

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ. 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 MilkoScan FT3
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 64-241-2020

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 сентябре 2020 г.**

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы молока и молочных продуктов MilkoScan FT3 Методика поверки	МП 64-241-2020
--	-----------------------

Дата введения: сентябрь 2020 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы молока и молочных продуктов MilkoScan FT3 (далее - анализаторы) производства фирмы «FOSS Analytical A/S», Дания 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 R OIML 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 3624-92 Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности

ГОСТ 3626-73 Молоко и молочные продукты. Методы определения влаги и сухого вещества

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

ГОСТ 33835-2016 Продукция соковая. Метод определения лимонной кислоты

ГОСТ 34304-2017 Молоко и молочные продукты. Метод определения лактозы и галактозы

ГОСТ 34420-2018 Сыры и сыры плавленые. Методика измерения массовой доли лимонной кислоты и цитратов

ГОСТ Р 54758-2011 Молоко и продукты переработки молока. Методы определения плотности

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, молочной и соковой продукции	8.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений свойств молока, молочной и соковой продукции	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазонов измерений массовой доли компонентов и свойств молока, молочной и соковой продукции	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 поверки анализаторов для измерений меньшего числа величин, на основании письменного заявления владельца анализатора, оформленного в произвольной форме.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартные образцы состава молочных продуктов ГСО 11504-2020/11505-2020 (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 8,0 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 или сокового продукта), в которых массовая доля показателей состава и свойств определены в соответствии со стандартными методами, указанными в таблице 2.

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

Наименование определяемого показателя	Стандарт на метод определения
Массовая доля белка	ГОСТ 23327-98
Массовая доля лактозы и галактозы	ГОСТ 34304-2017
Общее содержание сухого вещества	ГОСТ 3626-73
Массовая доля лимонной кислоты	ГОСТ 34420-2018, ГОСТ 33835-2016
Титруемая кислотность	ГОСТ 3624-92
Плотность	ГОСТ Р 54758-2011
Точка замерзания	ГОСТ 25101-2015

Допускается применение рабочих проб, проанализированных в соответствующих диапазонах измерений по другим аттестованным в установленном порядке методикам, обеспечивающим запас по точности не менее, чем в полтора-два раза.

4.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих 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:

- температура окружающего воздуха, °С

от 18 до 25.

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. Подготовить пробы молока, молочной и соковой продукции и определить показатели состава или свойства 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	MilkoScan FT3 Nova
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 8.14.0.000
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 утвержденных типов.

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, молочной или соковой продукции провести с помощью стандартных образцов утвержденных

типов или с помощью рабочих проб, в которых значения массовой доли компонентов и (или) свойств определены по методике, приведенной в таблице 2. В качестве рабочих проб выбирают специально подготовленный гомогенизированный, однородный и стабильный материал. Значения массовой доли компонентов молока, молочной и соковой продукции 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, молочной и соковой продукции в каждой приготовленной пробе (или ГСО).

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

$$\Delta_i = X_{ij} - X_{ГОСТ}, \quad (1)$$

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

$X_{ГОСТ}$ - результат измерения массовой доли компонента молока, молочной и соковой продукции по стандартизированной методике или аттестованное значение стандартного образца, %.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов молока, молочной и соковой продукции должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений свойств молока, молочной и соковой продукции

Проверку абсолютной погрешности измерений свойств молока, молочной и соковой продукции определить с помощью рабочих проб по п. 7.2.

Провести не менее двух измерений свойства в каждой приготовленной пробе.

Для каждой пробы рассчитать абсолютную погрешность измерений свойства продуктов по формулам:

$$\Delta_i = t_{ij} - t_{ГОСТ}, \quad (2)$$

где t_{ij} - i -й результат измерения точки замерзания молока в j -ой пробе на анализаторе, °С;

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

$$\Delta_i = T_{ij} - T_{ГОСТ}, \quad (3)$$

где T_{ij} - i-й результат измерения титруемой кислотности в j-ой пробе на анализаторе, °Т;

$T_{ГОСТ}$ - результат измерения титруемой кислотности по стандартизованной методике, °Т;

$$\Delta_i = \rho_{ij} - \rho_{ГОСТ}, \quad (4)$$

где ρ_{ij} - i-й результат измерения плотности молока в j-ой пробе на анализаторе, кг/м³;

$\rho_{ГОСТ}$ - результат измерения плотности молока по стандартизованной методике, кг/м³.

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

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
<p>Диапазоны измерений массовой доли компонентов молока, молочной и соковой продукции, %</p> <ul style="list-style-type: none"> - жир - белок - лактоза - галактоза - лимонная кислота - общее содержание сухого вещества 	<p>от 0,0 до 60</p> <p>от 0,0 до 15</p> <p>от 0,0 до 25</p> <p>от 0,0 до 10</p> <p>от 0,0 до 0,3</p> <p>от 0,0 до 60</p>
<p>Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов молока, молочной и соковой продукции %</p> <ul style="list-style-type: none"> -жир -белок -лактоза - галактоза - лимонная кислота - общее содержание сухого вещества 	<p>±0,12</p> <p>±0,15</p> <p>±0,25</p> <p>±0,12</p> <p>±0,05</p> <p>±0,35</p>
<p>Диапазоны измерений свойств молока, молочной и соковой продукции</p> <ul style="list-style-type: none"> - точки замерзания молока, °С - титруемой кислотности, °Т - плотности, кг/м³ 	<p>от - 0,55 до - 0,45</p> <p>от 13 до 22</p> <p>от 1025 до 1037</p>
<p>Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений свойств молока, молочной и соковой продукции</p> <ul style="list-style-type: none"> - точки замерзания молока, °С - титруемой кислотности, °Т - плотности, кг/м³ 	<p>±0,02</p> <p>±2,5</p> <p>±1,0</p>

8.3.3 Проверка диапазонов измерений показателей состава и свойств молока, молочной и соковой продукции

Проверку диапазонов измерений 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 должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

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.

Зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.Ю. Медведевских

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

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

где A - аттестованное значение массовой доли компонента (в паспорте ГСО), %;
 C - значение массовой доли компонента, которое необходимо приготовить, %;
 $V_{м.к.}$ - заданный объем мерной колбы, см³.

Объем колбы довести до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709.

Относительная погрешность значения массовой доли компонентов молока рассчитывается по формуле

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

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.

А.4 Полученные растворы на основе разбавления ГСО не допускается использовать для проверки свойств молока, молочной и соковой продукции (точки замерзания молока, титруемой кислотности, плотности).