

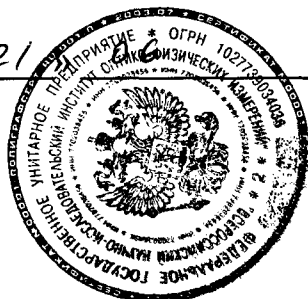
СОГЛАСОВАНО

Приложение А
К Руководству по эксплуатации

Руководитель ГЦИ СИ,
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»


_____ Н.П. Муравская

«21» _____ 2007 г.



РЕФРАКТОМЕТРЫ РУЧНЫЕ
MASTER-ALPHA, MASTER-T, MASTER-M
MASTER-2ALPHA, MASTER-2T, MASTER 2M

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

35287-07

Главный метролог

ФГУП «ВНИИОФИ»


_____ В.П. Кузнецов

«__» _____ 2007 г.

Начальник лаборатории М-22

ФГУП «ВНИИОФИ»


_____ Г.Г. Левин

«__» _____ 2007 г.

Начальник сектора

лаборатории М-22

ФГУП «ВНИИОФИ»


_____ Г.Н. Вишняков

«__» _____ 2007 г.

2007

Настоящая методика поверки распространяется на рефрактометры ручные Master-alpha, Master-T, Master-M, Master-2alpha, Master-2T, Master-2M (далее рефрактометры), фирмы Atago Co., Ltd, Япония и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Диапазоны измерений рефрактометров:

	Master-alpha, Master-T, Master-M	Master-2alpha, Master-2T, Master-2M
Диапазоны измерения по Международной сахарной шкале Brix	0,0 ÷ 32,0 %	28,0 ÷ 62,0 %

Межповерочный интервал – 1 год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны производиться операции, указанные в таблице 1, и применяться средства, указанные в таблице 2.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Внешний осмотр	7.1	да	да
2. Опробование	7.2	да	да
3. Проверка диапазона измерений	7.3.1 7.4.1	да	да
4. Определение метрологических характеристик рефрактометров	8	да	да
5. Оформление результатов поверки	9	да	да

2 Средства поверки

Таблица 2

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
7.2.2	Вода, очищенная с удельной электропроводностью не более 0,2 мкСм×см
7.3.2	<ul style="list-style-type: none"> - Набор жидких мер показателя преломления РЖЭ-1, № 24513-03 в Государственном реестре средств измерений. Диапазон значений величины показателя преломления n_D 1,38775 ÷ 1,65844, границы абсолютной погрешности результата измерений $\pm 0,00003$ - Сахароза химически чистая - Раствор медицинский антисептический

Допускается применение иных средств поверки отечественного или зарубежного производства, обеспечивающих необходимые метрологические характеристики и разрешенные к применению на территории РФ в установленном порядке.

3 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

- измеряемая жидкость из набора жидких мер показателя преломления РЖЭ-1 не должна попадать на руки;
- закончив работу, вымыть руки с мылом;
- все работы проводить в хорошо проветриваемых помещениях;
- после окончания измерений удалить жидкость с поверхность измерительной призмы сначала салфеткой, смоченной раствором медицинским антисептическим, а затем сухой салфеткой.

4 Требования по квалификации поверителей

Поверку рефрактометров проводит персонал, ознакомленный с «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей» и аттестованный в качестве поверителей в соответствии с ПР 50.2.012-94.

5 Условия поверки

Все операции поверки проводятся (если условия не оговорены особо) при следующих условиях:

- | | |
|---|----------------------|
| - температура окружающей среды, °С | 20 ± 5 |
| - относительная влажность, % | 65 ± 15 |
| - атмосферное давление, кПа (мм. рт. ст.) | 84 ÷ 107 (630 ÷ 800) |

6 Подготовка к поверке

6.1 Перед проведением поверки рефрактометра должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- изучить Руководство по эксплуатации рефрактометра и настоящую методику;
- подготовить рабочие места в соответствии с руководством по эксплуатации рефрактометра.

6.2 Для поверки рефрактометров Master-alpha, Master-T и Master-M приготовить аттестованные жидкости - контрольные растворы сахарозы согласно Приложению А

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть проверено:

- отсутствие механических повреждений на металлических деталях рефрактометра;

- отсутствие на поверхностях измерительной и осветительной призм царапин и выколок;
- состояние и четкость маркировок;
- комплектность рефрактометра должна соответствовать п. 1 Руководства по эксплуатации.

При отрицательных результатах внешнего осмотра дальнейшие операции поверки не производятся.

7.2 Опробование

7.2.1 Подготовьте рефрактометр к работе, согласно руководству по эксплуатации.

7.3 Определение (контроль) метрологических характеристик рефрактометров Master-alpha, Master-T и Master-M

7.3.1 Проверка диапазонов измерений рефрактометров совмещается с выполнением п. 7.3.4 данной методики поверки.

7.3.2 В соответствии с п. 2 Руководства по эксплуатации выполнить пять измерений значения концентрации аттестованных жидкостей - растворов сахарозы для каждого раствора.

7.3.3 Определить среднее арифметическое отклонение \bar{c} из измеренных значений c_i по формуле:

$$\bar{c} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k c_i, \quad (1)$$

где $i = 1, 2, \dots, k$ – номер измерения,

$k = 5$ – количество измерений.

7.3.4 Выполнить операции по п.п. 7.3.3 – 7.3.4 для каждой аттестованной жидкости – контрольного раствора сахарозы, приведенных в Приложении А.

7.4 Определение (контроль) метрологических характеристик рефрактометров Master-2alpha, Master-2T и Master-2M

7.4.1 Проверка диапазонов измерений рефрактометров совмещается с выполнением п. 8.3.4 методики поверки.

7.4.2 В соответствии с п. 2 Руководства по эксплуатации выполнить пять измерений величины концентрации по шкале % Вг/л жидких мер показателя преломления РЖЭ-1.

7.4.3 Определить среднее арифметическое отклонение \bar{c} из измеренных значений c_i по формуле:

$$\bar{c} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k c_i, \quad (1)$$

где $i = 1, 2, \dots, k$ – номер измерения,

$k = 5$ – количество измерений.

7.4.4 Выполнить операции по п.п. 7.4.2 – 7.4.3 для следующих жидкостей набора РЖЭ-1: n-гептан, циклогексан, 1,2-дихлорэтан.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Вычислить абсолютную погрешность результата измерений по формуле:

$$\Delta = \bar{c} - c_0, \quad (2)$$

где c_0 – значение показателя преломления меры, указанное в свидетельстве о поверке на набор жидких мер показателя преломления РЖЭ-1 и в свидетельстве на аттестованную смесь – раствор сахарозы.

\bar{c} – среднее арифметическое из измеренных значений.

8.2 Результаты поверки считаются положительными, если для всех жидкостей абсолютная погрешность результата измерения величины показателя преломления Δ не превышает $\pm 0,2 \% V_{\text{rix}}$.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки рефрактометра заносят в протокол по прилагаемой форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке.

9.3 Отрицательные результаты поверки оформляются извещением о непригодности с указанием причин. Эксплуатация рефрактометра при этом не допускается.

**Методика приготовления
Аттестованных смесей – растворов сахарозы**

1. Назначение и область применения

Смеси аттестованные – растворы сахарозы (далее по тексту – АСРС) предназначены для поверки рефрактометров ручных Master-alpha, Master-T и Master-M.

2. Метрологические характеристики АСРС

Наименование аттестованной смеси	Концентрация сахарозы, %Brix	Неопределенность аттестованного значения, %Brix
АСРС – 1	1	± 0,0012
АСРС – 10	10	± 0,0006
АСРС – 30	30	± 0,0006

3. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы**3.1. Средства измерений**

- весы лабораторные ГОСТ 24104-2001, класс специальный (I)
- дозатор пипеточный ДПОП-1-1000-5000, диапазон дозирования 1÷5мл, относительная погрешность дозирования 1%.
- термометр для специальных поверочных лабораторий ТЛ-18, диапазон измерений 8÷38 °С, цена деления 0,1 °С.

3.2. Вспомогательные материалы

- Стакан ВН-100
- Колба коническая КН-2-100-22 ТХС

3.3. Реактивы

- вода очищенная с удельной электропроводностью не более 0,2 мкСм×см.
- сахароза, «ХЧ», ГОСТ 5833-75

4. Процедура приготовления

- 4.1. Определить температуру поверки.
- 4.2. Приготовить очищенную воду с удельной электропроводностью не более 0,2 мкСм×см в соответствии с руководством по эксплуатации установки очистки воды.
- 4.3. Взвесить пустую коническую колбу объемом 100 см³, затем поместить в нее 50 мл очищенной воды и взвесить колбу с водой. Массу воды рассчитать по разности результатов взвешивания полной и пустой колбы.
- 4.4. Навеску сахарозы (Таблица 1) поместить в колбу с водой и растворить сахарозу при перемешивании.

Таблица 1

Наименование аттестованной смеси	Навеска сахарозы, г
АСРС – 1	0,50
АСРС – 10	5,56
АСРС – 30	21,43

- 4.5. Рассчитать массовую концентрацию раствора сахарозы (%Brix) при температуре проведения поверки по формуле:

$$\%Brix = \frac{100 \times M_{сах} \times m}{M_{сах} + M_{H_2O}}, \%$$

где: m – массовая доля сахарозы в химическом реактиве, указанная в паспорте.

5. Расчет метрологических характеристик АСРС.

5.1. Расчет неопределенности, обусловленной погрешностью определения массовой доли сахарозы.

5.1.1. В соответствии с ГОСТ 5833-75 массовая доля сахарозы, указанная в паспорте на химический реактив, приведена с величиной неопределенности 0,05%. Таким образом, вклад погрешности определения массовой доли сахарозы в исходном реактиве составляет:

$$\frac{0,0005}{\sqrt{3}} = 0,0003$$

5.2. Расчет неопределенности, обусловленной методикой приготовления растворов сахарозы.

5.2.1. Раствор сахарозы готовится путем растворения навески сахарозы в навеске очищенной воды. Поскольку взвешивание производилось по разности весов (общего и тары), то систематическое смещение весов нулевой точки весов компенсируется и его вклад в неопределенность не учитывается. Взвешивание производится в небольшом диапазоне, поэтому неопределенностью от изменения чувствительности весов можно пренебречь.

Пределы допускаемой погрешности весов специального (I) класса составляет $\pm 0,5$ мг.

5.2.2. Исходя из рекомендаций производителей весов, используем прямоугольное распределение для пересчета вклада нелинейности (допустимая погрешность) в стандартную неопределенность.

Соответственно вклад нелинейности равен: $\frac{0,5}{\sqrt{3}}$ мг

5.2.3. Этот вклад следует учесть четырежды, так как две раза взвешивается тара и два раза взвешивается тара с навеской, результаты взвешивания являются независимыми наблюдениями, а эффекты нелинейности некоррелированы. Таким образом, стандартная неопределенность, обусловленная методикой приготовления растворов

сахарозы равна:

$$u(\%Brix) = \sqrt{4 \times \left(\frac{0,5}{\sqrt{3}}\right)^2} = \sqrt{\frac{4 \times 0,25}{3}} = 0,577 \text{ мг}$$

5.2.4. Или в относительном виде:

Для смеси АСРС-1: $\frac{0,577}{1 \times 1000} = 0,0006$

Для смеси АСРС-10: $\frac{0,577}{10 \times 1000} = 0,00006$

Для смеси АСРС-30: $\frac{0,577}{30 \times 1000} = 0,00002$

5.3. Суммарная неопределенность

Суммарная неопределенность составляет:

Для смеси АСРС-1: $\sqrt{(0,0006)^2 + (0,0003)^2} = 0,0006$,

Для смеси АСРС-10: $\sqrt{(0,00006)^2 + (0,0003)^2} = 0,0003$,

Для смеси АСРС-30: $\sqrt{(0,00002)^2 + (0,0003)^2} = 0,0003$.

5.4. **Расширенная неопределенность** вычисляется умножением суммарной стандартной неопределенности на коэффициент охвата, равный 2. В данном случае суммарная стандартная неопределенность равна неопределенности, обусловленной нелинейностью характеристики весов. Таким образом:

Для смеси АСРС-1: $0,0006 \times 2 = 0,0012$ мг/дм³
Для смеси АСРС-10: $0,0003 \times 2 = 0,0006$ мг/дм³
Для смеси АСРС-30: $0,0003 \times 2 = 0,0006$ мг/дм³

6. Требования безопасности

Аттестованные смеси готовит научный сотрудник, инженер или лаборант с образованием не ниже среднего технического, имеющий навык работы в химической лаборатории.

8. Требования к упаковке и маркировке

Аттестованные смеси разливают в чистые полиэтиленовые (полипропиленовые, фторопластовые) банки с завинчивающейся крышкой. На банку наклеивают этикетку с указанием наименования аттестованной смеси, аттестованного значения уровня загрязненности солью поверхности, даты приготовления и срока годности аттестованной смеси.

9. Условия хранения

Аттестованные смеси не хранятся, готовятся непосредственно перед проведением поверки и повторному использованию не подлежат.

ПРОТОКОЛ

от «__» _____ 200__ г.

1. Общие данные о поверяемом средстве измерения:

- наименование
- тип
- заводской номер
- владелец средства измерения (наименование предприятия, адрес, ИНН/КПП)
- заказчик (наименование предприятия, адрес, ИНН/КПП)

2. Метрологические характеристики.

абсолютная погрешность результата измерения величины показателя преломления.

3. Условия поверки:

- температура окружающего воздуха
- атмосферное давление
- относительная влажность воздуха

4. Замечания по внешнему осмотру.

5. Результаты поверки.

Таблица 3

Прибор \ Жидкость			
	n =	n =	n =
Среднее арифметическое значение			
Абсолютная погрешность			

Поверка проведена в соответствии с Методикой поверки рефрактометра ручного Master - _____ (модель рефрактометра).

По результатам поверки средство измерения признано пригодным к применению (или непригодным – указать причину) в качестве рабочего средства измерения.

Срок очередной поверки _____
 Проверку проводил _____
 Дата _____