

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»



А.Н. Пронин

5.03.2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы молока ЕКОМЛК
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2200-2018

Заместитель руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

А.В. Колобова

Ст.научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

М.А.Мешалкин

г. Санкт-Петербург
2018 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы молока ЕКОМЛК и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

N п/п	Наименование операций поверки	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			при первичной поверке	при периодической поверке
1.	Подготовка к поверке.	5.2	да	да
2.	Внешний осмотр	6.1	да	да
3.	Опробование.	6.2	да	да
4.	Подтверждения соответствия ПО.	6.3	да	да
5.	Определение метрологических характеристик.	6.4	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Стандартные образцы удельной электрической проводимости водных сред ГСО 7375-97 и ГСО 7376-97.

2.2. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов- рабочих эталонов рН 2-го или 3-го разряда (рег. № 43928-10).

2.3. Секундомер СОПр, 3 класс точности (рег. № 11519-11).

2.4. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

2.5. Средняя проба молока, отобранная и подготовленная по ГОСТ 26809-86, содержание определяемых компонентов в которой определено в аккредитованной испытательной или аналитической лаборатории по методикам, изложенным в ГОСТах, список которых приведен в разделе 5.2 настоящей методики.

2.6. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

2.7 В том случае, если владелец анализатора использует его только для определения части компонентов из списка возможных, допускается проводить периодическую проверку только по используемым компонентам. При этом список определяемых компонентов должен быть приведен в заявке на периодическую поверку.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

Температура окружающего воздуха, °С	От 16 до 25
Относительная влажность воздуха, %, не более	80
Атмосферное давление, кПа	от 84 до 106
Напряжение источника питания переменного тока, В	220 ⁺²² ₋₃₃
Частота переменного тока, Гц	50±1
Механические воздействия, наличие пыли, агрессивных примесей, внешние электрические и магнитные поля (кроме земного), отклонения от рабочего положения	Исключаются

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

4.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации анализатора.

4.2. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие руководство по эксплуатации и методику поверки и имеющие навык работы с прибором.

4.3. Для получения данных, необходимых для поверки допускается участие в поверке оператора, обслуживающего анализатор (под контролем поверителя).

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Поверка анализатора проводится по всем компонентам, для определения которых прибор используется на предприятии-владельце. Владелец анализатора до поверки должен провести калибровку анализатора на вид используемого при измерениях молока или молочного продукта.

5.2. При подготовке к поверке необходимо выполнить следующие операции:

- в аккредитованной лаборатории измерить в пробе молока (предоставляется предприятием-владельцем анализатора) содержание компонентов, определение которых проводится на поверяемом приборе. Перечень компонентов и методов анализа указан в таблице 1. Допускается применение других стандартизованных (оформленных в виде ГОСТ) методов, обеспечивающих измерение с точностью не хуже указанных в таблице 1.

5.3. При подготовке к поверке анализатора ЕКОМІLK Horizon дополнительно приготовить раствор туши следующим образом: в колбу объемом 100 см³ поместить приблизительно 80 см³ дистиллированной воды, добавить 8-10 капель черной туши, тщательно перемешать и довести объем до оцифрованной отметки 100 см³ добавлением дистиллированной воды. Приготовленный раствор профильтровать через бумажный фильтр диаметром 15 см.

Таблица 1

Наименование определяемого компонента / параметра	Номер стандарта
Жир	ГОСТ 5867-90 и ГОСТ 22760
Белок	ГОСТ Р 23327-98
Лактоза	ГОСТ Р 51259-99
Сухой обезжиренный молочный остаток (СОМО)	ГОСТ 3626-73
Плотность	ГОСТ Р 54758-2011
Точка замерзания	ГОСТ Р ИСО 5764-2011
Кислотность	ГОСТ 32892-2014

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр и опробование

6.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- соответствие маркировки анализатора его документации;

- правильность размещения анализатора на рабочей поверхности стола (согласно руководству по эксплуатации).

6.2. Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания анализатора и запуска программного обеспечения прибора. В случае успешного прохождения опробования на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения ЕКОМILK.

6.3.1. Подтверждение соответствия программного обеспечения заключается в проверке номера версии.

6.3.1.1. Вывод на дисплей окна, в котором указана версия программного обеспечения, осуществляется при выборе строки «FW VERSION» в меню анализатора.

Окно с номером версии ПО приведено на рисунке 1.

ЕКОМILK-120, ЕКОМILK-M ЕКОМILK-Ultra, ЕКОМILK-Ultra-Pro	ЕКОМILK-Bond	ЕКОМILK-Total	ЕКОМILK-Horizon
LS18UdPZ4C2LTF	LF18UdPZ6C2LTF	LF18UdPZ6C2L	EHULH4F 06.92rs
LU18UdPZ4C2LTF		TF или	
LD18UdPZ4C2LTF		LU18UdPZ6C2L TF	

Рисунок 1 - Окно с наименованием и номером версии ПО

6.3.1.2. Анализатор считается прошедшим поверку по п. 6.3, если номер версии не ниже, указанного в описании типа.

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение абсолютной погрешности анализатора при определении содержания жира, белка, лактозы, СОМО, точки замерзания, кислотности и плотности.

6.4.1.1. Измерения проводятся на пробе анализируемого продукта, подготовленной в соответствии с указаниями п.5.2.

6.4.1.2. Провести два измерения массовой доли компонента или значения определяемого параметра.

6.4.1.3. Определить абсолютную погрешность анализатора (δ_i) по формуле:

$$\delta_i = C_n - C_{pi} \quad (1)$$

где: C_n - результат измерения, полученный в аккредитованной лаборатории.

C_{pi} - i -ое значение результата измерений, полученное на анализаторе.

6.4.2. Определение абсолютной погрешности анализатора при измерении удельной электрической проводимости и рН.

6.4.2.1. Последовательно поместить в отделение для проб стандартные образцы удельной электрической проводимости водных сред ГСО 7375-97 и ГСО 7376-97 и провести измерение (2 раза). Определить погрешность по формуле 1.

6.4.2.2. Последовательно поместить в отделение для проб буферные растворы – эталоны 2-го разряда со значением¹ рН лежащем в диапазоне от 3 до 5 и от 6 до 7 и провести измерение (2 раза). Определить погрешность по формуле 1.

6.4.3. Результаты поверки считаются положительными, если для определяемого компонента/параметра, наибольшее из двух полученных значений δ_i не превышает значения, указанного в таблице 2.

¹ Точное значение рН указано в свидетельстве о поверке на буферный раствор

6.4.4. Определение относительной погрешности при измерении времени вытекания жидкости (только для анализатора EKOMILK Horizon).

6.4.4.1. Измерения проводятся на растворе туши, подготовленной в соответствии с указаниями п.5.3.

6.4.4.2. Относительную погрешность измерений времени вытекания жидкости определяют сравнением показаний анализатора с показаниями секундомера при вытекании 15 см³ раствора туши (дистиллированная вода подкрашенной черной тушью) через капилляр рабочей колбы анализатора.

Перед измерением рабочую колбу анализатора ополаскивают раствором туши, использованный раствор в дальнейших измерениях не используют.

6.4.4.3. Провести два измерения времени вытекания

6.4.4.4. Относительную погрешность при измерении времени вытекания жидкости рассчитать по формуле,

$$\Delta_i = \{(t_n - t_i) / t_n\} \times 100, \% \quad (2)$$

где $t_{изм.i}$ – измеренное анализатором значение i -ого результата измерения времени вытекания жидкости, с;

t_n – измеренное секундомером значение i -ого результата измерения времени вытекания жидкости, с.

Погрешность не должна превышать значений, указанных в таблице 3

6.4.3. Результаты поверки считаются положительными, если для определяемого компонента/параметра, наибольшее из двух полученных значений δ_i не превышает значения, указанного в таблице 2 и 3(только для Horizon).

Таблица 2

Определяемый компонент (параметр)	Измеряемая величина, единица величины	Диапазон измерений	Пределы допускаемой абсолютной погрешности
Жир	массовая доля, %	от 0 до 6,0 включ. св.6,0 до 9,0	$\pm 0,1$ $\pm 0,18$
Белок	массовая доля, %	от 2,0 до 6,0	$\pm 0,15$
Лактоза	массовая доля, %	от 0,5 до 7,0	$\pm 0,2$
СОМО	массовая доля, %	от 6 до 12	$\pm 0,4$
Плотность	кг/м ³	от 1020 до 1040	$\pm 0,4$
Удельная электропроводимость	мСм/см	от 1 до 10	$\pm 0,2$
Точка заморзания	°С	от -0,40 до -0,65	$\pm 0,01$
рН (кислотность активная)	рН	от 4,0 до 10,0	$\pm 0,06$
Кислотность (титруемая)	°Т	от 10 до 18 включ. св.18 до 30	$\pm 1,6$ $\pm 2,5$

Таблица 3

Время вытекания (условная вязкость) 15 см ³ дистиллированной воды, подкрашенной черной тушью, с	8,3±0,3
Диапазон измерений времени вытекания жидкости, с	от 1,0 до 58
Приделы допускаемой относительной погрешности измерений времени вытекания жидкости, %	±5
Диапазон показаний счетной концентрация соматических клеток, см ⁻³	от 0,9×10 ⁵ до 1,5×10 ⁶

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Оформление свидетельства о поверке проводится в соответствии с требованиями приказа № 1815 от 02.07.2015 г. Мипромторга России «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

7.2. Данные, полученные при поверке, оформляются в произвольной форме.

7.3. Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей Методики, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик;

7.4. На анализатор, признанный непригодным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

7.5. Знак поверки наносится на боковую панель анализатора и (или) на свидетельство о поверке.