

**Международная Организация Законодательной Метрологии
(МОЗМ)**

**МЕЖДУНАРОДНАЯ РЕКОМЕНДАЦИЯ
MP 142**

**Рефрактометры автоматизированные:
Методы и средства поверки**

2008

Предисловие

Международная Организация Законодательной Метрологии (МОЗМ) – всемирная межправительственная организация, главная цель которой согласовывать правила и метрологический контроль, применяемые национальными метрологическими службами или имеющими к ним отношение организациями Стран-Членов МОЗМ. Главные типы публикаций МОЗМ, которые существуют:

- Международные Рекомендации (МОЗМ Р), которые являются типовыми правилами, устанавливающими метрологические характеристики, требующие определенных средств измерений и которые устанавливают методы и средства для проверки их согласованности. Страны-Члены МОЗМ должны применять эти Рекомендации в наибольшей возможной степени;
- Международные Документы (МОЗМ Д), которые, в принципе, являются информативными и предназначены для гармонизации и улучшения работы в области законодательной метрологии;
- Международные Руководства (МОЗМ Р), которые, в принципе, также являются информативными и предназначены для того, чтобы дать руководящие указания по применению некоторых требований законодательной метрологии; и
- Международные Основные Публикации (МОЗМ ОП), которые определяют правила действия различных структур и систем МОЗМ.

Проекты Рекомендаций, Документов и Руководств разрабатываются Техническими Комитетами и Подкомитетами, которые формируются из представителей Стран-Членов. Некоторые международные и региональные организации также участвуют на консультативной основе. Соглашения о сотрудничестве были установлены между МОЗМ и некоторыми организациями, такими как ИСО и МЭК с целью избежать противоречивых требований. Следовательно, изготовители и пользователи средств измерений, испытательных лабораторий и т.д. могут одновременно применять публикации МОЗМ и публикации других организаций.

Международные Рекомендации, Документы и Руководства и Основные Публикации публикуются на английском (Е) языке, переводятся на французский (F) и периодически пересматриваются.

Кроме того, МОЗМ публикует и участвует в публикации **Словарей (МОЗМ С)** и периодически поручает экспертам в области законодательной метрологии написать **Экспертные Отчеты (МОЗМ Э)**. Экспертные Отчеты имеют целью обеспечить информацией и советом, а также изложить исключительно точку зрения их авторов, не вовлекая Технический Комитет или Подкомитет, ни МКЗМ. Таким образом, они не обязательно представляют точку зрения МОЗМ.

Настоящая публикация – Рекомендация МОЗМ Р 142, Издание 2008 г., - была разработана Техническим Комитетом ТК 17/ПК 2 «Сахариметрия». Она была одобрена для окончательной публикации Международным Комитетом Законодательной Метрологии в 2008 году.

Публикации МОЗМ можно загрузить с сайта МОЗМ в формате PDF-файлов. Дополнительную информацию по Публикациям МОЗМ можно получить в штаб-квартире Организации:

Bureau International de Métrology Légale: 11, rue Turgot – 75009 Paris – France
Telephone: 33 (0) 1 48 78 12 82 Fax: 33 (0) 1 42 82 17 27

E-mail: biml@oiml.org; Internet: www.oiml.org

ОГЛАВЛЕНИЕ

1	Область применения	4
2	Терминология	5
3	Классификация	5
4	Единицы измерения	8
5	Метрологические требования	10
6	Технические требования	11
7	Поверка	11
8	Оформление результатов поверки	16
	Приложение 1. Технические и метрологические характеристики наиболее распространенных типов рефрактометров	17
	Приложение 2. Длины волн и соответствующие им линии спектра химических элементов	19
	Приложение 3. Значение показателей преломления рефрактометрических жидкостей для поверки рефрактометров.	20
	Приложение 4. Международная шкала показателей преломления	21
	Приложение 5 Поправка на массовую фракцию к рефрактометрическим таблицам для растворов сахарозы	23
	Приложение 6 Терминология	24
	Приложение 7 Методика приготовления контрольных растворов сахарозы	25
	Приложение 8 Отчет о поверке	27

Рефрактометры автоматизированные

Методы и средства поверки

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящая рекомендация распространяется на рабочие автоматизированные рефрактометры с питанием от электрической сети или батареек, вновь изготовленные, находящиеся в эксплуатации и выходящие из ремонта.

1.2. Положение настоящей рекомендации устанавливают методы и средства поверки рабочих автоматизированных рефрактометров, применяемых для определения относительного показателя преломления жидкостей, твердых тел и их дисперсии, а также величин, функционально связанных с показателем преломления, например, массовой доли растворов.

1.3. Назначение и преимущественная область применения рабочих автоматизированных рефрактометров приведены в таблице 1 (справочное Приложение 1).

1.4. Рабочие автоматизированные рефрактометры, основанные на интерференционном и гониометрическом методе для измерения состава жидких сред по разности показателей преломления между контролируемым раствором и эталонным раствором, а также специализированные рефрактометры не являются предметом настоящей рекомендации.

Примечание: Положения настоящей Рекомендации не затрагивают Рекомендации МОЗМ R124 «Рефрактометры для измерения содержания сахара в виноградном сусле».

2. ТЕРМИНОЛОГИЯ

2.1 Рефрактометры

Средства измерения показателя преломления. Если они имеют другую или дополнительную шкалу, градуированную в единицах доли растворимых сухих веществ в водных растворах, принятую международными организациями, например, международную шкалу массовой доли сахарозы, %_{мас} (Brix), то такие рефрактометры должны быть снабжены пересчетной таблицей в значения показателя преломления.

2.2 Рабочие автоматизированные рефрактометры

Приборы, в которые измеряемые пробы вводятся либо вручную, либо автоматически, либо в постоянном режиме в зависимости от технологического процесса.

2.3 Рабочие автоматизированные рефрактометры могут быть оборудованы встроенным микропроцессором с выводом измерительной информации на дисплей, а также соединены с вторичным показывающими блоками, печатающими устройствами и другими вспомогательными средствами, в том числе персональной ЭВМ.

2.4 Основные метрологические термины, использованные в Рекомендации, приведены в Приложении 6.

3. КЛАССИФИКАЦИЯ

3.1. Технические и метрологические характеристики наиболее распространенных рефрактометров приведены в таблице 1 (справочное Приложение 1).

3.2. Рефрактометры для измерения показателя преломления подразделяют на следующие типы:

3.2.1. Рефрактометры Пульфриха с V – образной призмой, основанные на измерении угла отклонения β_λ преломленного пучка лучей, проходящего через систему призм из испытуемого образца (а) и измерительной призмы (в) (рис. 1).

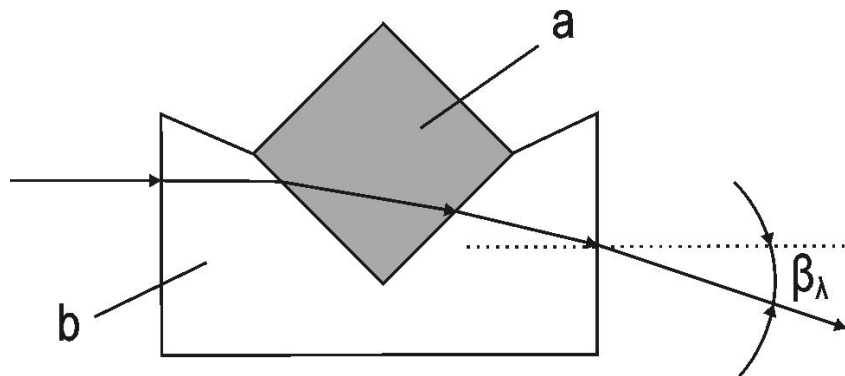


Рис 1.

3.2.1.1. Показатель преломления $n(\lambda)$ испытуемого образца (а) для длины волны λ рассчитывают по формуле:

$$n(\lambda) = \sqrt{N_\lambda^2 + \sin \beta_\lambda \sqrt{N_\lambda^2 - \sin^2 \beta_\lambda}} \quad (1)$$

где: N_λ - показатель преломления измерительной призмы для длины волны λ ;

β_λ - угол между выходящим лучом и нормалью к входной поверхности измерительной призмы.

3.2.1.2. Испытуемый образец должен иметь форму прямоугольного параллелепипеда со стороной сечения не менее 17 мм.

Толщина образца должна быть от 4 до 20 мм в зависимости от прозрачности материала и интенсивности излучения источника.

Угол между рабочими гранями образца должен быть $90^\circ \pm 1'$.

3.2.2. Рефрактометры, измеряющие показатель преломления методом полного внутреннего отражения (рефрактометры ПВО), основанные на определении критического угла полного внутреннего отражения при отражении света от границы измеряемого образца, находящиеся в контакте с измерительной призмой, обладающей по сравнению с измеряемым образцом большим показателем преломления или при скользющем падении пучка лучей на эту границу.

3.2.3. Рефрактометры ПВО в зависимости от конструкции подразделяют на следующие исполнения:

3.2.3.1. Рефрактометры типа Пульфриха.

Для определения показателя преломления $n(\lambda)$ измеряют предельный угол $i(\lambda)$ выхода луча из измерительной призмы, (b).

В рефрактометре типа Пульфриха используют свет с линейчатым спектром. Применяются сменные измерительные призмы с преломляющим углом $\chi=90^\circ$ (рис. 2), а также с преломляющим углом 60° .

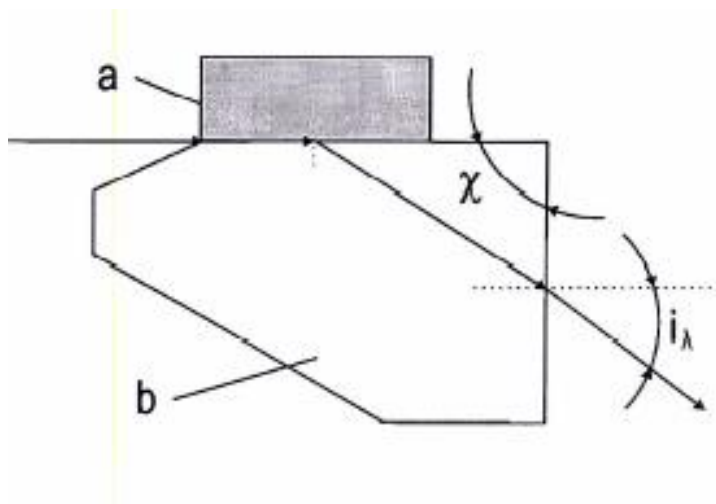


Рис.2

3.2.3.1.1. Показатель преломления $n(\lambda)$ испытуемого образца (a) для преломляющего угла измерительной призмы (b), равного 90° , рассчитывают по формуле:

$$n(\lambda) = \sqrt{N_\lambda^2 - \sin^2 i_\lambda} \quad (2)$$

где: N_λ - показатель преломления измерительной призмы (b) для длины волны λ .

i_λ - угол между выходящим лучом и нормалью к входной поверхности измерительной призмы.

3.2.3.1.2. Испытуемый образец (a) должен иметь форму прямоугольной пластины размерами не менее 15x15x4 мм.

Угол между рабочими гранями образца должен быть равен $90^\circ \pm 10'$. Фаски и выколки на ребре прямого угла не допускаются.

Допуск плоскостности рабочих поверхностей испытуемого образца (a) должен составлять не более 2-х интерференционных полос на 1 см с местным отклонением до 0,5 интерференционной полосы.

Поверхности рабочих граней должны быть отполированы. Параметр шероховатости $R_z \leq 0,05$ мкм.

В рабочем объеме образца не должно быть скоплений пузырей и включений.

Иммерсионная жидкость, используемая для притирки образца, должна иметь показатель преломления больше показателя преломления испытуемого образца (а), но не больше показателя преломления измерительной призмы (в).

3.2.3.2. Рефрактометры типа Аббе.

Рефрактометр типа Аббе, имеет измерительную призму (b) с преломляющим углом φ , равным примерно 60° (рис. 3) .

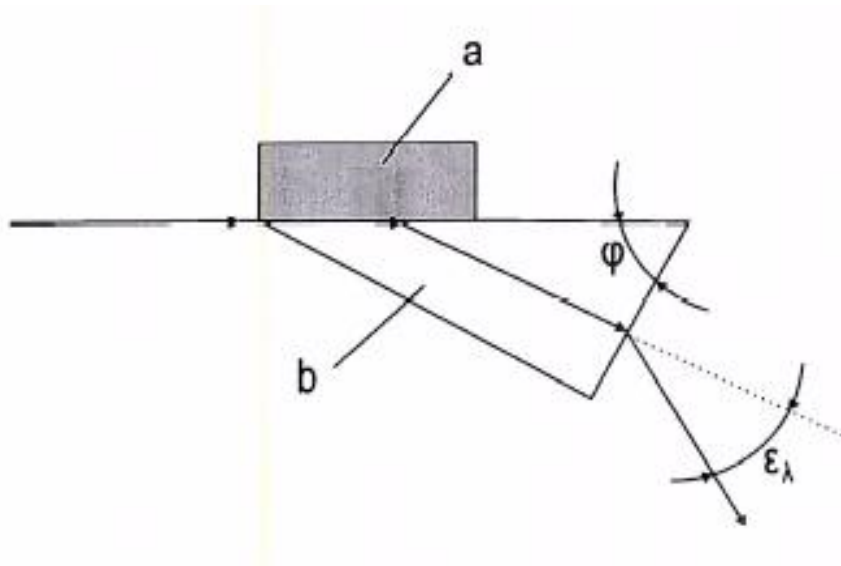


Рис.3

Рефрактометр Аббе снабжен осветительной призмой и дополнительной системой компенсирующих призм, что позволяет производить измерения в белом свете (дневном или электрическом свете).

3.2.3.2.1. Показатель преломления $n(\lambda)$ испытуемого образца (а) для длины волны λ рассчитывают по формуле:

$$n(\lambda) = \sin \varphi \sqrt{N_\lambda^2 - \sin^2 \varepsilon_\lambda} + \cos \varphi \sin \varepsilon_\lambda \quad (3)$$

где : φ - угол преломления измерительной призмы,

N_λ - показатель преломления измерительной призмы,

ε_λ - предельный угол выхода луча.

3.2.3.3. Погружные рефрактометры.

Измерительные элементы погружных рефрактометров имеет форму косо срезанного цилиндра (призма типа Аббе) или цилиндрического стержня (из сапфира), один торец которого плоский, а другой сферический. При погружении в исследуемую жидкость полное внутреннее отражение испытывают только те лучи, которые падают на поверхность раздела жидкости и измерительного элемента под углом больше критического. Обусловленная этим эффектом зависимость сигнала

фотодиода от значения критического угла позволяет рассчитать показатель преломления анализируемой жидкости.

3.2.3.4. Рефрактометры нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО).

Рефрактометры, измеряющие показатель преломления методом НПВО, основанным на определении энергетических или поляризационных характеристик света, отраженного от границы исследуемой среды и измерительного элемента.

4. ЕДИНИЦЫ ИЗМЕРЕНИЯ

4.1. Показатель преломления (N) какой либо среды определяется отношением скорости распространения света в вакууме «с» к скорости распространения света в среде « v » и называется абсолютным показателем преломления. Это безразмерная физическая величина:

$$N = \frac{c}{v}$$

Скорость распространения света в вакууме составляет $c=299792458$ м/с.

Показатель преломления вакуума $N_0 \equiv 1$.

4.2. При измерении показателей преломления жидких образцов и твердых тел обычно определяют их относительные показатели преломления n по отношению к воздуху лабораторного помещения в стандартных условиях.

Стандартными условиями при проведении измерений относительных показателей преломления являются:

- температура, $T = (20 \pm 2) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление, $P = (101325 \pm 1000) \text{ Pa}$;
- относительная влажность, $f = (50 \pm 30) \%$.

Показатель преломления воздуха n_e в стандартных условиях равен:

- для зеленой линии Hg ($\lambda=546,1$ нм) – 1,0002726;
- для желтой линии дуплета Na ($\lambda=589,3$ нм) – 1,0002719;
- для красной линии He-Ne – лазера ($\lambda=632,99$ нм) – 1,0002712.

Соотношение между абсолютным показателем преломления N и относительным показателем преломления n следующие:

$$N = n_e \cdot n$$

где n_e - абсолютный показатель преломления воздуха в лабораторных условиях в процессе измерения.

Зависимость показателя преломления от температуры, $n(t)$, при $t=20^\circ\text{C}$, обозначают, например, n^{20} .

Зависимость показателя преломления от длины волны, $n(\lambda)$, обозначают, например, n_D , где

$$D = \frac{D_1 + D_2}{2} - \text{средняя длина волны желтой линии дуплета Na-лампы (натриевая лампа)}$$

$D_1 - 589,6$ нм

$D_2 - 589,0$ нм

Длина волны, обозначение длины волны и соответствующие им линии спектра химических элементов приведены в таблице 2 (справочное Приложение 2).

Примечание: В современных приборах в качестве источников излучения часто используются светодиоды с длиной волны близкой к D – линии натрия (например, $\lambda=590$ нм).

5. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

5.1. Для рефрактометров, имеющих несколько диапазонов измерений (многодиапазонные рефрактометры), значения основных метрологических характеристик следует устанавливать для каждого диапазона.

5.2. Максимально допустимая погрешность в определенном диапазоне влияющих величин должна быть указана в руководстве по эксплуатации на рефрактометры определенного типа.

5.3. Измерение следует проводить в одной из областей спектра (УФ, видимой или ИК) на фиксированных монохроматических длинах волн, указанных в таблице 2 (Приложение 2).

В видимой области спектра монохроматизация света должна осуществляться, в основном, для спектральных линий: C ($\lambda_c=656,3$ нм), C' ($\lambda_{c'}=643,8$ нм), D ($\lambda_D=589,3$ нм), d ($\lambda_d=587,6$ нм), e ($\lambda_e=546,1$ нм), F ($\lambda_F=486,1$ нм), F' ($\lambda_{F'}=480,0$ нм).

5.4. На рефрактометрах, предназначенных для контроля оптических стекол, измерения следует проводить, в основном, для спектральных линий: F' и C' (кадмиевая лампа), e (ртутная лампа) и d (гелиевая газоразрядная трубка).

5.5. На рефрактометрах, предназначенных для измерения показателя преломления жидкостей, измерения следует проводить, в основном, для спектральных линий D (натриевая лампа) и F , C (водородная газоразрядная трубка).

Примечание: Для рефрактометров, работающих на длинах волн, отличных от спектральной линии D натрия ($\lambda=589,3$ нм), значения показателей преломления, при необходимости, могут быть пересчитаны на n_D (приведены к n_D) при использовании дисперсионной формулы. При этом для массовой доли ($\%_{\text{мас}}$) должны быть введены поправки для учета дисперсии и зависимости дисперсии от концентрации исследуемого жидкого образца.

5.6. На рефрактометрах, предназначенных для проведения одновременных измерений показателей преломления твердых тел и жидкостей, измерения должны выполняться для спектральных линий, указанных в п.п. 5.4. и 5.5.

Примечание:

1. При работе рефрактометров за пределами видимой области спектра используются линии излучения, указанные в таблице 2 (Приложение 2), а также светодиоды. При этом длины волн излучения могут отличаться от указанных в п. 5.4.

2. Допускается использовать источник сплошного спектра с интерференционными светофильтрами или монохроматором (в особенности для области спектра далее 1,5 мкм).

5.7. Для всех рефрактометров, указанных в таблице 1 (Приложение 1), при отклонении температуры измеряемой среды от нормального значения (20°C) основные нормирующие

параметры должны сохраняться при условии введения температурной поправки, значение которой следует указывать в нормативно-технической документации на рефрактометры конкретного типа.

6. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

6.1. Внешний вид рефрактометра должен соответствовать следующим требованиям.

6.1.1. Окрашенные металлические (или пластмассовые) поверхности должны быть чистыми, без трещин, вмятин, сколов и пятен.

6.1.2. Неокрашенные поверхности должны иметь антикоррозионные покрытия (хромирование, никелирование и т.д.).

6.1.3. Грани деталей прибора должны быть закруглены.

6.1.4. На приборе должны быть указаны наименование изготовителя или товарный знак, тип, серийный номер.

6.2. Подвижные детали прибора должны плавно перемещаться.

6.3. Оптические детали прибора не должны иметь царапин, черных точек или других изъянов.

6.4. Материалы измерительной призмы или кюветы, оправки и другие детали должны выбираться исходя из области применения (назначения) рефрактометров и быть химически стойкими к воздействию исследуемых химических веществ. При этом исследуемые химические вещества также должны быть защищены от прямого воздействия на них окружающей среды.

6.5. Цена деления шкалы для автоматизированных цифровых рефрактометров по показателю преломления не должна превышать $1 \cdot 10^{-4}$, для массовой доли не более 0,1 %_{мас} (Brix).

6.6. Диапазон рабочих температур следует указывать в руководствах по эксплуатации. Цена деления применяемых термометрических датчиков составляет 0,5 °С; 0,2 °С; 0,1 °С или менее.

6.7. Термостатические камеры должны быть герметичными и снабжены встроенным термометром или устройством для стабилизации и измерения температуры измерительной призмы или температуры вблизи поверхности жидкости, где она находится в контакте с измерительной призмой.

6.8. Рефрактометры с внешними источниками питания (от сети) должны иметь клемму для надежного заземления.

6.9. Метрологическими средствами поверки рефрактометров должны быть плоскопараллельные пластины, призмы, рефрактометрические жидкости.

6.10. Продолжительность непрерывной работы рефрактометров должна быть не менее 8 часов, время установления рабочего режима – 30 мин. При переключении диапазонов рефрактометров время установления рабочего режима должно составлять не более 30 мин.

6.11. Для автоматизированных рефрактометров, выпускаемых из производства, время безотказной работы устанавливается исходя из расчета надежности и должно быть указано в руководстве по эксплуатации.

7. ПОВЕРКА

7.1. Условия проведения поверки и подготовки к ней.

7.1.1. При проведении поверки должны быть соблюдены требования техники безопасности при эксплуатации электроустановок.

7.1.2. Поверка рефрактометров с использованием летучих или токсичных рефрактометрических и иммерсионных жидкостей должна проводиться в помещении с активной вытяжной вентиляцией.

7.1.3. Рефрактометр должен быть установлен так, чтобы было достаточно места для теплоотдачи и циркуляции воздуха, вдали от кондиционера или центрального отопления на расстоянии не менее 1,5 м.

7.1.4. Поверку рефрактометров с электропитанием от сети следует проводить не ранее чем через 30 минут после включения в сеть.

7.1.5. На рефрактометр не должны попадать прямые солнечные лучи.

7.1.6. В процессе поверки рефрактометр не должен подвергаться вибрации, сотрясениям или толчкам, а также воздействию внешних электрических и магнитных полей, которые могут оказывать влияние на его работу.

7.1.7. Допустимые содержания мешающих и агрессивных компонентов в окружающем воздухе помещений, где проводится поверка, не должны превышать значений, установленных в национальных нормативных документах.

7.1.8. Перед началом поверки рефрактометры, не имеющие функции температурной коррекции, следует выдержать в лабораторном помещении при температуре от +18 °С до +22 °С не менее 12 часов.

7.1.9. Перед проведением периодической поверки выполняется техническое обслуживание в соответствии с эксплуатационной документацией.

7.1.10. Подготовить к работе средства поверки в соответствии с инструкциями по их применению.

7.2. Проведение поверки.

7.2.1. Внешний осмотр.

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности рефрактометра требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие дефектов, препятствующих чтению надписей, маркировки и отсчету по цифровым шкалам рефрактометра;
- отсутствие механических повреждений корпуса, цифрового дисплея и соединительных проводов;
- отсутствие заколов, царапин, загрязнений на видимых оптических деталях рефрактометра;
- наличие наименования изготовителя или товарный знак, тип, серийный номер.

7.2.2. Рефрактометры, не отвечающие указанным требованиям при внешнем осмотре, дальнейшей поверке не подлежат.

7.3. Опробование

7.3.1. При опробовании проверяют функционирование рефрактометра в соответствии с эксплуатационной документацией и с использованием эталонных средств поверки, имеющих сертификаты или свидетельство о поверке.

7.3.2. При опробовании должно быть установлено:

- соответствие диапазона измерений рефрактометра диапазону, указанному в руководстве по эксплуатации, проверяется путем однократного измерения показателя преломления, n_D^{20} начальной точки и конечной точки диапазона работы с использованием средств поверки, приведенных в п. 7.4.

Примечание: 1. Заявленный для поверки диапазон работы рефрактометра может определяться измерительными задачами и быть меньше заложенных конструктивных возможностей. При этом поверка может выполняться в заявленном рабочем диапазоне.

2. Для рефрактометров, имеющих измерительную шкалу массовой доли, %_{мас} (Brix), следует использовать дистиллированную воду и/или растворы сахарозы для установления соответствия диапазона работы диапазону, указанному в руководстве по эксплуатации (см. Приложения 4,5 и 7).

- совпадение показателя преломления дистиллированной воды ($n_D^{20}=1,33299$) с начальным значением шкалы массовой доли сахарозы (0,00 %_{мас}). Для рефрактометров, имеющих обе шкалы, начало диапазона измерений по показателю преломления должно быть от 1,3;

- правильность работы программного обеспечения рефрактометра и правильность выводимой на дисплей информации;

- правильность работы устройства измерения и стабилизации температуры измерительной призмы (показания должны соответствовать $(20\pm 0,1)^\circ\text{C}$).

7.4. Средства и методы поверки

Средствами поверки рефрактометров являются:

- твердые образцы: плоскопараллельные пластинки в диапазоне измерений 1,4 - 1,9 и трехгранные остроугольные и прямоугольные стеклянные призмы в диапазоне измерений 1,2 - 1,4.

Примечание:

Требования, применяемые к эталонным плоскопараллельным пластинкам и трехгранным остроугольным и прямоугольным призмам, приведены в технической документации фирм-изготовителей указанных средств поверки.

- жидкие образцы: рефрактометрические жидкости и растворы сахарозы.

Примечание:

1. В качестве примера жидких образцов в таблице 3 (Приложение 3) дан перечень рефрактометрических жидкостей для поверки рефрактометров с диапазоном измерений от 1,3 до 1,7 с номинальными значениями показателей преломления, что не исключает использование любых других жидкостей.

2. Средства поверки должны быть утверждены национальными и международными метрологическими организациями в качестве стандартных образцов (CRM) и иметь сертификат и паспорт, в котором указаны: названия, значения показателей преломления. $n(\lambda)$ относительно воздуха, температурные поправочные коэффициенты для показателя преломления при рабочих температурах, отличающихся от 20°C (для жидких образцов), год выпуска, номер партии и срок годности.

7.4.1. Поверка по твердым образцам осуществляется следующим образом.

На отполированную рабочую поверхность хорошо очищенной эталонной пластинки или призмы следует нанести оптимальное количество иммерсионной жидкости (согласно указаниям руководства по эксплуатации и исходя из практического опыта работы на рефрактометре) В качестве иммерсионных жидкостей следует применять:

- для эталонных пластинок и призм с $n_D^{20} < 1,66$ - чистый α -бромнафталин ($n_D^{20} \approx 1,66$);
- для эталонных пластинок с $1,66 < n_D^{20} < 1,7$ – чистый йодистый метилен ($n_D^{20} = 1,74$);
- для эталонных пластинок с $n_D^{20} > 1,74$ – чистый йодистый метилен, насыщенный серой ($n_D^{20} = 1,78$).

Эталонная пластинка или призма накладывается на измерительную призму рефрактометра так, чтобы иммерсионная жидкость равномерно распределялась, и притирается для получения оптического контакта. Производят измерение показателя преломления. Измерения повторяют пять раз. При этом эталонная пластинка или призма каждый раз удаляется и помещается на измерительную призму рефрактометра. Среднее значение показателя преломления вычисляется из пяти полученных значений. Эти измерения повторяются для каждой эталонной пластинки или призмы.

7.4.2. Поверка по жидким образцам с использованием эталонных рефрактометрических жидкостей. Для поверки нижнего предела применяют дважды дистиллированную воду с удельной проводимостью $(1,0 \dots 1,1) \cdot 10^{-6}$ Ом⁻¹см⁻¹ (если начальная точка диапазона измерений рефрактометра соответствует по показателю преломления 1,3).

Примечание: Для рефрактометров с другими начальными значениями диапазона измерений следует использовать средства поверки согласно п. 7.4.

Значения показателей преломления дважды дистиллированной воды при температуре 20°C составляют: для желтой линии дуплета натрия ($\lambda=589,3$ нм) - $n_D^{20} = 1,33299$ и зеленой линии ртути ($\lambda=546,1$ нм) - $n_e^{20} = 1,33447$.

Остальные точки на шкале рефрактометра проверяют по жидким эталонным рефрактометрическим образцам, равномерно охватывающим по диапазону показателя преломления шкалу поверяемого рефрактометра.

Примечание:

Выбор жидких рефрактометрических образцов производят исходя из требования постоянства значений их показателей преломления, малой летучести, нетоксичности, негигроскопичности и возможности легкого получения их в чистом виде. Образцы

рефрактометрических жидкостей рекомендуется хранить в герметичных или запаянных стеклянных ампулах однократного употребления. Каждый образец должен иметь этикетку с названием, значением показателя преломления относительно воздуха, поправочным температурным коэффициентом для показателя преломления при рабочих температурах, отличающихся от 20°C, годом выпуска, номером партии и сроком годности. Ёмкость ампул определяется производителем исходя из достаточности использования их для поверки рефрактометра при минимальном расходе пробы жидкости.

7.4.3. Поверка по жидким образцам с использованием рефрактометрических жидкостей осуществляется следующим образом.

7.4.3.1. Нанести на поверхность измерительной призмы или налить в измерительную кювету рефрактометра оптимальное количество (рекомендуемое в руководстве по эксплуатации) дважды дистиллированной воды, дождаться установления температуры в пределах требуемых значений и измерить показатель преломления (для рефрактометров с начальной точкой диапазона измерений от 1,3).

7.4.3.2. Удалить пробу дважды дистиллированной воды с поверхности измерительной призмы или кюветы. Дважды дистиллированную воду опять поместить на поверхность измерительной призмы или кюветы и снять показания после установления требуемого значения температуры. Измерения выполняются пять раз. При этом измерительная проба наносится и удаляется с поверхности измерительной призмы или кюветы. Среднее значение показателя преломления вычисляется по пяти полученным значениям.

7.4.3.3. Измерить последовательно показатели преломления выбранных из таблицы 3 (Приложение 3) или других эталонных рефрактометрических жидкостей (CRM), выполняя при этом операции, аналогичные п.п. 7.4.3.1. и 7.4.3.2.

7.4.3.4. Перед проведением каждого измерения плоскости призм и кюветы очищают дистиллированной водой или этиловым спиртом, протирают марлей или влаговпитывающей салфеткой и сушат. Наличие остатка ворсинок и разводов не допускается. Промежуток времени между измерениями должен составлять не менее 60 секунд, включая время очистки и высушивания поверхностей призм и кюветы после каждого измерения.

7.4.4. Поверка рефрактометров со шкалами, оцифрованными в весовых значениях сухой массы, может быть также выполнена по свежеприготовленным водным растворам сахарозы в соответствии с Таблицей 4 (Приложение 4) для водных растворов сахарозы стандарта (ICUMSA Specification and Standard SPS - 3 2000)). Поправки следует вводить в случае отличия температуры от 20°C, пользуясь таблицей 5 (Приложение 5). Методика приготовления водных растворов сахарозы приведена в Приложении 7. Процедура измерений соответствует п.п. 7.4.3.1. и 7.4.3.2., а дальнейшая обработка результатов измерений проводится в соответствии с п. 7.5.

7.5. Обработка результатов измерений (бюджет неопределенностей)

7.5.1. Обработку результатов измерений проводят в соответствии с Руководством по выражению неопределенности измерений (GUM).

7.5.2. Исходными данными для определения отклонений результатов измерений рефрактометра от значений измеряемой величины являются результаты многократных измерений, ($i=5$).

7.5.3. Погрешность показания рефрактометра в каждой контрольной точке определяется по формуле:

$$E = n_{D_{av}} - n_{D_0} \quad (4),$$

где n_{D_0} - значение показателя преломления эталонного средства поверки (CRM)

$n_{D_{\bar{a}}}$ - среднее значение показателей преломления эталонного средства поверки (CRM), полученное при измерениях на рефрактометре ($i=5$).

7.5.4. Составляющими неопределенности результатов измерений рефрактометром являются:

- неопределенность значения показателя преломления эталонного средства поверки, определенная в процессе его сертификации;
- случайный разброс результатов измерений;
- неопределенность поддержания температуры, температуры измерения измерительной призмы и температурная зависимость показателя преломления стандартного образца (CRM) жидкости (в случае применения CRM жидкости).

7.5.5. Стандартная неопределенность, обусловленная случайным разбросом результатов измерений, оценивается по типу А и вычисляется по формуле:

$$u_A = \sqrt{\frac{1}{m(m-1)} \cdot \sum_{i=1}^m (n_{D_i} - n_{D_{av}})^2}, \quad (5)$$

где: $m=5$ (число измерений)

$n_{D_{av}}$ - среднее значение показателя преломления эталонного средства поверки (CRM), полученное при измерениях на рефрактометре;

7.5.6. Стандартная неопределенность по типу В:

$$u_B = \sqrt{u_{CRM}^2 + u_{reading}^2 + u_t^2}, \quad (6)$$

где: u_{CRM} - стандартная неопределенность $u(k=1)$ применяемого CRM,

$u_{reading}$ - стандартная неопределенность показания рефрактометра

u_t - неопределенность, обусловленная температурной зависимостью

7.5.7. Суммарная стандартная неопределенность вычисляется по формуле:

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} \quad (7)$$

7.5.8. Расширенная неопределенность $U(k=2)$ вычисляется по формуле:

$$U(k=2) = 2 \cdot u_c \quad (8)$$

Примечание:

1. Коэффициент охвата k определяется из числа эффективных степеней свободы ν_{eff} .
Оценка степеней свободы ν_{eff} для $u_c(y)$ выполняется по формуле Welch-Satterthwaite:

$$\nu_{\text{eff}} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{c_i^4 u^4(x_i)}{\nu_i}}$$

2. Коэффициент охвата k для различных значений эффективных степеней свободы ν_{eff} приведен в таблице:

ν_{eff}	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2,00

7.5.9. Погрешность рефрактометра, вычисленная в соответствии с формулой (4), приведенной в п. 7.5.3., должна быть меньше или равна максимально допустимой погрешности (MPE) в каждой контрольной точке. Максимально допустимая погрешность приведена в руководстве по эксплуатации рефрактометра.

$$|n_{D_o} - n_{D_{av}}| \leq MPE \quad (9)$$

7.5.10. Расширенная неопределенность $U(k=2)$ должна быть меньше одной трети MPE:

$$U(k=2) \leq \frac{MPE}{3} \quad (10)$$

8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1. Результаты поверки заносятся в протокол.

8.2. Результаты поверки считаются положительными, если выполнены все требования пункта 7 и полученные значения результатов измерений рефрактометром не превышают MPE, указанной в руководстве по эксплуатации.

8.3. Если рефрактометр по результатам поверки признан пригодным к применению, то на него наносят оттиск поверительного клейма и/или выдают «Свидетельство о поверке».

8.4. Пломбы с оттиском поверительного клейма ставят в местах, препятствующих доступу к элементам регулировки рефрактометра.

8.5. Если рефрактометр по результатам поверки признан непригодным к применению, оттиск поверительного клейма гасят и «Свидетельство о поверке» аннулируют.

8.6. При отрицательных результатах поверки рефрактометров при выпуске из производства их возвращают изготовителю для устранения дефектов с возможностью предъявления на повторную поверку.

Приложение 1.
(справочное)

Технические и метрологические характеристики наиболее распространенных типов рефрактометров

Таблица 1

Тип и исполнение рефрактометра	Диапазон измерения показателя преломления	Стандартная суммарная неопределенность измерения		Назначение и преимущественная область применения
		показателя преломления u_{c_n}	дисперсии u_{cD_n}	
Рефрактометры с V-образной призмой	1,20 – 2,50	$\pm 3 \cdot 10^{-5}$	$\pm 1 \cdot 10^{-5}$	Для измерения показателя преломления и дисперсии твердых тел (преимущественно стекол) в оптико-механической, химической, электронной и других отраслях промышленности.
Рефрактометры Пульфриха	1,20 – 2,10	$\pm 5 \cdot 10^{-5}$	$\pm 2 \cdot 10^{-5}$	Для измерения показателя преломления и дисперсии жидкостей и твердых тел в химической, фармацевтической, пищевой, оптико-механической и др. отраслях промышленности
Рефрактометры Аббе	1,20 – 2,10	$\pm 2 \cdot 10^{-4}$	$\pm 2 \cdot 10^{-4}$	Для измерения показателя преломления и средней дисперсии преимущественно жидкостей в химической, фармацевтической, пищевой и др. отраслях промышленности.

Погружные рефрактометры	1,33 – 1,65	$\pm(2 \cdot 10^{-5} - 3 \cdot 10^{-4})$	-	Для быстрого измерения показателя преломления и массовой концентрации жидкостей в химической, пищевой и др. отраслях промышленности.
Рефрактометры НПВО	1,20 – 2,10	$\pm 3 \cdot 10^{-4}$ ($10^{-3} < K < 10^{-2}$) $\pm 1 \cdot 10^{-4}$ ($\pm 1 \cdot 10^{-3}$) ($K < 10^{-3}$) К-коэффициент поглощения исследуемой среды	-	Для измерения показателя преломления, в основном, сильно поглощающих сред и массовой концентрации в химической, фармацевтической, пищевой и др. отраслях промышленности.

Приложение 2
(справочное)

Длины волн и соответствующие им линии спектра химических элементов

Таблица 2

Длина волны λ, нм	Обозначение длины волны	Химический элемент
365,0 ₁	<i>i</i>	Hg
404,6 ₆	<i>h</i>	Hg
435,8 ₃	<i>g</i>	Hg
479,9 ₉	<i>F'</i>	Cd
486,1 ₃	<i>F</i>	H
546,0 ₇	<i>e</i>	Hg
587,5 ₆	<i>d</i>	He
589,2 ₉	<i>D</i>	Na
632,9 ₉	-	He—Ne (лазер)
643,8 ₅	<i>C'</i>	Cd
656,2 ₈	<i>C</i>	H
694,3	-	Cr+Al ₂ O ₃ (лазер)
706,5 ₂	<i>r</i>	He
852,1 ₁	<i>s</i>	Cs
1013,9 ₈	<i>t</i>	Hg
1060,0	-	Nd (лазер)
1128,6 ₆	-	Hg
1153,0	-	He—Ne (лазер)
3392,2	-	He—Ne (лазер)
1395,1	-	Hg
10600,0	-	CO ₂ (лазер)

Приложение 3.
(справочное)

Значение показателей преломления рефрактометрических жидкостей для поверки рефрактометров.

Таблица 3.

Наименование химического вещества	Номинальное значение показателя преломления, n_D
2.2.4. – триметилопентан	1,3914
метилциклогексан	1,4238
циклогексан	1,4262
толуол	1,4967
хлорбензол	1,5245
о – нитротолуол	1,5462
α – бромнафталин	1,6580
четырёххлористый углерод	1,4602
n – гептан	1,3877
хлористый этилен	1,4448
бензол	1,5011
тетрохлорэтилен	1,508
изооктан	1,392
дважды дистиллированная вода	1,3330

Примечание:

Более точные значения показателей преломления рефрактометрических жидкостей относительно воздуха при температуре 20°C и их температурные коэффициенты должны быть указаны в паспорте или сертификате, а также на этикетке по результатам аттестации (CRM). При этом неопределенность значения показателя преломления (CRM), определенная в процессе сертификации, не должна превышать $\pm 2 \cdot 10^{-5}$ для дистиллированной воды и $\pm 3 \cdot 10^{-5}$ для других рефрактометрических жидкостей.

International Refractive Index Scale of ICUMSA (1974)

for pure sucrose solutions at 20°C and 589 nm

This Table gives values of refractive index against air with sucrose mass fraction

Annex 4
(informative)

Table 4

Sucrose g/100 g	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
0	1.332986	1.333129	1.333272	1.333415	1.333558	1.333702	1.333845	1.333989	1.334132	1.334276
1	1.334420	1.334564	1.334708	1.334852	1.334996	1.335141	1.335285	1.335430	1.335574	1.335719
2	1.335864	1.336009	1.336154	1.336300	1.336445	1.336590	1.336736	1.336882	1.337028	1.337174
3	1.337320	1.337466	1.337612	1.337758	1.337905	1.338051	1.338198	1.338345	1.338492	1.338639
4	1.338786	1.338933	1.339081	1.339228	1.339376	1.339524	1.339671	1.339819	1.339967	1.340116
5	1.340264	1.340412	1.340561	1.340709	1.340858	1.341007	1.341156	1.341305	1.341454	1.341604
6	1.341753	1.341903	1.342052	1.342202	1.342352	1.342502	1.342652	1.342802	1.342952	1.343103
7	1.343253	1.343404	1.343555	1.343706	1.343857	1.344008	1.344159	1.344311	1.344462	1.344614
8	1.344765	1.344917	1.345069	1.345221	1.345373	1.345526	1.345678	1.345831	1.345983	1.346136
9	1.346289	1.346442	1.346595	1.346748	1.346902	1.347055	1.347209	1.347362	1.347516	1.347670
10	1.347824	1.347978	1.348133	1.348287	1.348442	1.348596	1.348751	1.348906	1.349061	1.349216
11	1.349371	1.349527	1.349682	1.349838	1.349993	1.350149	1.350305	1.350461	1.350617	1.350774
12	1.350930	1.351087	1.351243	1.351400	1.351557	1.351714	1.351871	1.352029	1.352186	1.352343
13	1.352501	1.352659	1.352817	1.352975	1.353133	1.353291	1.353449	1.353608	1.353767	1.353925
14	1.354084	1.354243	1.354402	1.354561	1.354721	1.354880	1.355040	1.355199	1.355359	1.355519
15	1.355679	1.355840	1.356000	1.356160	1.356321	1.356482	1.356642	1.356803	1.356964	1.357126
16	1.357287	1.357448	1.357610	1.357772	1.357933	1.358095	1.358257	1.358420	1.358582	1.358744
17	1.358907	1.359070	1.359232	1.359395	1.359558	1.359722	1.359885	1.360048	1.360212	1.360376
18	1.360539	1.360703	1.360867	1.361032	1.361196	1.361360	1.361525	1.361690	1.361854	1.362019
19	1.362185	1.362350	1.362515	1.362681	1.362846	1.363012	1.363178	1.363344	1.363510	1.363676
20	1.363842	1.364009	1.364176	1.364342	1.364509	1.364676	1.364843	1.365011	1.365178	1.365346
21	1.365513	1.365681	1.365849	1.366017	1.366185	1.366354	1.366522	1.366691	1.366859	1.367028
22	1.367197	1.367366	1.367535	1.367705	1.367874	1.368044	1.368214	1.368384	1.368554	1.368724
23	1.368894	1.369064	1.369235	1.369406	1.369576	1.369747	1.369918	1.370090	1.370261	1.370433
24	1.370604	1.370776	1.370948	1.371120	1.371292	1.371464	1.371637	1.371809	1.371982	1.372155
25	1.372328	1.372501	1.372674	1.372847	1.373021	1.373194	1.373368	1.373542	1.373716	1.373890
26	1.374065	1.374239	1.374414	1.374588	1.374763	1.374938	1.375113	1.375288	1.375464	1.375639
27	1.375815	1.375991	1.376167	1.376343	1.376519	1.376695	1.376872	1.377049	1.377225	1.377402
28	1.377579	1.377756	1.377934	1.378111	1.378289	1.378467	1.378644	1.378822	1.379001	1.379179
29	1.379357	1.379536	1.379715	1.379893	1.380072	1.380251	1.380431	1.380610	1.380790	1.380969
30	1.381149	1.381329	1.381509	1.381690	1.381870	1.382050	1.382231	1.382412	1.382593	1.382774
31	1.382955	1.383137	1.383318	1.383500	1.383682	1.383863	1.384046	1.384228	1.384410	1.384593
32	1.384775	1.384958	1.385141	1.385324	1.385507	1.385691	1.385874	1.386058	1.386242	1.386426
33	1.386610	1.386794	1.386978	1.387163	1.387348	1.387532	1.387717	1.387902	1.388088	1.388273
34	1.388459	1.388644	1.388830	1.389016	1.389202	1.389388	1.389575	1.389761	1.389948	1.390135
35	1.390322	1.390509	1.390696	1.390884	1.391071	1.391259	1.391447	1.391635	1.391823	1.392011
36	1.392200	1.392388	1.392577	1.392766	1.392955	1.393144	1.393334	1.393523	1.393713	1.393903
37	1.394092	1.394283	1.394473	1.394663	1.394854	1.395044	1.395235	1.395426	1.395617	1.395809
38	1.396000	1.396192	1.396383	1.396575	1.396767	1.396959	1.397152	1.397344	1.397537	1.397730
39	1.397922	1.398116	1.398309	1.398502	1.398696	1.398889	1.399083	1.399277	1.399471	1.399666
40	1.399860	1.400055	1.400249	1.400444	1.400639	1.400834	1.401030	1.401225	1.401421	1.401617
41	1.401813	1.402009	1.402205	1.402401	1.402598	1.402795	1.402992	1.403189	1.403386	1.403583
42	1.403781	1.403978	1.404176	1.404374	1.404572	1.404770	1.404969	1.405167	1.405366	1.405565
43	1.405764	1.405963	1.406163	1.406362	1.406562	1.406762	1.406961	1.407162	1.407362	1.407562
44	1.407763	1.407964	1.408165	1.408366	1.408567	1.408768	1.408970	1.409171	1.409373	1.409575
45	1.409777	1.409980	1.410182	1.410385	1.410588	1.410790	1.410994	1.411197	1.411400	1.411604
46	1.411808	1.412011	1.412215	1.412420	1.412624	1.412828	1.413033	1.413238	1.413443	1.413648
47	1.413853	1.414059	1.414265	1.414470	1.414676	1.414882	1.415089	1.415295	1.415502	1.415708
48	1.415915	1.416122	1.416330	1.416537	1.416744	1.416952	1.417160	1.417368	1.417576	1.417785
49	1.417993	1.418202	1.418411	1.418620	1.418829	1.419038	1.419247	1.419457	1.419667	1.419877
50	1.420087	1.420297	1.420508	1.420718	1.420929	1.421140	1.421351	1.421562	1.421774	1.421985

Annex 5
(informative)

This Table gives mass fraction corrections to refractometric
Tables for sucrose solutions at 589 nm for temperatures
different from 20°C

Table 5

Temperature (°C)	Measured Sucrose (mass fraction)																	
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85
15	-0.29	-0.30	-0.32	-0.33	-0.34	-0.35	-0.36	-0.37	-0.37	-0.38	-0.38	-0.38	-0.38	-0.38	-0.38	-0.38	-0.37	-0.37
16	-0.24	-0.25	-0.26	-0.27	-0.28	-0.28	-0.29	-0.30	-0.30	-0.30	-0.31	-0.31	-0.31	-0.31	-0.31	-0.31	-0.30	-0.30
17	-0.18	-0.19	-0.20	-0.20	-0.21	-0.21	-0.22	-0.22	-0.23	-0.23	-0.23	-0.23	-0.23	-0.23	-0.23	-0.23	-0.23	-0.22
18	-0.12	-0.13	-0.13	-0.14	-0.14	-0.14	-0.15	-0.15	-0.15	-0.15	-0.15	-0.15	-0.15	-0.15	-0.15	-0.15	-0.15	-0.15
19	-0.06	-0.06	-0.07	-0.07	-0.07	-0.07	-0.07	-0.08	-0.08	-0.08	-0.08	-0.08	-0.08	-0.08	-0.08	-0.08	-0.08	-0.07
20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
21	+0.06	+0.07	+0.07	+0.07	+0.07	+0.07	+0.08	+0.08	+0.08	+0.08	+0.08	+0.08	+0.08	+0.08	+0.08	+0.08	+0.08	+0.07
22	+0.13	+0.14	+0.14	+0.14	+0.15	+0.15	+0.15	+0.15	+0.16	+0.16	+0.16	+0.16	+0.16	+0.16	+0.16	+0.15	+0.15	+0.15
23	+0.20	+0.21	+0.21	+0.22	+0.22	+0.23	+0.23	+0.23	+0.24	+0.24	+0.24	+0.24	+0.24	+0.24	+0.23	+0.23	+0.23	+0.22
24	+0.27	+0.28	+0.29	+0.29	+0.30	+0.30	+0.31	+0.31	+0.31	+0.32	+0.32	+0.32	+0.32	+0.32	+0.31	+0.31	+0.30	+0.30
25	+0.34	+0.35	+0.36	+0.37	+0.38	+0.38	+0.39	+0.39	+0.40	+0.40	+0.40	+0.40	+0.40	+0.40	+0.39	+0.38	+0.38	+0.37
26	+0.42	+0.43	+0.44	+0.45	+0.46	+0.46	+0.47	+0.47	+0.48	+0.48	+0.48	+0.48	+0.48	+0.48	+0.47	+0.47	+0.46	+0.45
27	+0.50	+0.51	+0.52	+0.53	+0.54	+0.55	+0.55	+0.56	+0.56	+0.56	+0.56	+0.56	+0.56	+0.55	+0.55	+0.54	+0.53	+0.52
28	+0.58	+0.59	+0.60	+0.61	+0.62	+0.63	+0.64	+0.64	+0.64	+0.65	+0.65	+0.64	+0.64	+0.63	+0.63	+0.62	+0.61	+0.60
29	+0.66	+0.67	+0.68	+0.70	+0.71	+0.71	+0.72	+0.73	+0.73	+0.73	+0.73	+0.73	+0.72	+0.72	+0.71	+0.70	+0.69	+0.67
30	+0.74	+0.76	+0.77	+0.78	+0.79	+0.80	+0.81	+0.81	+0.82	+0.82	+0.81	+0.81	+0.80	+0.80	+0.79	+0.78	+0.76	+0.75
31	+0.83	+0.84	+0.85	+0.87	+0.88	+0.89	+0.89	+0.90	+0.90	+0.90	+0.90	+0.89	+0.89	+0.88	+0.87	+0.86	+0.84	+0.82
32	+0.92	+0.93	+0.94	+0.96	+0.97	+0.98	+0.98	+0.99	+0.99	+0.99	+0.99	+0.98	+0.97	+0.96	+0.95	+0.93	+0.92	+0.90
33	+1.01	+1.02	+1.03	+1.05	+1.06	+1.07	+1.07	+1.08	+1.08	+1.08	+1.07	+1.07	+1.06	+1.04	+1.03	+1.01	+1.00	+0.98
34	+1.10	+1.11	+1.13	+1.14	+1.15	+1.16	+1.16	+1.17	+1.17	+1.16	+1.16	+1.15	+1.14	+1.13	+1.11	+1.09	+1.07	+1.05
35	+1.19	+1.21	+1.22	+1.23	+1.24	+1.25	+1.25	+1.26	+1.26	+1.25	+1.25	+1.24	+1.23	+1.21	+1.19	+1.17	+1.15	+1.13
36	+1.29	+1.30	+1.31	+1.33	+1.34	+1.34	+1.35	+1.35	+1.35	+1.34	+1.34	+1.33	+1.31	+1.29	+1.28	+1.25	+1.23	+1.20
37	+1.39	+1.40	+1.41	+1.42	+1.43	+1.44	+1.44	+1.44	+1.44	+1.43	+1.43	+1.41	+1.40	+1.38	+1.36	+1.33	+1.31	+1.28
38	+1.49	+1.50	+1.51	+1.52	+1.53	+1.53	+1.54	+1.54	+1.53	+1.53	+1.52	+1.50	+1.48	+1.46	+1.44	+1.42	+1.39	+1.36
39	+1.59	+1.60	+1.61	+1.62	+1.63	+1.63	+1.63	+1.63	+1.63	+1.62	+1.61	+1.59	+1.57	+1.55	+1.52	+1.50	+1.47	+1.43
40	+1.69	+1.70	+1.71	+1.72	+1.73	+1.73	+1.73	+1.73	+1.72	+1.71	+1.70	+1.68	+1.66	+1.63	+1.61	+1.58	+1.54	+1.51

Терминология

(Определения из Международного словаря по метрологии: VIM, 2008)

Погрешность измерения

разность между измеренным значением величины и опорным значением величины

Максимальная допустимая погрешность измерения

крайнее значение погрешности измерения относительно известного опорного значения величины, разрешенное спецификацией или нормативными документами для данного измерения, средства измерений или измерительной системы

Неопределенность измерения

неотрицательный параметр, характеризующий рассеяние значений величины, приписываемых измеряемой величине на основании используемой информации

Референтный материал (РМ)

(образец сравнения)

материал, достаточно однородный и стабильный в отношении одного или более свойств, используемый для калибровки, для приписывания значения другому материалу или для обеспечения качества

Сертифицированный референтный материал (СРМ)

референтный материал с сопроводительной документацией, выданной авторитетным органом, в которой указано одно или более значений определенного свойства с соответствующими неопределенностями и прослеживаемостью, которые установлены с использованием обоснованных процедур

Методика приготовления контрольных растворов сахарозы

1). Приготовление исходного раствора (№1).

Исходный раствор №1 в количестве 1000 мл приготавливают из 20 г химически чистой сахарозы и дистиллированной воды. Раствор тщательно перемешивают и аттестуют по разности показателей преломления (Δn) относительно дистиллированной воды на лабораторном интерференционном рефрактометре.

Приготовленный раствор хранят в закрытой стеклянной емкости в темном месте. Срок годности раствора не более 2-х недель.

Перед использованием раствор аттестуют на лабораторном интерференционном рефрактометре с погрешностью $\pm 3 \cdot 10^{-5}$, что соответствует в поверочной схеме ГОСТ 8.503-2003 рабочим эталонам 2-го разряда.

2). Приготовление контрольных растворов из исходного раствора №1.

Контрольные растворы приготавливают разбавлением исходного раствора №1 дистиллированной водой. Приготавливают не менее 3-х контрольных растворов сахарозы с концентрацией 5%, 10%, 15%.

При этом в зависимости от разности показателя преломления контролируемого раствора и дистиллированной воды, объем воды, приливаемой к раствору № 1, определяется по формуле:

$$V_{\hat{a}_i} = \left(1 - \frac{\Delta n_{k_i}}{\Delta n_{k_1}} \right) V_{\hat{a}_i}$$

где $V_{\hat{a}_i}$ - объем дистиллированной воды, необходимой для приготовления контрольного раствора, мл;

Δn_{k_i} - разность показателей преломления приготавливаемого контрольного раствора с выбранным содержанием сахарозы по массе и дистиллированной воды;

Δn_{k_1} - разность показателей преломления раствора №1 относительно дистиллированной воды, измеренная перед приготовлением контрольного раствора;

$V_{об_i}$ - объем приготовленного контрольного раствора (минимальный объем раствора 100 мл), мл;

i - номер приготовленного контрольного раствора.

Приготовленный рабочий контрольный раствор аттестуется по разности показателей преломления на лабораторном интерференционном рефрактометре с максимально допустимой погрешностью $\pm 3 \cdot 10^{-5}$.

Приготовить требуемый контрольный раствор можно, используя другой контрольный раствор с большей разностью показателя преломления.

При приготовлении растворов необходимо пользоваться мерными колбами, цилиндрами и бюретками.

Контрольный раствор приготавливают в мерной посуде (цилиндр или колба) вместимостью 500 мл. Необходимое количество исходного раствора №1 или используемого контрольного раствора отмеряют мерным цилиндром, сливают в посуду и доливают дистиллированную воду.

Посуда для приготовления и хранения растворов должна быть предварительно чисто вымыта и высушена. Срок хранения растворов не более двух недель.

На посуде с приготовленными и используемыми для поверки растворами должна быть сделана надпись с номером раствора, разностью показателя преломления (концентрации) при их соответствующей аттестации перед использованием, а так же сроком, до которого раствор может быть использован.

Протокол поверки

Рефрактометр _____
 Заводской № _____
 Инвентарный № _____
 Фирма-изготовитель _____
 Принадлежит _____
 Дата поверки _____

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха _____ °С
- атмосферное давление _____ кПа
- относительная влажность _____ %

Результаты поверки

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты опробования:
 - 2.1. Диапазон измерений _____
 - 2.2. Проверка начального значения шкалы, %_{мас.} (BRIX) _____
 - 2.3. Проверка работы программного обеспечения _____
 - 2.4. Проверка работы устройства стабилизации температуры _____
3. Результаты определения метрологических характеристик:
 - 3.1. Показания термометра _____ °С
 - 3.2. Среднее значение показателя преломления, n_{Dav} _____
 - 3.3. Погрешность рефрактометра, E _____
 - 3.4. Стандартная неопределенность по типу А, u_A _____
 - 3.5. Стандартная неопределенность по типу В, u_B _____
 - 3.6. Суммарная стандартная неопределенность, u_C _____
 - 3.7. Расширенная неопределенность, $U(k=2)$ _____
 - 3.8. Результаты проверки требований п.7.5.9. _____
 - 3.9. Результаты проверки требований п.7.5.10. _____

Заключение _____

Поверитель _____
 (подпись)

Ф.И.О. _____
 Дата _____