

СОГЛАСОВАНО

Приложение А  
к Руководству по эксплуатации

Руководитель ГЦИ СИ,  
Заместитель директора  
ФГУП ВНИИОФИ

  
Н.П. Муравская

« 04 »

2006г.




РЕФРАКТОМЕТРЫ АВТОМАТИЧЕСКИЕ ЦИФРОВЫЕ

RX-007alpha, RX-5000alpha,

RX-5000alpha-bev, RX-9000alpha

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Начальник отдела метрологии  
ФГУП ВНИИОФИ

  
Ю.А.Торопов

« 04 » 05 2006 г.

Начальник отдела М-22  
ФГУП ВНИИОФИ

  
Г.Г.Левин

« 04 » 05 2006 г.

Начальник сектора  
лаборатории М-22  
ФГУП ВНИИОФИ

  
Г.Н.Вишняков

« 04 » 05 2006 г.

2006

Настоящая методика распространяется на рефрактометры автоматические цифровые RX-007alpha, RX-5000alpha, RX-5000alpha-bev, RX-9000alpha (далее рефрактометры), фирмы Atago Co., Ltd, Япония, предназначенные для:

- RX-007alpha для измерения концентрации сахарозы в водных растворах сахарозы по шкале Brix в диапазоне от 0,000 до 5,000 %.
- RX-5000alpha, RX-5000alpha-bev для измерения показателя преломления жидкостей nD в диапазоне от 1,38775 до 1,50107 и концентрации сахарозы в водных растворах сахарозы по шкале Brix в диапазоне от 0,00 до 84,00 %.
- RX-9000alpha для измерения показателя преломления жидкостей nD в диапазоне от 1,38775 до 1,65844 и концентрации сахарозы в водных растворах сахарозы по шкале Brix в диапазоне от 0,00 до 84,00 %.

Межповерочный интервал – 1 год.

## 1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны производиться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Внешний осмотр	6.1	да	да
2. Опробование	6.2	да	да
3. Проверка диапазонов измерений	6.3	да	да
4. Определение абсолютных погрешностей рефрактометров	6.4-6.5	да	да
5. Оформление результатов поверки	7	да	да

## 2 Средства поверки

2.1 Средство поверки:

Набор жидких мер показателя преломления РЖЭ-1, № 24513-03 в Государственном реестре средств измерений. Диапазон значений показателя преломления nD  $1,387750 \div 1,658443$ , границы абсолютной погрешности результата измерения показателя преломления  $\pm 0,00003$ . Диапазон значений величины концентрации сахарозы по шкале Brix  $33,68 \div 83,93$  % Brix границы абсолютной погрешности результата измерений величины концентрации сахарозы  $\pm 0,02\% \text{Brix}$ .

Аттестованные жидкости – растворы сахарозы (Приложение А).

**2.2** 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 по безопасности и квалификации персонала**

**3.1** Поверку рефрактометров проводит персонал, ознакомленный с “Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей” и аттестованный в качестве поверителей в соответствии с ПР 50.2.012-94.

### **4 Условия проведения поверки**

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

- |   |                      |
|---|----------------------|
| - температура окружающей среды, °С        | 20 ± 5               |
| - относительная влажность, %              | 65 ± 1 5             |
| - атмосферное давление, кПа (мм. рт. ст.) | 84 ÷ 107 (630 ÷ 800) |

### **5 Подготовка к поверке**

**5.1** Перед проведением поверки прибора 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 Проведение поверки**

#### **6.1 Внешний осмотр**

**6.1.1** При проведении внешнего осмотра должно быть проверено:

- отсутствие механических повреждений;
- наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения;
- чистота гнезд, разъемов и клемм;
- состояние соединительных кабелей;
- состояние и четкость маркировок.

При отрицательных результатах внешнего осмотра дальнейшие операции поверки не производятся.

#### **6.2 Опробование**

**6.2.1** Включить рефрактометр.

**6.2.2** Установить режим работы рефрактометра в соответствии с п.10 руководства по эксплуатации.

**6.2.3** Выполнить установку нуля в соответствии с п.12 (1) Руководства по эксплуатации.

**6.2.4** При отрицательных результатах опробования дальнейшие операции поверки не производятся.

### **6.3 Проверка диапазонов измерений**

Для рефрактометров RX-5000alpha, RX-5000alpha-bev и RX-9000alpha проверка диапазонов измерений показателя преломления совмещается с выполнением п. 6.4 методики поверки. Для рефрактометров RX-007alpha проверка диапазонов совмещается с выполнением п.6.5 методики поверки.

### **6.4 Определение абсолютных погрешностей рефрактометров RX-5000alpha, RX-5000alpha-bev, RX-9000alpha**

**6.4.1** В соответствии с выбранным режимом работы прибора выполнить пять измерений показателя преломления жидких мер согласно п. 12 (2) руководства по эксплуатации.

**6.4.2** Определить среднее арифметическое  $\bar{n}$  из измеренных значений показателя преломления  $n_i$  по формуле:

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

где  $i = 1, 2, \dots, k$  - номер измерения,  
 $k=5$  – количество измерений.

**6.4.3** Вычислить абсолютную погрешность результата измерения по формуле:

$$\Delta_1 = \bar{n} - n_0, \quad (2)$$

где  $n_0$  – значение показателя преломления жидкости, указанное в свидетельстве о поверке на набор жидких мер показателя преломления РЖЭ-1.

$\bar{n}$  - среднее арифметическое из измеренных значений показателя преломления.

**6.4.4** Выполнить операции по п.п. 6.4.1 - 6.4.4 для трех жидких мер показателя преломления из набора РЖЭ-1, приведенных в таблице 2.

Рефрактометр	Жидкие меры показателя преломления
RX-5000alpha, RX-5000alpha-bev	n-Гептан
	Циклогексан, 1,2-дихлорэтан, Четыреххлористый углерод (одна на выбор)
	Бензол
RX-9000alpha	n-Гептан
	Циклогексан, 1,2-дихлорэтан, Четыреххлористый углерод, Бензол (одна на выбор)
	α-бромнафталин

**6.4.5** Результаты поверки считаются положительными, если для всех жидкостей абсолютная погрешность результата измерения  $\Delta_1$  не превышает:

для рефрактометров RX-5000alpha, RX-5000alpha-bev  $\pm 0,00005$

для рефрактометров RX-9000alpha  $\pm 0,0001$

### 6.5 Определение абсолютной погрешности рефрактометра RX-007alpha

**6.5.1** Приготовить аттестованные жидкости - контрольные растворы сахарозы согласно Приложению А.

**6.5.2** Согласно п. 12(2) руководства по эксплуатации для выбранного режима работы прибора установить шкалу  $Brix$  и выполнить пять измерений значения концентрации аттестованных жидкостей - растворов сахарозы для каждого раствора.

**6.5.3** Определить среднее арифметическое  $\bar{c}$  из измеренных значений концентрации растворов сахарозы  $c_i$  по формуле:

$$\bar{c} = \frac{\sum_{i=1}^k c_i}{k}, \quad (3)$$

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

$k=5$  – количество измерений.

**6.5.4** Вычислить абсолютную погрешность результата измерения по формуле:

$$\Delta_2 = \bar{c} - c_0, \quad (4)$$

где  $c_0$  – значение концентрации сахарозы аттестованных жидкостей, согласно приложению А,

$\bar{c}$  - среднее арифметическое из измеренных значений концентрации сахарозы.

**6.5.5** Результат поверки считается положительным, если абсолютная погрешность результатов измерения  $\Delta_2$  не превышает  $\pm 0,03 \% Brix$ .

## **6 Оформление результатов поверки**

**7.1** Результаты поверки рефрактометра заносят в протокол по прилагаемой форме.

**7.2** Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке.

**7.3** 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 автоматических цифровых RX-007alpha.

**2. Метрологические характеристики АСРС**

Наименование аттестованной смеси	Концентрация сахарозы, %Brix	Неопределенность аттестованного значения, %Brix
АСРС – 1	0,1	± 0,0230
АСРС – 2	1	± 0,0024
АСРС – 3	5	± 0,0008

**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<sup>0</sup>С, цена деления 0,1<sup>0</sup>.

**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 см<sup>3</sup>, 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	0,05
АСРС – 2	0,5
АСРС – 3	2,5

- 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 приготавливается 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:

$$\text{Для смеси АСРС-1: } \frac{0,577}{0,05 \times 1000} = 0,01154$$

$$\text{Для смеси АСРС-2: } \frac{0,577}{0,5 \times 1000} = 0,001154$$

$$\text{Для смеси АСРС-3: } \frac{0,577}{2,5 \times 1000} = 0,0002308$$

### 5.3. Суммарная неопределенность

Суммарная неопределенность составляет

$$\text{Для смеси АСРС-1: } \sqrt{(0,01154)^2 + (0,0003)^2} = 0,0115$$



$$\text{Для смеси АСРС-2: } \sqrt{(0,001154)^2 + (0,0003)^2} = 0,0012$$

$$\text{Для смеси АСРС-3: } \sqrt{(0,0002308)^2 + (0,0003)^2} = 0,0004$$

- 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:

$$\text{Для смеси АСРС-1: } 0,0115 \times 2 = 0,0230 \text{ мг/дм}^3$$

$$\text{Для смеси АСРС-2: } 0,0012 \times 2 = 0,0024 \text{ мг/дм}^3$$

$$\text{Для смеси АСРС-3: } 0,0004 \times 2 = 0,0008 \text{ мг/дм}^3$$

**6. Требования безопасности**

Типовые требования безопасности при работе в химической лаборатории

**7. Требования к квалификации исполнителей**

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 проверки 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 показателя преломления / абсолютная погрешность результата измерения величины концентрации сахарозы по шкале Brix %.

3. Условия поверки:

- температура окружающего воздуха
- атмосферное давление
- относительная влажность воздуха

4. Замечания по внешнему осмотру.

5. Результаты поверки.

Таблица 3

Жидкость $n_D$						
	$n_D$	Brix%	$n_D$	Brix%	$n_D$	Brix%
Прибор						
Среднее арифметическое значение						
Абсолютная погрешность						

Поверка проведена в соответствии с Методикой поверки мер рефрактометра автоматического цифрового \_\_\_\_\_ (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 \_\_\_\_\_