НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ _____:201_

Метрологія

Методика повірки

Рефрактометри

(Проект, перша редакція)

Київ

_____

201_

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: ДП «УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ»

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від ____ _____ 201_ р. № ____ з 201__-___-___

3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням чинності в Україні МПУ 145/11–2014 «Рекомендації. Метрологія. Рефрактометри. Методика повірки»)

Право власності на цей документ належить державі

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 201_

ЗМІСТ

С.

Вступ

1 Сфера застосування…….. 1

2 Нормативні посилання …….…… 2

3 Операції повірки……... 3

4 Засоби повірки…….. 4

5 Вимоги до кваліфікації персоналу……... 5

6 Умови проведення повірки…… 5

7 Вимоги щодо безпеки..... 6

8 Підготовка до проведення повірки…… 6

9 Проведення повірки……..…….…… 7

10 Оформлення результатів повірки…… 10

Додаток А (довідковий) Вимоги до еталона……..……... 12

Додаток Б (обов’язковий) Форма протоколу повірки…….,…… 13

Додаток В (довідковий) Бібліографія…… 15

Цей стандарт застосовують для повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки – рефрактометрів для вимірювання показника заломлення твердих і рідких речовин і матеріалів, що перебувають в експлуатації.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Метрологія

Методика повірки

РЕФРАКТОМЕТРИ

Metrology

Verification procedure

REFRACTOMETERS

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Цей стандарт поширюється на рефрактометри типу Пульфриха і Аббе (далі – рефрактометри), призначені для вимірювання показника заломлення твердих і рідких речовин і матеріалів та встановлює методику їх повірки, а саме: операції повірки, засоби повірки, вимоги до кваліфікації персоналу, умови проведення повірки, вимоги щодо безпеки, підготовку до проведення та проведення повірки, обробку результатів вимірювань та оформлення результатів повірки.

1.2 Цей стандарт застосовують для проведення періодичної повірки, повірки після ремонту (що не змінює тип рефрактометра), а також можуть застосовувати для проведення позачергової, інспекційної та експертної повірки відповідно до вимог [2].

1.3 Стандарт призначено для застосування науковими метрологічними центрами, метрологічними центрами та повірочними лабораторіями, які відповідно до [1] здійснюють повірку рефрактометрів.

1.4 Під час повірки необхідно додатково керуватись експлуатаційними документами на рефрактометр та засоби повірки, зазначені в розділі 6 цього стандарту.

1.5 Міжповірочний інтервал рефрактометрів визначають згідно з [4].

1.6 Повірка рефрактометрів, які не застосовують у сфері законодавчо регульованої метрології, може здійснюватися згідно із цим стандартом на добровільних засадах.

1.7 Вимоги щодо безпеки викладено в розділі 7 цього стандарту.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосовування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння

ДСТУ OIML D 8:2008 Метрологія. Еталони. Вибір, визнання, застосування, зберігання та документація

ДСТУ OIML D 23:2008 Метрологія. Принципи метрологічного контролю обладнання для повірки

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

Примітка. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації – каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ОПЕРАЦІЇ ПОВІРКИ

3.1 Під час проведення повірки рефрактометра виконують операції, наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Ч.ч.	Найменування операції повірки	Номер пункту стандарту	Проведення операції під час періодичної (позачергової) повірки	Проведення операції під час повірки після ремонту
1	Зовнішній огляд	9.1	+	+
2	Перевірка працездатності	9.2	+	+
3	Визначення метрологічних характеристик	9.3	+	+
3.1	Визначення абсолютної похибки при вимірюванні показника заломлення (для рефрактометрів, відградуйованих за шкалою показника заломлення)	9.3.1	+	+
3.2	Визначення абсолютної похибки вимірювання масової частки сухих речовин за шкалою Brix (для рефрактометрів, відградуйованих за шкалою Brix)	9.3.2	+	+

3.2 У разі отримання негативних результатів будь-якої з операцій повірка припиняється, рефрактометр визнається не придатним до застосування.

4 ЗАСОБИ ПОВІРКИ

4.1 Перелік еталонів та допоміжних засобів повірки, а також операції повірки, під час яких їх застосовано, зазначено в таблиці 2 та таблиці 3.

Таблиця 2 – Еталони, необхідні для проведення повірки

Пункт (и) стандарту	Назва еталона (стандартного зразка), метрологічні характеристики
9.3.1.3	Комплект мір показника заломлення типу ОП-1 або ОП-2 (плоскопаралельні пластини), діапазон відтворюваних значень від 1,47 до 1,65, розширена невизначеність $U = 2{,}0 \cdot 10^{-5}$
9.3.1.8 9.3.2	Набір мір показника заломлення (стандартних зразків), діапазон відтворюваних значень від 1,33 до 1,65, розширена невизначеність $U=(4{,}0 \cdot 10^{-5} – 1{,}0 \cdot 10^{-4})$ (не менш, ніж 3 міри для різних точок діапазону)

Примітка. Розширена невизначеність отримана шляхом множення сумарної стандартної невизначеності на коефіцієнт охоплення k = 2, що визначає інтервал, з рівнем довіри, який приблизно дорівнює 95 % при допустимому нормальному розподілі.

Таблиця 3 – Допоміжні засоби, необхідні для проведення повірки

Пункт (и) стандарту	Назва допоміжних засобів, їх метрологічні або основні технічні характеристики
6, 9.3.1.10, 9.3.2.6	Термогігрометр будь-якого типу; діапазон вимірювань: температури – від 0 ºС до 50 ºС, відносної вологості повітря – від 10 % до 95 %; розширена невизначеність вимірювань: температури U_T = 0,5 °С, відносної вологості повітря $U_в$ = 3,0 %
9.3.1.2, 9.3.2.2	Вода згідно з ДСТУ ISO 3696

Продовження таблиці 3

9.3.1.4	α-бромнафталін
9.3.1.1, 9.3.2.1	Спирт етиловий ректифікований згідно з ДСТУ 4221
9.3.1.1, 9.3.2.1	Вата медична згідно з ГОСТ 5556

Примітка 1. Еталони повинні мати чинні сертифікати/свідоцтва про калібрування. Застосування еталонів повинно відповідати вимогам, встановленим розділом 5 ДСТУ OIML D 8, ДСТУ OIML D 23.

Примітка 2. Метрологічні та технічні характеристики допоміжного обладнання, необхідного для проведення повірки, повинні бути документально засвідчені. Вимоги до допоміжного обладнання встановлено в ДСТУ OIML D 23.

Примітка 3. Дозволяється застосування інших засобів повірки, що забезпечують повірку з необхідною точністю.

5 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ПЕРСОНАЛУ

5.1 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки рефрактометра, повинен відповідати вимогам [3].

5.2 До повірки допускаються фахівці, які:

– вивчили порядок роботи з рефрактометром (експлуатаційні документи на рефрактометр);

– пройшли в установленому порядку інструктаж з охорони праці та техніки безпеки на робочому місці.

6 УМОВИ ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

Під час проведення повірки в лабораторії повинні виконуватися такі умови:

– температура навколишнього повітря повинна бути в діапазоні від 15 °С до 25 °С;

– відносна вологість повітря – до 80 %.

Умови проведення повірки повинні бути документовані у протоколі повірки, форму та вимоги до змісту якого наведено в додатку Б до цього стандарту.

7 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

7.1 Під час проведення повірки необхідно дотримуватися вимог щодо безпеки умов праці, охорони навколишнього середовища, наведених в експлуатаційних документах на рефрактометр та засоби повірки.

7.2 Приміщення, в якому проводиться повірка, повинне бути обладнане протипожежною сигналізацією та засобами пожежогасіння.

7.3 Приміщення, в якому проводиться повірка, повинне бути обладнане припливно-витяжною вентиляцією.

7.4 До повірки допускаються фахівці, що вивчили інструкцію з техніки безпеки на робочому місці, принцип дії рефрактометра і пройшли інструктаж з охорони праці в установленому порядку.

7.5 Вміст шкідливих речовин у повітрі робочої зони не повинен перевищувати гранично допустимих концентрацій, встановлених ГОСТ 12.1.005. Контроль за вмістом шкідливих речовин у повітрі робочої зони здійснюється у порядку, встановленому органами державного санітарного нагляду.

8 ПІДГОТОВКА ДО ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

8.1 Перед проведенням повірки необхідно:

– пересвідчитись у наявності метрологічного маркування за результатами оцінки відповідності для тих рефрактометрів, що введені в обіг після введення технічного регламенту [5] або свідоцтва про попередню повірку;

– перевірити термін придатності стандартних зразків;

– підготувати засоби повірки відповідно їх експлуатаційних документів.

9 ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

9.1 Зовнішній огляд

9.1.1 Зовнішній огляд проводять візуально.

9.1.2 Результати вважаються задовільними, якщо під час зовнішнього огляду встановлено:

– комплектність відповідає вимогам експлуатаційних документів виробника;

– відсутні зовнішні пошкодження рефрактометра;

– відсутні дефекти, що ускладнюють зчитування маркування.

9.1.3 Результати зовнішнього огляду заносять до протоколу повірки.

9.2 Перевірка працездатності

9.2.1 Перевірка працездатності автоматичних рефрактометрів проводиться в автоматичному режимі. Результат перевірки вважають позитивним, якщо після включення рефрактометра виконані всі операції самоконтролю (відсутні повідомлення про помилки)

9.2.2 Перевірка працездатності неавтоматичних рефрактометрів проводиться шляхом контролю однорідності освітлення поля зору окуляра, плавності переміщення рухомих деталей, чіткості видимості шкали.

9.2.3 Результати перевірки вважаються задовільними, якщо виконано вимоги пунктів 9.2.1 та 9.2.2 цього стандарту.

9.2.4 Результати перевірки працездатності заносять до протоколу повірки.

9.3 Визначення метрологічних характеристик

9.3.1 Визначення абсолютної похибки при вимірюванні показника заломлення (для рефрактометрів, відградуйованих за шкалою показника заломлення).

9.3.1.1 Очищають вимірювальну призму за допомогою вати та спирту.

9.3.1.2 Виконують корекцію нижньої точки діапазону вимірювання n_D^{20} = 1,33299 за допомогою дистильованої води згідно з експлуатаційними документами на рефрактометр.

9.3.1.3 У випадку використання плоскопаралельних пластин в якості еталонів, виконують опрації за 9.3.1.4 – 9.3.1.7, у випадку використання рідин в якості еталонів, виконують опрації за 9.3.1.8 – 9.3.1.12.

9.3.1.4 На очищену робочу поверхню пластини з найменшим номінальним значенням наносять оптимальну кількість α-бромнафталіну (згідно з експлуатаційними документами і виходячи з практичного досвіду роботи на рефрактометрі).

9.3.1.5 Встановлюють пластину так, щоб α-бромнафталін було рівномірно розподілено, та притирають для отримання оптичного контакту.

9.3.1.6 Виконують серію вимірювань показника заломлення, керуючись експлуатаційними документами на рефрактометр. Кількість вимірювань в серії – 5. При цьому пластину кожен раз знімають з вимірювальної призми і розташовують на ній знову.

9.3.1.7 Проводять операції за пунктами 9.3.1.4 – 9.3.1.6 для всіх пластин з комплекту у діапазоні вимірювання рефрактометра.

9.3.1.8 Наносять на поверхню вимірювальної призми рекомендовану в експлуатаційних документах кількість рідини, що застосовується в якості еталона, з мінімальним номінальним

значенням показника заломлення, чекають 20 секунд для термостабілізації.

9.3.1.9 Виконують серію вимірювань показника заломлення, керуючись експлуатаційними документами. Кількість вимірювань в серії – 5. При цьому рідину кожен раз витирають з вимірювальної призми і таку ж кількість наносять знову.

9.3.1.10 Якщо температура у приміщенні, де проводиться повірка відрізняється від 20°С, необхідно зробити перерахунок значення показника заломлення на температуру 20°С за формулою:

$$n_{ik}^{20} = n_{ik}^{t} + \left(\frac{dn_k}{dT}\right)(t-20) \qquad (1)$$

де n_{ik} – *i*-е виміряне значення показника заломлення *k*-ї міри;

$\left(\frac{dn_k}{dT}\right)$ – значення температурного коефіцієнту показника заломлення k-тої міри, згідно зі свідоцтвом про калібрування міри.

9.3.1.11 Розраховують значення абсолютної похибки для кожного вимірювання за формулою:

$$\Delta n_{ik} = \left| n_{ik} - n_{\partial k} \right|, \qquad (2)$$

де $n_{\partial k}$ – дійсне значення показника заломлення *k*-ї міри.

9.3.1.12 Проводять операції за пунктами 9.3.1.8 – 9.3.1.11 для всіх обраних мір набору в діапазоні вимірювання рефрактометра.

9.3.2 Визначення абсолютної похибки вимірювання масової частки сухих речовин за шкалою Brix (для рефрактометрів, відградуйованих за шкалою Brix).

9.3.2.1 Очищають вимірювальну призму за допомогою вати та спирту.

9.3.2.2 Виконують корекцію нульової точки діапазону вимірювання за допомогою дистильованої води згідно з експлуатаційними документами на рефрактометр.

9.3.2.3 Наносять на поверхню вимірювальної призми рекомендовану в експлуатаційних документах кількість рідини, що застосовується в якості еталона, з мінімальним номінальним значенням, чекають не менше 20 секунд для термостабілізації.

9.3.2.4 Виконують вимірювання масової частки сухих речовин за шкалою Brix і заносять результат вимірювання до протоколу.

9.3.2.5 Повторюють операції за пунктами 9.3.2.3 – 9.3.2.4 ще 4 рази.

9.3.2.6 Якщо температура у приміщенні, де проводиться повірка відрізняється від 20°С, необхідно зробити перерахунок значення показника заломлення на температуру 20°С за формулою 1.

9.3.2.7 Розраховують значення абсолютної похибки для кожного вимірювання за формулою:

$$\Delta\omega_{ik} = \left| \omega_{ik} - \omega_{\partial k} \right| , \qquad (3)$$

де $\omega_{\partial k}$ – дійсне значення масової частки сухих речовин за шкалою Brix *k*-ї міри, %;

ω_{ik} – *i*-е виміряне значення масової частки сухих речовин за шкалою Brix *k*-ї міри, %.

9.3.2.8 Проводять операції за пунктами 9.3.2.3 – 9.3.2.7 для інших рідин, що застосовуються в якості еталонів.

9.3.3 Результат повірки вважається позитивним, якщо одержане значення абсолютної похибки рефрактометра, розраховане за формулами (2) або (3), не перевищує максимально допустиму похибку, вказану в технічній специфікації виробника.

9.3.21 Результати операцій визначення метрологічних характеристик заносять до протоколу повірки.

10 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ПОВІРКИ

10.1 Результати повірки рефрактометрів вважають позитивними, якщо їх метрологічні характеристики відповідають суттєвим вимогам технічного регламенту [5].

10.2 Позитивні результати повірки засвідчують оформленням свідоцтва про повірку рефрактометра за формою згідно з додатком 2 до [2].

10.3 У разі якщо за результатами повірки рефрактометр визнано таким, що не відповідає встановленим вимогам, оформлюють довідку про непридатність рефрактометра за формою згідно з додатком 4 до [2].

10.4 За результатами експертної повірки персонал, що проводив повірку, складає висновок у довільній формі, який затверджує керівник організації виконавця. У висновку зазначаються результати повірки рефрактометра в обсязі, визначеному в заявці на проведення експертної повірки.

10.5 За результатами інспекційної повірки складають довідку згідно з додатком 5 [2], яку підписує персонал, що проводив повірку, та керівник організації виконавця.

ДОДАТОК А

(довідковий)

ВИМОГИ ДО ЕТАЛОНА

Міри показника заломлення (плоскопаралельні пластини) не повинні мати подряпин, тріщин та сколів.

Міри показника заломлення (стандартні зразки) повинні зберігатися в пакувальній тарі за температури (20 ± 10) °С і відносній вологості повітря не більше 80 % у відсутності контакту з агресивними середовищами. Транспортування мір допускається тільки в упакованому вигляді будь-яким видом транспорту за температури від 0 ºС до 30 °С. Після відбору необхідної кількості рідини, що застосовується в якості еталона, пляшку щільно закривають кришкою. Відібрану кількість рідини в пляшку не повертають.

ДОДАТОК Б

(обов'язковий)

ФОРМА ПРОТОКОЛУ ПОВІРКИ

ПРОТОКОЛ ПОВІРКИ № _____ від «____» _____ р.

_____
(найменування, тип ЗВТ)

_____

Заводський номер_____

Виробник_____

Належить_____

Повірка проводиться відповідно до	
Робочі еталони, що застосовувались під час повірки	

Умови повірки:

T, °C		φ, %	

Результати повірки

Зовнішній огляд	Відповідає/не відповідає	Перевірка працездатності	Відповідає/не відповідає

Визначення метрологічних характеристик

Таблиця В1 – Результати вимірювань показника заломлення мір для рефрактометрів, відградуйованих за шкалою показника заломлення

Номер вимірювання	№ міри з комплекту			
	№1	№2	…	*k*
1	n_{11}			
2	…			
…				
5				n_{5k}
$n_{дk}$				
$\Delta n_{ik\ макс}$				

$\Delta n_{доп.}$ = _____

Таблиця В2 – Результати вимірювань показника заломлення мір для рефрактометрів, відградуйованих за шкалою Brix

Номер вимірювання	№ міри з комплекту			
	№1	№2	…	*k*
1	ω_{11}			
2	…			
…				
5				ω_{5k}
$\omega_{\partial k}$				
$\Delta\omega_{ik\ макс}$				

$\Delta\omega_{доп.}$ = _____ %

Висновки за результатами повірки

Рефрактометр визнається придатним / не придатним та допускається / не допускається до застосування.

Повірник _____ _____ _____

підпис Прізвище, І.Б.

ДОДАТОК В

(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

[1] Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність»

[2] Порядок проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, та оформлення її результатів, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 08 лютого 2016 року N 193, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 24 лютого 2016 року за N 278/28408.

[3] Критерії, яким повинні відповідати наукові метрологічні центри, державні підприємства, які належать до сфери управління Міністерства економічного розвитку і торгівлі України та провадять метрологічну діяльність, та повірочні лабораторії, які уповноважуються або уповноважені на проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 23.09.2015 № 1192, зареєстрованим в Міністерстві юстиції України 7 жовтня 2015 р. за № 1213/27658

[4] Міжповірочні інтервали законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, за категоріями, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 13.10.2016 № 1747, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 01 листопада 2016 р. за № 1417/29547

[5] Технічний регламент законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, затверджено постановою Кабінету Міністрів України від 13.01.2016 № 94

Код згідно з ДК 004 17.020

Ключові слова: показник заломлення, стандартний зразок, плоскопаралельні пластини, рефрактометр