

УТВЕРЖДАЮ
ВРИО генерального директора
АО «НИЦПВ»



В.Д. Войтко

09 2016 г.

**Рефрактометры цифровые для анализа в потоке UR24, UR-X1
фирмы «Maselli Misure S.p.A.», Италия**

Методика поверки

Москва
2016

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на рефрактометры цифровые для анализа в потоке UR24 и UR-X1 фирмы Maselli Misure S.p.A.», Италия (далее – рефрактометры), предназначенных для измерений показателей преломления органических жидкостей, неорганических кислот, технических масел, водных растворов химических веществ в промышленных технологических процессах в поточном режиме, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Настоящая методика разработана в соответствии с РМГ 51-2002 «Документы на методики поверки средств измерений. Основные положения».

Интервал между поверками - 1 год.

2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

№ п/п	Наименование операций	Раздел	Обязательность проведения операций при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр, проверка комплектности	7.1	да	да
2	Проверка работоспособности рефрактометра	7.2	да	да
3	Проверка идентификационных данных программного обеспечения	7.3	да	да
4	Определение погрешности измерений показателя преломления.	7.4	да	да

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки применяются меры, образцы, указанные в таблице 2.

Таблица 2. Стандартные образцы и средства измерений, используемые при поверке.

Номер пункта по методике поверки	Обозначение образца в данной методике поверки	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, 7.4	ПО-1	Вода для лабораторного анализа, степень чистоты 1 по ГОСТ Р 52501-2005
7.2; 7.4 7.4 7.4	ПО-2 ПО-3 ПО-4	Набор жидких мер показателя преломления РЖЭ-1 (номер по госреестру 24513-03), рабочий эталон 2-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.583-2003 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений показателя преломления твердых, жидких и газообразных веществ»: - n-гептан - углерод четыреххлористый - бензол Предел допускаемой абсолютной погрешности показателя преломления n_D , не более $\pm 0,00003$.

3.2 Допускается использование других средств поверки, по характеристикам, не уступающим указанным.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. При проведении поверки соблюдают требования ГОСТ 12.3.019-80.

4.2. Поверка рефрактометра с использованием ГСО показателя преломления жидкостей должна проводиться в помещении с активной вытяжной вентиляцией, в соответствии с требованиями Правил безопасности при работе с легковоспламеняющимися и токсичными жидкостями по ГОСТ 12.1.044.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы с рефрактометрами;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя;
- изучившие техническое описание и руководство по эксплуатации рефрактометра и методику его поверки.

6 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

6.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- | | |
|---|---------------|
| - диапазон температур окружающей среды ¹ , °С | от 20 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, не более ² , % | 80 |
| - напряжение питания от однофазной сети переменного тока частотой (50/60) Гц, В | от 100 до 240 |

6.2. При проведении поверки не допускается резкое изменение температуры в пределах указанного диапазона, приводящее к выпадению росы на частях рефрактометра.

6.3. Перед проведением поверки рефрактометр следует снять с места постоянной установки с соблюдением требований безопасности, перечисленных в Руководстве по эксплуатации.

6.4. Промыть рабочую поверхность измерительной призмы чистой водой или раствором, подходящим для очистки от жидкости, с которой рефрактометр работал ранее и насухо протереть.

6.5. Подготовить рефрактометр к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.6. Подготовить специальную посуду для измерения показателя преломления, размер которой достаточен для погружения входного окна прибора.

6.7. Подготовить поверочные образцы показателя преломления жидкостей (см. таблицу 2) в соответствии с инструкцией по их применению.

6.8. Перед проведением поверки прибор должен быть полностью включен в соответствии с инструкцией по эксплуатации и выдержан во включенном состоянии не менее 1 часа.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

7.1.1 При проведении внешнего осмотра и проверке комплектности должно быть установлено соответствие рефрактометра следующим требованиям:

- наличие товарного знака изготовителя, порядковый номер, год изготовления;

¹ Определяется условиями применения набора мер РЖЭ-1

² Определяется условиями применения набора мер РЖЭ-1

- прочность закрепления, плавность действия и обеспечение надежности фиксации всех органов управления;
- соответствие функциональному назначению и четкость всех надписей на органах управления и индикации;
- наружная поверхность не должна иметь следов механических повреждений, которые могут влиять на работу рефрактометра;
- чистота и целостность разъемов;
- соединительные провода должны быть исправными;
- комплектность рефрактометра должна соответствовать комплектности, указанной в эксплуатационной документации.

7.1.2 Результаты внешнего осмотра и проверку комплектности рефрактометра считают положительными, если выполняются все требования п.7.1.1.

7.2 Проверка работоспособности рефрактометра

7.2.1. Заполнить специальную посуду веществом ПО-1 или ПО-2 в зависимости от типа призмы.

7.2.2 В соответствии с инструкцией по эксплуатации включить рефрактометр.

7.2.3. Опустить рабочую часть рефрактометра в специальную посуду таким образом, чтобы поверхность входного окна была полностью погружена в вещество поверочного образца таким образом, чтобы толщина слоя жидкости в направлении, перпендикулярно плоскости окна была не менее 2 мм по всей площади окна.

7.2.4. В соответствии с инструкцией по эксплуатации выполнить измерения показателя преломления по шкале показателей преломления и по шкале n_{Dx} .

7.2.5. Убедитесь в стабильности установки шкалы в положение: по шкале коэффициентов преломления и по шкале n_{Dx} в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3. Поверочные образцы для проверки работоспособности рефрактометров

Призма Balf, из кронгласса, N-BK-10		Сапфировая призма	
Поверочный образец ПО-1		Поверочный образец ПО-2	
Показания по шкале показателя преломления	Показания по шкале n_{Dx}	Показания по шкале показателя преломления*	Показания по шкале n_{Dx}
1,333	0	1,385-1,388	32,3-33,8

* Значение берется из паспорта ПО-2.

7.2.6. Рефрактометр считается работоспособным, если выполнены требования, указанные в п.7.2.5.

7.3 Проверка идентификационных данных программного обеспечения

Идентификационные данные программного обеспечения (далее ПО) должны соответствовать приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Maselli
Номер версии (идентификационный номер) ПО UR24 UR-X1	U24.xx.xxx UX1.xx.xxx
Цифровой идентификатор ПО	-
Другие идентификационные данные (если имеются)	-

Результаты поверки считать положительными, если данные программного обеспечения рефрактометра соответствуют данным приведённым в таблице 4.

7.4 Определение погрешности измерений показателя преломления.

7.4.1. В соответствии с Руководством по эксплуатации подготовить рефрактометр к работе так же, как в случае проведения настольной калибровки. Установить шкалу показателей преломления.

7.4.2. Измерения проводят после тщательной очистки измерительной призмы рефрактометра от предыдущей используемой жидкости.

7.4.3. Поместить поверочный образец для данного рефрактометра и типа призмы в специальную посуду (см. таблицу 5).

7.4.5. Выполнить для данного поверочного образца операции по пп. 7.2.3-7.2.4.

Таблица 5. Поверочные образцы при определении погрешности измерения показателя преломления рефрактометров UR24 и UR-X1.

Призма			
Сапфировая призма; HR сапфировая призма	Balf	Призма из кронгласа	N-ВК-10
Используемые поверочные образцы			
ПО-2; ПО-4	ПО-2; ПО-3	ПО-1; ПО-2	ПО-1

7.4.6. Повторить операции по пп. 7.4.2.-7.4.5. 5 раз для каждого поверочного образца, указанного для соответствующей призмы, указанных в таблице 5.

7.4.7. Результат измерения показателя преломления вычисляют по формуле:

$$\overline{n_D} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n n_i \quad (1)$$

где $\overline{n_D}$ – результат измерений коэффициента преломления;

$n = 5$ – число измерений коэффициента преломления;

n_i – результат i -го измерения коэффициента преломления, ($i = 1, 2, \dots, 5$).

Среднее квадратическое отклонение результата измерений коэффициента преломления $S_{\overline{n_D}}$ вычисляют по формуле:

$$S_{\overline{n_D}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (n_{Di} - \overline{n_D})^2}{n(n-1)}} \quad (2)$$

где $S_{\overline{n_D}}$ – среднее квадратическое отклонение результата измерений коэффициента преломления;

$\overline{n_D}$ – результат измерений коэффициента преломления, вычисленный по формуле (1);

n_{Di} – результат i -го измерения коэффициента преломления ($i = 1, 2, \dots, 5$);

$n = 5$ – число измерений коэффициента преломления.

Доверительные границы случайной погрешности коэффициента преломления ε вычисляются по формуле:

$$\varepsilon = t S_{\overline{n_D}} \quad (3)$$

где ε - доверительные границы случайной погрешности коэффициента преломления;
 $t = 2,2776$ – коэффициент Стьюдента для 5 измерений и доверительной вероятности $P = 0,95$;

$S_{\overline{n_D}}$ – среднее квадратическое отклонение результата измерений коэффициента преломления, вычисленное по формуле (2).

Погрешность измерений коэффициента преломления (без учета знака) Δ для доверительной вероятности $P = 0,95$ вычисляются по формуле:

$$\Delta = K \sqrt{\frac{(|\overline{n_D} - n_{Dref}| + |\Delta n_{Dref}|)^2}{3} + S_{\overline{n_D}}^2} \quad (4)$$

где Δ – погрешность измерений коэффициента преломления;

$\overline{n_D}$ – результат измерений коэффициента преломления, вычисленный по формуле (1);

ε - доверительные границы случайной погрешности коэффициента преломления, вычисленные по формуле (3);

n_{Dref} – аттестованное значение линейного коэффициента преломления (указано в паспорте);

Δn_{Dref} – погрешность аттестации меры коэффициента преломления, мкм, (указана в паспорте).

Коэффициент K в соотношении (4) вычисляются по формуле:

$$K = \frac{\varepsilon + (|\overline{n_D} - n_{Dref}| + |\Delta n_{Dref}|)}{S_{\overline{n_D}} + \frac{(|\overline{n_D} - n_{Dref}| + |\Delta n_{Dref}|)}{\sqrt{3}}} \quad (5)$$

где ε - доверительные границы случайной погрешности коэффициента преломления, вычисленные по формуле (3);

$\overline{n_D}$ – результат измерений коэффициента преломления, вычисленный по формуле (1);

ε - доверительные границы случайной погрешности коэффициента преломления, вычисленные по формуле (3);

n_{Dref} – аттестованное значение линейного коэффициента преломления (указано в паспорте);

Δn_{Dref} – погрешность аттестации меры коэффициента преломления, мкм, (указана в паспорте);

$S_{\overline{n_D}}$ – среднее квадратическое отклонение результата измерений коэффициента преломления, вычисленное по формуле (2).

7.4.8. В качестве погрешности рефрактометра принимают значение погрешности, вычисленное по формуле (4), если для данного типа призмы используется один поверочный образец, и максимальное значение погрешности из полученных при использовании двух поверочных образцов.

7.4.9. Рефрактометр считается годным, погрешность находится в пределах, указанных в таблице 6.

Таблица 6.

Модификация	Пределы допускаемой погрешности измерений показателя преломления
Стандартная	$\pm 0,0002$ (для UR24) $\pm 0,00007$ (для UR-X1)
HA	$\pm 0,00007$
SA	$\pm 0,00005$

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки оформляются протоколом (форма протокола приведена в Приложении), который хранится в организации, проводившей поверку.

8.2 Рефрактометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению и на него выдают свидетельство о поверке установленной формы.

8.3 При отрицательных результатах поверки процедуру поверки прибор запрещают к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Главный научный сотрудник АО «НИЦПВ»,
доктор физ.-мат. наук, профессор

М.Н.Филиппов

**Приложение
(рекомендуемое)**

Форма протокола поверки рефрактометра

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №__ (от_____)

1. Средство измерений: рефрактометр цифровой для анализа в потоке
Исполнение UR24 UR-X1 (нужное подчеркнуть)

Принадлежит: _____

2.Заводской номер _____

3. Предприятие изготовитель: фирма «Maselli Misure S.p.A.», Италия

4.Условия поверки:

- время начала поверки _____ час. _____ мин.
- время окончания поверки _____ час. _____ мин.
- диапазон температур окружающей среды, °С _____
- относительная влажность воздуха, % _____
- напряжение питания от однофазной сети переменного
тока частотой (50/60) Гц, В _____

5.Средства поверки:

1. Вода для лабораторного анализа степени чистоты 1 по по ГОСТ Р 52501-2005
2. Набор жидких мер показателя преломления РЖЭ-1:

6 Операции поверки

6.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

Вывод: _____

6.2 Проверка работоспособности рефрактометра

Вывод _____

6.3 Определение погрешности измерения показателя преломления

Модификация и исполнение рефрактометра (нужное подчеркнуть)	Пункт методики поверки	Единица измерений.	Допустимое значение	Измеренное значение	Вывод о соответствии
UR24 Стандартная	7,4	б/р	$\pm 0,0002$		
UR24 HA	7,4	б/р	$\pm 0,00007$		
UR24 SA	7,4	б/р	$\pm 0,00005$		
UR-X1 Стандартная	7,4	б/р	$\pm 0,00007$		
UR-X1 SA	7.4	б/р	$\pm 0,00005$		

Заключение: По результатам поверки рефрактометр цифровой для анализа в потоке UR24 UR-X1 (нужное подчеркнуть), заводской номер _____ фирмы «Maselli Misure S.p.A.», Италия, признан годным негодным (нужное подчеркнуть) к эксплуатации.

Поверитель: _____

подпись

ФИО

« _____ » _____ 20 ____ г.