

**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 – филиал

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



Е.П. Соби́на

15 мая 2023 г.

«ГСИ. Анализаторы зерна, зернопродуктов и комбикормов

SupNIR.

Методика поверки»

МП 24-241-2023

Екатеринбург

2023

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 и.о. зав. лаборатории 241 Гольнец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в мае 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы зерна, зернопродуктов и комбикормов SupNIR. Методика поверки	МП 24-241-2023
--	-----------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы зерна, зернопродуктов и комбикормов SupNIR (далее – анализаторы) производства «FPI, Focused Photonics (HangZhou) Inc», Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 04 июля 2022 г. № 1622, посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, аттестованные значения которых установлены в межлабораторном эксперименте с использованием поверенных весов;

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 Российской Федерации от 19 февраля 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 Российской Федерации от 29 декабря 2018 г. № 2832.

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений массовой доли жира, белка, влаги, сырой клейковины и общей золы в стандартных образцах, а также методом непосредственного сличения с установкой измерительной 1-го разряда массовой доли влаги в твердых веществах.

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, %	$\pm 0,7$
Диапазон измерений массовой доли влаги, %	от 4 до 45
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги, %	$\pm 0,6$
Диапазон измерений массовой доли сырой клейковины, %	от 19 до 36
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли сырой клейковины, %	± 3
Диапазон измерений массовой доли общей золы, %	от 0,3 до 10
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли общей золы, %	$\pm 0,1$

2 Нормативные ссылки

2.1 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1622 от 04 июля 2022 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)»

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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2832 от 29 декабря 2018 г. «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 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

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 средства измерений	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений: - абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов зерна, зернопродуктов и комбикормов;	да	да	11
- диапазонов измерений массовой доли компонентов зерна, зернопродуктов и комбикормов	да	да	
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

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

3.3 Допускается проведение периодической поверки в сокращенном объеме (на меньшем числе измеряемых величин) на основании письменного заявления владельца анализатора.

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 от 5 до 85

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
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Диапазон измерений температуры и влажности не менее требуемого по п. 4 Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %.	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Массовая доля сырой клейковины от 19,0 % до 36,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,6$ % при $p=0,95$	Стандартный образец массовой доли сырой клейковины в зерне ГСО 10887-2017
	Массовая доля влаги от 7,0 % до 18,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,2$ % при $p=0,95$; массовая доля сырого протеина от 10,0 % до 30,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,3$ % при $p=0,95$; массовая доля сырого жира от 1,0 % до 10,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,2$ % при $p=0,95$; массовая доля сырой золы от 1,0 % до 20,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения от $\pm 0,05$ % до $\pm 0,1$ % при $p=0,95$	Стандартные образцы состава комбикормов (набор КК-1 СО УНИИМ) ГСО 11268-2019 / ГСО 11270-2019
	Массовая доля жира (масличность) от 13,0 % до 60,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,2$ % при $p=0,95$; массовая доля белка от 15,0 % до 60,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения от $\pm 0,3$ % до $\pm 0,35$ % при $p=0,95$; массовая доля влаги от 4,0 % до 20,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,2$ % при $p=0,95$	Стандартные образцы массовой доли жира, белка, влаги в семенах масличных культур (набор СМК СО УНИИМ) ГСО 11284-2019 / ГСО 11289-2019
	Массовая доля влаги от 5,0 % до 20,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,2$ % при $p=0,95$; Массовая доля золы от 0,1 % до 1,0 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,02$ % при $p=0,95$	Стандартные образцы состава крахмала (набор КР-1 СО УНИИМ) ГСО 11338-2019 / ГСО 11339-2019
	Весы неавтоматического действия, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления 0,00001 г.	Весы лабораторные электронные LE225D, рег.№ 28158-04

Продолжение таблицы 3

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Проверка метрологических характеристик средства измерений	Рабочие эталоны по государственной поверочной схеме для средств измерений содержания воды, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2832 от 29 декабря 2018 г. – измерительные установки воды (влаги) в твердых и жидких веществах и материалах. Диапазон воспроизведения единиц содержания воды от 0,5 до 80 %. Доверительные границы относительной погрешности от 4,0 до 0,4 % при P= 0,95.	Установка измерительная эталонная 1-го разряда массовой доли влаги в твердых веществах и материалах воздушно-тепловая ЭУТ-1Т, рег.№ 47887-11
	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 другие стандартные образцы, 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

7.1 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 поверки, 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 руководством по эксплуатации (далее – 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 рабочие пробы зерна, зернопродуктов и комбикормов. Установить аттестованные значения массовой доли влаги на измерительной установке – рабочем эталоне по таблице 3 и аттестованные значения золы в соответствии с Приложением А.

9.4 Опробование

Проводят контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

Включить анализатор и запустить программное обеспечение, дождаться процедуры самотестирования и провести пробную процедуру измерения ГСО. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО выводятся на экран персонального компьютера при обращении к соответствующему подпункту меню в ПО «Instrument management» – «Instrument software version». Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	FPI NIR analysis software
Номер версии ПО	не ниже RIMP.P003.V06A.004
Цифровой идентификатор ПО	–

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

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

11.1.1 Определение 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.

Определение абсолютной погрешности измерений массовой доли влаги в нижней точке диапазона провести с применением одного из ГСО по таблице 3, верхней точке диапазона – с применением рабочей пробы зерна, зернопродуктов и комбикормов, в которой значение массовой доли влаги определено на измерительной установке – рабочем эталоне по таблице 3.

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

Определение абсолютной погрешности измерений массовой доли общей 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 рабочей пробы зерна, зернопродуктов и комбикормов, в которой массовая доля золы установлена в соответствии с Приложением А.

11.1.2 Насыпать в кювету ГСО (пробу) таким образом, чтобы не было просветов. Утрамбовать образец в кювете с помощью специального инструмента (он поставляется в комплекте). Поверхность образца должна быть максимально ровной по всему периметру распределения. Поместить кювету с анализируемым образцом под лампу анализатора и запустить прибор с помощью программного обеспечения.

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

11.2 Определение диапазонов измерений массовой доли компонентов зерна, зернопродуктов и комбикормов.

Определение диапазонов измерений массовой доли компонентов зерна, зернопродуктов и комбикормов провести одновременно с определением абсолютной погрешности измерений массовой доли компонентов зерна, зернопродуктов и комбикормов по п.11.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для каждого результата измерений, полученного по 11.1, рассчитать абсолютную погрешность (Δ_{ij} , %) 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 (расчетное) 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.

12.2 Полученные значения диапазонов 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.


13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодными к дальнейшей эксплуатации.

13.5 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.

13.6 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. Гольнец

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 см^3 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.