

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

СОГЛАСОВАНО

И.о. генерального директора

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

М.п. «17» декабря 2020 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы лабораторные автоматические У


Методика поверки

МП-244-0012-2020

И.о. руководителя научно-исследовательского отдела
государственных эталонов и стандартных образцов
в области биоаналитических и медицинских измерений

 М.С. Вонский

Инженер сектора № 2443

 М.С. Мамцева

г. Санкт-Петербург
2020 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы лабораторные автоматические У, предназначенные для измерений содержания винной кислоты, полифенолов, глицерина, железа, меди в воде, вине, соках, напитках и других продуктах пищевой промышленности.

Методика поверки обеспечивает прослеживаемость применяемых эталонов единиц величин к государственному первичному эталону ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ176-2019 в части определения содержания железа и меди и к государственному первичному эталону ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ208-2019 в части определения содержания винной кислоты, полифенолов и глицерина.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки - прямое измерение поверяемым СИ величины, воспроизводимой стандартными образцами и чистыми веществами, согласно таблице 2.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки по отдельным определяемым компонентам (на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку, оформленного в произвольной форме).

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

1. Перечень операций поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	первичной поверке
1. Внешний осмотр средства измерений	п. 6.1	Да	Да
2. Подготовка к проверке и опробование средства измерений	п. 6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик:			
4.1. Определение относительной погрешности при измерении массовой концентрации винной кислоты, полифенолов, глицерина, железа, меди	п. 6.4	Да	Да

При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции дальнейшая поверка прекращается.

2. Требования к условиям поверки

2.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха: 20 ± 5 °С;
- относительная влажность воздуха: 65 ± 15 %;
- атмосферное давление: от 84 до 106 кПа.

2.2. Перед проведением поверки анализатор следует прогреть в течение не менее 30 минут.

2.3. Установка и подготовка анализатора к поверке, выполнение операций при проведении измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

3. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

3.1 К работе с приборами, используемыми при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

4. Метрологические требования к средствам поверки

4.1 При проведении поверки применяются средства измерений и оборудование, представленное в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.4	СО состава раствора ионов железа (III) (комплект 3К) (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде ГСО 7450-98); СО состава раствора ионов меди (комплект 9К) (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде ГСО 7444-98); СО состава раствора фенола в этаноле (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде ГСО 9915-2011); Винная кислота, квалификация «чда», ГОСТ 5817-77; Глицерин, квалификация «чда», ГОСТ 6259-75.
6.4	Весы электронные МВ210-А (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 26554-04)
6.2, 6.4	Термогигрометр ИВА-6, модификация ИВА-6Н-КП-Д (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 46434-11)

4.2 Допускается применять средства, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

4.3 Все средства поверки должны иметь сведения о поверке в ФИФ, паспорта и сроки годности.

5. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

5.1 Перед включением должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

5.2 Перед включением в сеть приборов, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

5.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6. Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра анализатор проверяется на соответствие следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- исправность органов управления и настройки;
- соответствие внешнего вида СИ описанию типа СИ;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- контроль соблюдения требований по защите СИ от несанкционированного доступа, указанных в описании типа СИ;
- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки; устранение выявленных дефектов до начала поверки.

Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

Анализатор с механическими повреждениями к поверке не допускается.

6.2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.

Подготовить анализатор к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации. Включить анализатор. При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно эксплуатационной документации компании-изготовителя.

6.3 Проверка программного обеспечения.

При проведении поверки анализаторов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит из определения номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Программное обеспечение идентифицируется при запуске пользовательского интерфейса путем вывода на экран номера версии. Дополнительная идентификация возможна в программном обеспечении пользователя в меню «Помощь», подраздел «О...», путем вывода окна с указанием версии пользовательского программного обеспечения. Подтверждение можно считать успешным, если номер версии системного ПО совпадает с номером (или выше), указанным в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение относительной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации винной кислоты, полифенолов, глицерина, железа, меди.

Определение относительной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации винной кислоты, полифенолов, глицерина, железа, меди выполняется путем сравнения измеренных значений массовой концентрации винной кислоты, полифенолов, глицерина, железа, меди в поверочных растворах с расчетными (или аттестованными) значениями.

Приготовить контрольные растворы винной кислоты, глицерина в соответствии с методиками, приведенными в приложениях Б и В.

Приготовить контрольные растворы полифенолов, железа, меди с использованием ГСО 7450-98, ГСО 7444-98, ГСО 9915-2011 (в соответствии с Таблицей 3). Контрольные растворы готовить непосредственно перед проведением измерений. Выполнение измерений проводится последовательно с каждым раствором 2 раза.

Таблица 3 – Контрольные растворы для определения массовой концентрации винной кислоты, глицерина, полифенолов, железа, меди

Определяемый компонент	Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде ГСО / ГОСТ	Номер контрольного раствора	Массовая концентрация определяемого компонента в контрольном растворе, г/дм ³
Винная кислота, квалификация «чда»	ГОСТ 5817-77	1	1,0
		2	2,5
		3	5,0
Глицерин, квалификация «чда»	ГОСТ 6259-75	1	0,5
		2	5,0
		3	10,0
		4	20,0
Железо	7450-98	1	0,025
		2	0,010
		3	0,001
Медь	7444-98	1	0,006
		2	0,003
		3	0,0015
Полифенолы	9915-2011	1	1,00
		2	0,50
		3	0,25

Относительная погрешность измерений при измерении массовой концентрации винной кислоты, полифенолов, глицерина, железа, меди (δ_c) вычисляется по формуле:

$$\delta_c = \frac{X_c - X_{c,i}}{X_{c,i}} \cdot 100 \quad (1)$$

X_c – измеренное анализатором значение массовой концентрации, г/дм³;

$X_{c,i}$ – расчетное (аттестованное) значение массовой концентрации в i -м контрольном растворе, г/дм³;

Результаты испытаний положительные, если δ_c для всех растворов винной кислоты, глицерина - не превышает $\pm 15\%$; для полифенолов, железа, меди - не превышает $\pm 10\%$.

6.4.2. Результаты поверки считать положительными, если значение относительной погрешности не превышает:

- $\pm 15\%$ во всем диапазоне измерений массовой концентрации винной кислоты, глицерина.
- $\pm 10\%$ во всем диапазоне измерений массовой концентрации полифенолов, железа, меди.

7. Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки составляется протокол поверки результатов измерений по форме Приложения А.

7.2. Результаты поверки считаются положительными, если прибор удовлетворяет всем требованиям описания типа. Аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средств измерений метрологическим требованиям) заносит данные в ФИФ, наносит знак поверки на средства измерений и (или) выдает свидетельства о поверке (по запросу заявителя), оформленные в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке.

7.3. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого анализатора хотя бы одному из требований описания типа. Отрицательные результаты поверки заносятся в ФИФ с указанием причин непригодности.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер (если имеется информация)	
Изготовитель (если имеется информация)	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

Вид поверки _____**Методика поверки** _____**Средства поверки:**

Номер паспорта на ГСО, номер партии, ГОСТ, квалификация, срок годности	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	от +10 до +35	
Атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7	
Относительная влажность воздуха, %	от 35 до 85	

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр _____
2. Опробование _____
3. Подтверждение соответствия ПО _____
4. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)
 - 4.1 Определение относительной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации винной кислоты, полифенолов, глицерина, железа, меди

Наименование параметра/ единица измерений	Пределы допускаемой относительной погрешности, %	Значение относительной погрешности, полученное при поверке, %
Массовая концентрация винной кислоты, мг/дм ³	±15	
Массовая концентрация полифенолов, мг/дм ³	±10	
Массовая концентрация глицерина, мг/дм ³	±15	
Массовая концентрация железа, мг/дм ³	±10	
Массовая концентрация меди, мг/дм ³	±10	

Методика приготовления растворов винной кислоты

1. Назначение и область применения методики

Методика регламентирует приготовление контрольных растворов винной кислоты с массовой концентрацией 1,0 г/дм³, 2,5 г/дм³ и 5,0 г/дм³.

2. Метрологические характеристики.

2.1. Массовая концентрация винной кислоты:

- в растворе №1: 1,0 г/дм³
- в растворе №2: 2,5 г/дм³;
- в растворе №3: 5,0 г/дм³.

2.2. Погрешность приготовления поверочных растворов составляет: $\pm 5\%$ при $P = 0,95$.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

3.1. Средства измерений:

- весы электронные неавтоматического действия, $\Delta = \pm 0,001$ г.

3.2. Вспомогательное оборудование:

- посуда мерная лабораторная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74;
- электрошкаф вакуумно-сушильный, диапазон температур от 0 до 300 °С, эксикатор.

3.3. Реактивы:

- винная кислота, квалификация «чда», ГОСТ 5817-77
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-79;
- бензойная кислота, К-3 (ОСЧ-ОП-3)

4. Процедура приготовления.

4.1. Подготовка раствора.

4.1.1. Винную кислоту предварительно высушивают до постоянной массы при 37 °С и хранят в эксикаторе.

4.1.2. Подготовка флаконов.

Флаконы моют теплой водой, удаляя имеющиеся налеты на стенках с помощью ершика. Затем флаконы опускают в хромовую смесь на один час. Слив хромовую смесь, флаконы оставляют на несколько минут, после чего промывают вначале водопроводной водой, а затем 3-4 раза ополаскивают дистиллированной водой. Флаконы помещают в сушильный шкаф. Сушку проводят 2-3 часа при температуре (80-110) °С.

4.2. Приготовление растворов.

4.2.1. Готовится 0,2 % раствор бензойной кислоты. Для приготовления одного литра 0,2 % раствора бензойной кислоты в колбу мерную ТХС вливают 2 мл бензойной кислоты К-3 (ОСЧ-ОП-3), затем доводят объем раствора до 1000 мл дистиллированной водой.

4.2.2. Готовится основной раствор винной кислоты 10,0 г/дм³ (раствор основной). Взвешивают 10 г винной кислоты (квалификация «чда», ГОСТ 5817-77), растворяют в 400 мл раствора 0,2 % бензойной кислоты, который является консервантом, затем доводят объем раствора до 1000 мл 0,2 % раствором бензойной кислоты.

4.2.3. Готовится раствор винной кислоты 5,0 г/дм³ (раствор № 3). В мерный цилиндр на 100 мл наливается 50 мл основного раствора винной кислоты с массовой концентрацией 10,0 г/дм³ (приготовленного по п. 4.2.2) и 50 мл 0,2 % раствора бензойной кислоты.

4.2.4. Готовится раствор винной кислоты 2,5 г/дм³ (раствор № 2). В мерный цилиндр на 100 мл наливается 50 мл раствора винной кислоты № 3 с массовой концентрацией 5,0 г/дм³ (приготовленного по п. 4.2.3) и 50 мл 0,2 % раствора бензойной кислоты.

4.2.5. Готовится раствор винной кислоты 1,0 г/дм³ (раствор № 1). В мерный цилиндр на 100 мл наливается 10 мл основного раствора винной кислоты с массовой концентрацией 10,0 г/дм³ (приготовленного по п. 4.2.2) и 90 мл 0,2 % раствора бензойной кислоты.

4.2.5. Укупорка флаконов. Контрольные растворы заливают в стеклянные флаконы объемом по 10 мл и укупоривают предварительно простерилизованными герметизирующими пробками.

5. Требования безопасности.

При работе с хромовой смесью и бензойной кислотой необходимо надевать одноразовые резиновые перчатки.

При попадании раствора на кожу необходимо смыть его водой.

6. Условия хранения.

Контрольные растворы хранят при температуре от 2 до 8 °С в холодильнике в течение 5 дней.

Методика приготовления растворов глицерина

1. Назначение и область применения методики

Методика регламентирует приготовление контрольных растворов глицерина с массовой концентрацией 0,5 г/дм³, 5,0 г/дм³, 10,0 г/дм³ и 20,0 г/дм³.

2. Метрологические характеристики.

2.1. Массовая концентрация глицерина:

- в растворе №1: 0,5 г/дм³;
- в растворе №2: 5,0 г/дм³;
- в растворе №3: 10,0 г/дм³;
- в растворе №4: 20,0 г/дм³.

2.2. Погрешность приготовления контрольных растворов составляет: $\pm 5\%$ при $P=0,95$.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

3.1. Средства измерений:

- весы электронные неавтоматического действия, $\Delta = \pm 0,001$ г.

3.2. Вспомогательное оборудование:

- посуда мерная лабораторная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74

3.3. Реактивы:

- глицерин, квалификация «чда», ГОСТ 6259-75
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-79;

4. Процедура приготовления.

4.1. Подготовка флаконов.

Флаконы моют теплой водой, удаляя имеющиеся налеты на стенках с помощью ершика. Затем флаконы опускают в хромовую смесь на один час. Слив хромовую смесь, флаконы оставляют на несколько минут, после чего промывают вначале водопроводной водой, а затем 3-4 раза ополаскивают дистиллированной водой. Флаконы помещают в сушильный шкаф. Сушку проводят 2-3 часа при температуре (80-110) °С.

4.2. Приготовление растворов.

4.2.1. Готовится основной раствор глицерина 20,0 г/дм³ (раствор основной / раствор №4). Взвешивают 5 г глицерина (квалификация «чда», ГОСТ 6259-75). Переносят в стеклянную колбу объемом 250 мл. Доводят объем раствора до 250 мл дистиллированной водой.

4.2.2. Готовится раствор глицерина 10,0 г/дм³ (раствор № 3). В мерный цилиндр на 100 мл наливается 50 мл основного раствора глицерина с массовой концентрацией 20,0 г/дм³ (приготовленного по п. 4.2.1) и 50 мл дистиллированной воды.

4.2.4. Готовится раствор глицерина 5,0 г/дм³ (раствор № 2). В мерный цилиндр на 100 мл наливается 50 мл раствора глицерина № 3 с массовой концентрацией 10,0 г/дм³ (приготовленного по п. 4.2.2) и 50 мл дистиллированной воды.

4.2.5. Готовится раствор глицерина 1,0 г/дм³ (раствор № 1). В мерный цилиндр на 100 мл наливается 10 мл раствора глицерина № 2 с массовой концентрацией глицерина 10,0 г/дм³ (приготовленного по п.4.2.2) и 90 мл дистиллированной воды.

4.2.5. Укупорка флаконов. Контрольные растворы заливают в стеклянные флаконы объемом по 10 мл и укупоривают предварительно простерилизованными герметизирующими пробками.

5. Требования безопасности.

При работе с хромовой смесью необходимо надевать одноразовые резиновые перчатки.

При попадании раствора на кожу необходимо смыть его водой.

6. Условия хранения.

Контрольные растворы хранят при температуре от 2 до 8 °С в холодильнике в течение 5 дней.