

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

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



Е.П. Собина

декабря 2022 г.

ГСИ. Анализаторы зерна, зернопродуктов и комбикормов DS3.

Методика поверки

МП 83-241-2022

Екатеринбург

2022

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Гольнец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в декабре 2022 г.

| | |
|---|-----------------------|
| Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы зерна, зернопродуктов и комбикормов DS3. Методика поверки | МП 83-241-2022 |
|---|-----------------------|

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы зерна, зернопродуктов и комбикормов DS3 (далее - анализаторы) производства «FOSS Analytical A/S», Дания, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148;

ГЭТ 173-2017 «Государственному первичному эталону единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твёрдых и жидких веществах и материалах» в соответствии с приказом Росстандарта от 29.12.2018 г. № 2832;

ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, аттестованные значения которых установлены с использованием поверенных весов.

Передача единиц массовых долей жира, белка, влаги, сырой клейковины, золы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений стандартных образцов утвержденного типа.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

| Наименование характеристики | Значение |
|--|--------------|
| Диапазон измерений массовой доли жира, % | от 3 до 60 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли жира, % | $\pm 1,2$ |
| Диапазон измерений массовой доли белка, % | от 5 до 60 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли белка, % | $\pm 0,6$ |
| Диапазон измерений массовой доли влаги, % | от 4 до 45 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги, % | $\pm 0,5$ |
| Диапазон измерений массовой доли сырой клейковины, % | от 19 до 36 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли сырой клейковины, % | ± 3 |
| Диапазон измерений массовой доли золы, % | от 0,5 до 10 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли золы, % | $\pm 0,3$ |

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761 «О внесении изменения в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

Приказ Росстандарта от 29.12.2018 № 2832 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах»

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

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 8.593-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы состава зерна и кормов инфракрасные. Методика поверки
 ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия
 ГОСТ 17299-78 Спирт этиловый технический. Технические условия
 ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
 ГОСТ 32036-2013 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

| Наименование операции | Обязательность проведения операций при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|--|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| Внешний осмотр | да | да | 8 |
| Подготовка к поверке и опробование | да | да | 9 |
| Проверка программного обеспечения | да | да | 10 |
| Проверка метрологических характеристик - абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов зерна, зернопродуктов и комбикормов | да | да | 11.1 |
| - диапазонов измерений | да | нет | 11.2 |
| Подтверждение соответствия метрологическим требованиям | да | да | 12 |

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

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, допускается проведение периодической поверки в сокращенном объеме: для меньшего числа измеряемых величин, с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

| Операции поверки, требующие применения средств поверки | Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|---|--|
| 1 | 2 | 3 |
| Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование | диапазоны измерений температуры и влажности не менее требуемых по п. 4; абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %. | гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04 |
| Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений | стандартные образцы состава зерна, зернопродуктов и комбикормов с аттестованными значениями массовой доли жира от 3 % до 60 %, границами абсолютной погрешности не более $\pm 0,6$ % при $P=0,95$; массовой доли белка от 5 % до 60 %, границами абсолютной погрешности не более $\pm 0,3$ % при $P=0,95$; массовой доли влаги от 4 % до 45 %, границами абсолютной погрешности не более $\pm 0,25$ % при $P=0,95$; массовой доли сырой клейковины от 19 % до 36 %, границами абсолютной погрешности не более $\pm 1,5$ % при $P=0,95$; массовой доли золы от 0,5 % до 10 %, границами абсолютной погрешности не более $\pm 0,1$ % при $P=0,95$ | стандартный образец состава зерна и продуктов его переработки ГСО 9734-2010; стандартный образец массовой доли сырой клейковины в зерне ГСО 10887-2017; стандартные образцы состава комбикормов (набор КК-1 СО УНИИМ) ГСО 11268-2019/ ГСО 11270-2019; стандартные образцы массовой доли жира, белка, влаги в продуктах переработки масличных культур (набор ППМК СО УНИИМ), ГСО 11279-2019/ ГСО 11283-2019; стандартные образцы массовой доли жира, белка, влаги в семенах масличных культур |

Продолжение таблицы 3

| 1 | 2 | 3 |
|--|---|--|
| Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений | | (набор СМК СО УНИИМ), ГСО 11284-2019/ ГСО 11289-2019; стандартные образцы состава крахмала ГСО 11338-2019/ ГСО 11339-2019 |
| | I (специальный) класс точности по ГОСТ OIML R 76-1, дискретность отчета не более 0,1 мг | весы лабораторные электронные LE225D, рег.№ 28158-04 |
| | электрическая муфельная печь, обеспечивающая поддержание температуры (900±25) °С или (550±10) °С; мельница лабораторная; тигли фарфоровые; эксикатор по ГОСТ 25336; спирт этиловый по ГОСТ 32036 или ГОСТ 17299; вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144 | |

6.2 Допускается применение образцов веществ, проанализированных по аттестованным в установленном порядке методикам (методам) измерений, обеспечивающим запас по точности с поверяемым анализатором не менее, чем в полтора раза при условии соблюдения требований к прослеживаемости измерений согласно раздела 1.

6.3 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.4 Допускается использовать при поверке средства измерений, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее - РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

9.3 Подготовить искусственно увлажненные пробы на основе ГСО по таблице 3 в соответствии с Приложением А ГОСТ Р 8.593. Допускается установление аттестованных значений с использованием рабочих эталонов единиц массовой доли влаги.

9.4 Опробование

Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения одного из ГСО или одной из пробы, указанных в таблице 3. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерений выводятся на дисплей анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные отображаются при обращении к подпункту меню анализатора «Instrument Information». Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные | Значение |
|-----------------------------------|----------------|
| Идентификационное наименование ПО | ISIScan NOVA |
| Номер версии ПО | не ниже 10.0.0 |
| Цифровой идентификатор ПО | - |

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов зерна, зернопродуктов и комбикормов

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли жира и массовой доли белка провести с применением не менее двух ГСО по таблице 3, выбранных таким образом, чтобы по каждому показателю было по два значения – в нижней и верхней точке диапазона.

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги в нижней точке диапазона провести с применением одного из ГСО по таблице 3, верхней точке диапазона - с применением искусственно увлажненной пробы на основе одного из ГСО по таблице 3, приготовленной в соответствии с Приложением А ГОСТ Р 8.593.

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли сырой клейковины провести с применением ГСО 10887-2017.

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли золы провести с применением одного образца из набора ГСО 11268-2019/ ГСО 11270-2019 и одного образца из набора ГСО 11338-2019/ ГСО 11339-2019 либо рабочих проб зерна, зернопродуктов и комбикормов, в которых массовая доля золы установлена в соответствии с Приложением А.

Провести не менее трех измерений массовой доли компонентов зерна, зернопродуктов и комбикормов в каждом ГСО (пробе) на анализаторе.

11.2 Проверка диапазонов измерений

Проверку диапазонов измерений провести одновременно с определением характеристик погрешности измерений.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Для каждого ГСО (пробы) рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой доли компонентов зерна, зернопродуктов и комбикормов по формуле

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

где X_{ij} - результат i -го измерения массовой доли компонента зерна, зернопродуктов и комбикормов в j -ом ГСО (пробе) на анализаторе, %;

A_j - аттестованное значение массовой доли компонента зерна, зернопродуктов и комбикормов в j -ом ГСО (пробе), %.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов зерна, зернопродуктов и комбикормов должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению. Нанесение знака поверки на анализатор и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

13.5 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец

Приложение А

(обязательное)

Методика измерений массовой доли золы в пробах зерна, зернопродуктов и комбикормов

Настоящая методика устанавливает процедуру измерений массовой доли золы в пробах зерна, зернопродуктов и комбикормов термогравиметрическим методом.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли золы $\pm 0,05$ % при доверительной вероятности $P=0,95$.

А.1 Метод измерений

Метод основан на озолении навески анализируемой пробы в условиях, определяемых настоящей методикой измерений, и последующем гравиметрическом измерении массы минерального остатка после озоления.

А.2 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам

Весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, дискретность отчета не более 0,1 мг.

Электрическая муфельная печь с хорошей циркуляцией воздуха, снабженная системой контроля температуры и огнеупорной облицовкой, не растрескивающейся при температуре сжигания, обеспечивающая поддержание температуры (900 ± 25) °С или (550 ± 10) °С.

Мельница лабораторная, легко очищаемая и с минимальным объемом зоны застойного воздуха, обеспечивающая быстрый однородный помол.

Тигли фарфоровые.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Спирт этиловый по ГОСТ 32036 или ГОСТ 17299.

А.3 Подготовка к выполнению измерений

А.3.1 Подготовка пробы для испытания

Пробы зерна или продуктов, содержащих целые зерна, перемешивают и делят на части, соответствующие приемному устройству используемой лабораторной мельницы, после чего подготовленные пробы размалывают.

Другие мелко измельченные продукты не требуют дополнительного размола.

А.3.2 Подготовка тиглей для озоления

Очищенные тигли прокалывают при температуре (900 ± 25) °С, поместив их в муфельную печь на 5 мин. Затем тигли охлаждают в эксикаторе при комнатной температуре не более 1 часа, после чего их взвешивают с точностью до 0,0001 г.

А.4 Порядок выполнения измерений

А.4.1 При определении массовой доли золы в пробах зерна и зернопродуктов выполняют следующие основные операции.

От подготовленной и тщательно перемешанной пробы отбирают навески массой $(5,5\pm 0,1)$ г в прокаленные и предварительно взвешенные по А.3.2 тигли. Тигли с навесками взвешивают с отсчетом показаний до 0,0001 г. Навеску распределяют равномерным слоем по дну постукиванием тигля и добавляют в каждый тигель по 1 см³ этанола.

Открытые тигли с навесками помещают у дверцы муфельной печи, предварительно нагретой до температуры сжигания (550 ± 10) °С. Допустимо поставить тигель для озоления в холодную печь и нагревать печь до нужной температуры с тиглем внутри.

После того как навеска обгорит, тигель для озоления ставят в глубину муфельной печи. Закрывают дверцу печи и нагревают печь до (900 ± 25) °С. Продолжают сжигание до полного сгорания продукта, включая углеродные частицы, содержащиеся в остатках, не менее 1 ч.

Как только сжигание завершено, вынимают тигель из печи и ставят в эксикатор для охлаждения. Охлаждают в течение 90 мин и взвешивают с отсчетом показаний до 0,0001 г.

А.4.2 При определении массовой доли золы в пробах комбикормов выполняют следующие основные операции.

От подготовленной и тщательно перемешанной пробы отбирают навески массой $(2,0 \pm 0,1)$ г в прокаленные и предварительно взвешенные по А.3.2 тигли. Тигли с навесками взвешивают с отсчетом показаний до 0,0001 г. Навеску распределяют равномерным слоем по дну постукиванием тигля.

Открытые тигли с навесками помещают у дверцы муфельной печи, предварительно нагретой до температуры сжигания (550 ± 10) °С. Допустимо поставить тигель для озоления в холодную печь и нагревать печь до нужной температуры с тиглем внутри.

После того как навеска обгорит, тигель для озоления ставят в глубину муфельной печи. Закрывают дверцу печи и нагревают печь до (550 ± 10) °С. Продолжают сжигание до полного сгорания продукта, включая углеродные частицы, содержащиеся в остатках, не менее 4 ч.

Как только сжигание завершено, вынимают тигель из печи и ставят в эксикатор для охлаждения. Охлаждают в течение 60 мин и взвешивают с отсчетом показаний до 0,0001 г.

А.4.3 Массовую долю золы, W_A , %, в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$W_A = \frac{(m_3 - m_1) \cdot 100}{m_2 - m_1}, \quad (\text{А.1})$$

где m_1 - масса тигля, г;

m_2 - масса тигля с навеской г;

m_3 - масса тигля с золой после сжигания навески, г.

А.5 Допускается использование других аттестованных в установленном порядке методик, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза.