

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

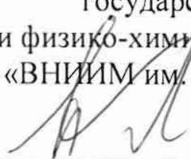



 А.Н. Пронин

« 17 » октября 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
Рефрактометры лабораторные цифровые СНЕЛ
Методика поверки
МП 242-2517-2022

Руководитель
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.В. Колобова
"17" 10 2022 г.

Разработчик
ведущий инженер
М.В. Красавцев


Санкт - Петербург
2022 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на рефрактометры лабораторные цифровые СНЕЛ модели СНЕЛ-104, СНЕЛ-105 (далее по тексту - рефрактометры) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается передача:

- единицы показателя преломления жидких веществ, растворов, эмульсий на длине волны 589,3 нм в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений показателя преломления, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 01.02.2022 г. № 232, подтверждающая прослеживаемость к Государственному первичному эталону единицы показателя преломления ГЭТ 138-2021;

- единицы температуры в соответствии с ГОСТ 8.558-2009 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры», подтверждающая прослеживаемость к государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 °С до 3200 °С ГЭТ 34-2020.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки:

- **прямое измерение** поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой мерой или стандартным образцом.

Примечание - при пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января 2022 г. и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|--|--|---------------------------|--|
| | первичной поверке | при периодической поверке | |
| Внешний осмотр | да | да | 7 |
| Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений) | да | да | 8 |
| Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений) | да | да | 8.7 |
| Проверка программного обеспечения средства измерений | да | да | 9 |

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|--|--|---------------------------|--|
| | первичной поверке | при периодической поверке | |
| Определение метрологических характеристик | | | 10 |
| 1) Определение абсолютной погрешности по показателю преломления | да | да | 10.1 |
| 2) Определение абсолютной погрешности по массовой доле сахарозы в водных растворах | да | да | 10.2 |
| 3) Определение абсолютной погрешности по температуре | да | нет | 10.3 |
| Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | да | да | 11 |

2.2 Если при проведении одной из операций получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2.3 Методикой поверки предусмотрена возможность периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин в соответствии с заявлением владельца рефрактометра, с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С 20±5;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7.

Также необходимо соблюсти следующие условия:

- рефрактометр должен быть установлен на расстоянии не менее 1,5 м от кондиционера или батареи центрального отопления;
- рефрактометр не должен подвергаться прямому воздействию солнечного света;
- вибрации, тряски, удары, а также внешние электрические и магнитные поля не должны влиять на показания рефрактометра;
- содержание мешающих и агрессивных компонентов в окружающем воздухе не должно превышать значений, установленных ГОСТ 12.1.005-88.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с рефрактометрами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с эксплуатационной документацией на рефрактометры и средства поверки, имеющие квалификацию не ниже инженера и прошедшие инструктаж по охране труда.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|--|--|
| п.8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений) | Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 до +25 °С, с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 до 80 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %; средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 106,7 кПа, с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ кПа | Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13 |
| п.10 Определение метрологических характеристик | Стандартный образец (СО) показателя преломления жидкостей в соответствии с поверочной схемой для средств измерений показателя преломления, утвержденной Приказом Росстандарта от 01 февраля 2022 г. № 232 | СО показателя преломления жидкостей (комплект ПП), рег. № ГСО 8123-2002 |
| | СО состава и свойств растворы сахарозы | СО состава и свойств растворы сахарозы (комплект САХАРОЗКА 10-60), рег. № ГСО 10670-2015 |
| | Вода дистиллированная | Вода дистиллированная ГОСТ Р 58144-2018 |
| | Термометр лабораторный электронный, диапазон измерений температуры от +15 °С до +30 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,05$ °С | Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15, модель ЛТ-300–120Н–ТС, ТУ 4211-041-44229117-2015 |

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

5.3 Все средства поверки, должны быть поверены ¹⁾, стандартные образцы – иметь действующие паспорта.

¹⁾ Сведения о поверке средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/cm/results>.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Все работы по поверке рефрактометров должны проводиться с соблюдением действующих «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Минэнерго РФ № 6 от 13.01.2003 г..

6.2 Поверка рефрактометра с использованием СО показателей преломления жидкостей (комплект ПП ГСО 8123-2002), должна проводиться в помещении с активной вытяжной вентиляцией, в соответствии с требованиями правил безопасности при работе с легковоспламеняющимися и токсичными жидкостями по ГОСТ 12.1.044-2018.

6.3 При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности и правила эксплуатации, указанные в разделе 2 АТПН.414241.001 РЭ.

7 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие поверяемого рефрактометра следующим требованиям:

1) Комплектность должна соответствовать перечню, приведенному в разделе 1.3 АТПН.414241.001 РЭ (при первичной поверке).

2) Не допускаются сквозные дефекты корпуса рефрактометра, нечеткая маркировка или отсутствие маркировки.

3) Должна быть проверена четкость срабатывания сенсорных клавиш управления.

4) Полированная оптическая поверхность измерительной призмы должна быть чистой и не иметь сколов или царапин.

5) Кюветное отделение, с прилегающей к нему поверхностью корпуса и откидной крышкой, выполненные из нержавеющей стали, должны быть чистыми и не иметь следов коррозии.

6) Сохранность пломбы на корпусе рефрактометра должна быть проверена.

Рефрактометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

Контроль условий поверки на соответствие п. 3.1 проводят с использованием средств измерений, указанных в таблице 2, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

Результаты проверки считают положительными, если условия поверки соответствуют условиям, приведенным в п. 3.1 настоящей методики поверки.

8.2 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;

- установить рефрактометр в лабораторном помещении с соблюдением требований безопасности и условий поверки, приведенных в АТПН.414241.001 РЭ и выдержать в течение не менее 2 ч;

- промыть поверхность измерительной призмы раствором, не содержащим кислот и щелочей, подходящим для отмывки от жидкости с которой рефрактометр работал ранее, затем чистой водой, после чего насухо протереть мягкой салфеткой без ворса. Операции промывки и протирания измерительной призмы проводить без использования металлических инструментов;

- подготовить рефрактометр к работе согласно требованиям АТПН.414241.001 РЭ;

- подготовить СО показателей преломления жидкостей (комплект ПП ГСО 8123-2002) с учетом требований инструкции по их применению;

- подготовить СО состава и свойств раствора сахарозы (комплект САХАРОЗКА 10-60) с учетом требований инструкции по их применению.

8.3 Опробование

8.3.1 Подключить внешний источник питания типа GST25A12-P1J или аналогичный к рефрактометру.

8.3.2 Включить внешний источник питания типа GST25A12-P1J или аналогичный в сеть переменного тока частотой (50 ± 1) Гц номинальным напряжением 230 В.

8.3.3 Включить рефрактометр при помощи переключателя ON/OFF на коммутационной панели. Показателем готовности к работе рефрактометра является появление на его экране изображения соответствующего режиму измерений. Рекомендуется начинать измерения не ранее, чем через 10 мин после включения питания рефрактометра.

8.3.4 Выполнить операции в соответствии с п. 2.2.4 АТПН.414241.001 РЭ.

8.3.5 Измерить показатель преломления дистиллированной воды при температуре 20°C , оценить погрешность рефрактометра (абсолютная погрешность по показателю преломления n_D) должна быть равна: 0,0001 для рефрактометра СНЕЛ-104 и не превышать $\pm 0,00001$ для СНЕЛ-105).

8.3.6 Все указанные выше операции не должны приводить к отрицательным результатам. В противном случае дальнейшие операции по поверке не производятся.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят путем проверки соответствия ПО рефрактометра тому ПО, которое было зафиксировано (внесено в банк данных) при испытаниях в целях утверждения типа.

9.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

9.2.1 Включить рефрактометр сетевым переключателем ON/OFF. Дождаться завершения внутренних тестов прибора, после которых на дисплее появится «Экран Измерений». С помощью клавиш панели управления активировать «Экран Меню», в котором активировать окно «Экран Версия», в котором отображается название модели рефрактометра, серийный номер, дата выпуска и номер версии ПО.

9.2.2 Подтверждение соответствия ПО осуществляется путем сравнения и идентификации данных о ПО приведенных в описании типа СИ, с данными показанными на экране поверяемого рефрактометра.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение абсолютной погрешности по показателю преломления

Абсолютную погрешность по показателю преломления для рефрактометров моделей СНЕЛ-104 и СНЕЛ-105 определяют с использованием образцов ПП-В, ПП-Г, ПП-Ч и ПП-Б из СО показателей преломления жидкостей (комплект ПП ГСО 8123-2002), в соответствии с п. 2.3.3 АТПН.414241.001 РЭ.

Для определения абсолютной погрешности проводят измерения показателя преломления n_D^{20} образцов СО в основном режиме работы рефрактометра при стабилизации температуры измерительной призмы при температуре $(20,0 \pm 0,1)^{\circ}\text{C}$.

Последовательные измерения показателя преломления для каждого образца, входящего в комплект СО, $n_{D\text{изм}}$, выполняют после тщательной очистки измерительной призмы, ювального отделения и откидной крышки (с внутренней стороны) рефрактометра от жидкости предыдущего измеренного образца.

Абсолютную погрешность Δn_{Di} рассчитывают в каждой точке поверки по формуле

$$\Delta n_{Di} = n_{Diизм}^{20} - n_{Di}^{20} \quad (1)$$

где n_{Di}^{20} - действительное значение показателя преломления i -го образца из комплекта СО, указанное в паспорте;

$n_{Diизм}^{20}$ - измеренное значение показателя преломления для выбранного i -го образца из комплекта СО.

Рефрактометры считаются прошедшим поверку по п. 10.1, если значения абсолютной погрешности Δn_D для всех выбранных образцов из комплекта СО, не превышает:

$\pm 1 \cdot 10^{-4}$ для модели СНЕЛ-104 в диапазоне измерений от 1,3300 до 1,5200;

$\pm 5 \cdot 10^{-5}$ для модели СНЕЛ-105 в диапазоне измерений от 1,33000 до 1,58000.

10.2 Определение абсолютной погрешности по массовой доле сахарозы в водных растворах

Абсолютную погрешность рефрактометров определяют с использованием ГСО показателя преломления жидкостей (образец ПП-В) и образцов водных растворов сахарозы из СО состава и свойств растворы сахарозы (комплект САХАРОЗКА 10-60).

Измерения проводят в соответствии с РЭ в 7-ми точках диапазона измерений массовой доли сахарозы в водных растворах от 0,00 % Brix до 85,00 % Brix при фиксированных значениях: 0,00 % Brix (образец ПП-В), 10,00 % Brix (раствор САХАРОЗКА 10), 20 % Brix (раствор САХАРОЗКА 20), 30% Brix (раствор САХАРОЗКА 30), 40% Brix (раствор САХАРОЗКА 40), 50% Brix (раствор САХАРОЗКА 50), и 60% Brix (раствор САХАРОЗКА 60).

Последовательные измерения массовой доли сахарозы в водных растворах для каждого из перечисленных образцов после тщательной очистки измерительной призмы рефрактометров от предыдущего измеренного образца с соблюдением требований производственной санитарии при работе с химическими веществами. Измерения выполняют при текущей температуре образца и измерительной призмы, значение которой регистрируется цифровым термометром рефрактометров, после того, как температура измерительной призмы и измеряемого образца стали одинаковыми в пределах 0,1 °С. Полученные измеренные значения массовой доли водного раствора сахарозы $C_{изм}$, автоматически приводятся рефрактометрами по установленной программе к температуре (20,0±0,1)°С.

Абсолютную погрешность рефрактометра ΔC , % Brix, рассчитывают в каждой точке поверки по формуле

$$\Delta C = C_{изм.20} - C_{д.20} \quad (2)$$

где $C_{д.20}$ - действительное значение массовой доли сахарозы в водном растворе из комплекта СО для соответствующей точки поверки, % Brix;

$C_{изм.20}$ - измеренное значение массовой доли сахарозы в водном растворе для каждого образца комплекта СО для соответствующей точки поверки, приведенное к температуре (20 ± 0,1) °С, % Brix.

Рефрактометр считается прошедшим поверку по п. 10.2, если значение абсолютной погрешности по массовой доле сахарозы в водных растворах для всех точек поверки не превышает ±0,1 % Brix в диапазоне значений от 0 до 85,0 % Brix.

10.3 Определение абсолютной погрешности по температуре

Для определения абсолютной погрешности по температуре используют термометр лабораторный электронный ЛТ-300 и образец ПП-В из комплекта СО показателя преломления жидкостей.

Кюветное отделение рефрактометра заполняют образцом ПП-В и помещают в него датчик электронного термометра ЛТ-300.

Измерения проводят в режиме стабилизации температуры при 20 °С.

Выдерживают не менее 2-3 мин прежде, чем начать измерение установленной температуры для того, что бы температура стабилизировалась.

После того, как показания температуры на экране дисплея рефрактометра не меняются более, чем на $\pm 0,1$ °С, сравнивают их с показаниями лабораторного электронного термометра ЛТ-300.

Абсолютную погрешность по температуре ΔT , °С, рассчитывают по формуле

$$\Delta T = T - T_{\text{ЛТ-300}}, \quad (3)$$

где T – показания рефрактометра по каналу температуры образцов, °С;

$T_{\text{ЛТ-300}}$ - показания лабораторного электронного термометра ЛТ-300, °С.

Рефрактометр считается прошедшим поверку по п. 10.3, если значение абсолютной погрешности по температуре, рассчитанное по формуле (3), не превышает $\pm 0,1$ °С.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Рефрактометры признают соответствующим метрологическим требованиям, указанным в описании типа, если результаты проверок по пп. 7 и 8 положительные, а результаты проверок по пп. 9 и 10 соответствуют требованиям описания типа рефрактометров.

12 Оформление результатов поверки

12.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки по форме, установленной системой менеджмента качества поверителя.

12.2 Рефрактометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца рефрактометра выдают свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При отрицательных результатах поверки вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

12.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при оформлении).