

**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 LactoScope FT-A**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 88-241-2019**

**Екатеринбург**

**2020**

## ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА УНИИМ - филиалом ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Зеньков Е.О.
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в марте 2020 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ .....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ .....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>5</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ .....</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....</b>	<b>6</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....</b>	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....</b>	<b>6</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>7</b>
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	7
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	7
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>9</b>

Дата введения: март 2020 г

## 1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы молока и молочных продуктов LactoScope FT-A (далее - анализаторы) производства фирмы «PerkinElmer Analytical Solution B.V.», Нидерланды 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 R OIML 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 заморозки молока	8.3.2	да	да
3.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов и точки заморозки 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  $\pm 3$  % (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 компонентов и точки замерзания

Наименование определяемого компонента	Стандарт на метод определения
Массовая доля белка	ГОСТ 23327-98
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, 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, % от 20 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 86 до 104.

## 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	FTIRScore
Номер версии ПО	не ниже 1.70
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 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 разбавле-

нием 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

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

где  $X_i$  - результат измерения массовой доли компонента молока и молочных продуктов на анализаторе, %;

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

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 проб молока по п. 7.2.

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
Диапазон измерений массовой доли компонентов молока и молочных продуктов, % - жир - белок - лактоза - общее содержание сухого вещества	от 0,5 до 42 от 0,5 до 6 от 1 до 6 от 2 до 60
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов молока, % -жир -белок -лактоза -общее содержание сухого вещества	±0,12 ±0,12 ±0,25 ±0,35
Диапазон измерений точки замерзания молока, °С	от - 0,55 до - 0,45
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений точки замерзания молока, °С	±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.

**Инженер I кат. лаб. 241**

**УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.**

**Д.И. Менделеева»**



**Е.О. Зеньков**

## 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, см<sup>3</sup>

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

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, см<sup>3</sup>.

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  $\Delta A$  - абсолютная погрешность аттестованного значения компонента ГСО (из паспорта на ГСО), %;

$\Delta V_d$  - абсолютная погрешность объема  $i$ -ой пипетки по ГОСТ 29227, см<sup>3</sup>;

$\Delta V_{м.к.}$  - абсолютная погрешность объема  $i$ -ой колбы по ГОСТ 1770, см<sup>3</sup>.

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