использованием стандартных образцов утвержденного типа.

Допускается комбинация способов для различных характеристик.

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов провести с помощью стандартных образцов утвержденных типов или с помощью рабочих проб, в которых значения массовой доли компонентов определены по методике, приведенной в таблице 2. В качестве рабочих проб выбирают специально

подготовленный гомогенизированный, однородный и стабильный материал. Значения массовой доли компонентов молока и молочных продуктов должны находиться в начале и в конце диапазона измерений.

Для контроля абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов допускается готовить пробы молока и молочных продуктов разбавлением стандартных образцов утвержденных типов дистиллированной водой для получения значений массовой доли компонентов в начале диапазона измерений. Процедура разбавления приведена в Приложении А.

Провести не менее двух измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов в каждой приготовленной пробе (ГСО).

Для каждой пробы (ГСО) рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов по формуле

$$\Delta_{ij} = X_{ij} - X_{ГОСТj}, \quad (1)$$

где X_{ij} - результат i -го измерения массовой доли компонента молока и молочных продуктов в j -ой пробе (ГСО) на анализаторе, %;

$X_{ГОСТj}$ - результат измерения массовой доли компонента молока и молочных продуктов по j -ой стандартизированной методике или аттестованное значение в j -ом ГСО, %.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений точки замерзания молока

Проверку абсолютной погрешности измерений точки замерзания молока определить с помощью рабочих проб молока, в которых значения массовой доли компонентов определены по методике, приведенной в таблице 2. Провести не менее двух измерений точки замерзания молока в каждой приготовленной пробе.

Для каждой пробы рассчитать абсолютную погрешность измерений точки замерзания молока продуктов по формуле

$$\Delta_i = T_i - T_{ГОСТ}, \quad (2)$$

где T_i - результат измерения точки замерзания молока на анализаторе, °С;

$T_{ГОСТ}$ - результат измерения точки замерзания молока по стандартизированной методике, °С.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений точки замерзания молока должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.3 Проверка диапазонов измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов и точки замерзания молока

Проверку диапазонов измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов и точки замерзания молока провести одновременно с определением погрешностей по 8.3.1-8.3.2 (провести измерения в начале и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазонов измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов и точки замерзания молока должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазоны измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов, % - жир - белок - лактоза - общее содержание сухого вещества	от 0,15 до 55 от 0,15 до 10 от 0,25 до 15 от 0,35 до 60
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов молока, % -жир -белок -лактоза -общее содержание сухого вещества	$\pm 0,12$ $\pm 0,12$ $\pm 0,25$ $\pm 0,35$
Диапазон измерений точки замерзания молока, °С	от минус 0,55 до минус 0,45
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений точки замерзания молока, °С	$\pm 0,02$

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик:

Зав. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



Медведевских М.Ю.

Приложение А

(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе разбавления ГСО

А.1 Для приготовления растворов на основе разбавления ГСО (далее - растворы) используют:

- стандартные образцы состава молочных продуктов;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- пипетки 1 класса точности по ГОСТ 29227;
- колбы по ГОСТ 1770.

А.2 Приготовить растворы путем последовательного разбавления ГСО. В чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть исходного ГСО объемом, вычисляемым по формуле, см³

$$V_{al,i} = \frac{A \cdot V_{м.к.i}}{C_i}, \quad (A.1)$$

где A - аттестованное значение массовой доли компонента (приведено в паспорте), %;

C_i - значение массовой доли компонента, которое необходимо приготовить, %;

$V_{м.к.i}$ - заданный объем мерной колбы, см³.

Объем колбы довести до метки водой дистиллированной по ГОСТ 6709.

Относительная погрешность значения массовой доли компонентов молока рассчитывается по формуле

$$\delta C_i = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{al,i}}{V_{al,i}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{м.к.i}}{V_{м.к.i}}\right)^2}, \quad (A.2)$$

где ΔA - абсолютная погрешность аттестованного значения компонента ГСО (из паспорта на ГСО), %;

ΔV_d - абсолютная погрешность объема i -ой пипетки по ГОСТ 29227, см³;

$\Delta V_{м.к.}$ - абсолютная погрешность объема i -ой колбы по ГОСТ 1770, см³.

А.3 Растворы на основе разбавления ГСО тщательно перемешать перед проведением измерений.