

Государственный комитет СССР по стандартам

УТВЕРЖДАЮ

Зам.генерального директора

НПО ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

 Н.В.Студенцов.

204 1986г.

Методические указания

Государственная система обеспечения единства измерений

РЕФРАКТОМЕТР ИРФ-454

Методика поверки

Казань

1986г.

Настоящая методика поверки распространяется на рефрактометр ИРФ-454 ТУЗ-3.1531-77, предназначенный для измерения показателя преломления n линии D спектра, а также средней дисперсии $n_F - n_C$ неагрессивных жидкостей и твердых тел с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 2 \cdot 10^{-4}$ по показателю преломления и $\pm 1,5 \cdot 10^{-4}$ по средней дисперсии и устанавливает методику первичной и периодической поверок в процессе эксплуатации.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в табл.1

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта МИ	Обязательность проведения операций при	
		выпуске из производства	ремонте, эксплуатации и хранении
1. Внешний осмотр	5.1	Да	Нет
2. Опробование	5.2	Да	Да
3. Определение пределов диоптрийной наводки окуляра	5.3.1	Да	Да
4. Проверка качества поля зрения и качества границы светотени	5.3.2	Да	Да
5. Проверка компенсатора дисперсии	5.3.3	Да	Да
6. Определение основной погрешности рефрактометра по показателю преломления	5.3.4	Да	Да
7. Определение основной погрешности рефрактометра по средней дисперсии	5.3.5	Да	Да
8. Определение сходимости показаний	5.3.6	Да	Да

Примечание: При получении отрицательного результата при проведении той или иной операции поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в табл.2

Таблица 2

Наименование средства поверки	Нормативно-техническая характеристика
Образцовая призма	а) Марка стекла - К-8 ГОСТ 3514-76; б) номинальное значение показателя преломления призмы $n_{D_{эф.}} = 1,25...$ в) действительное значение показателей преломления n_D , n_F и n_C определяют с погрешностью до $\pm 2 \cdot 10^{-5}$;
Образцовые пластины	Номинальное значение показателей преломления n_D соответственно: 1,4781, (1,4398; 1,4903; 1,4704); 1,6568; (1,6220), 1,7550; 1,9441.
Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72	$n_D = 1,33299$ при ($t = 20 \pm 0,2^\circ\text{C}$) $n_F - n_C = 0,00597$ при ($t = 20 \pm 0,2^\circ\text{C}$)
Диоптрийная трубка	Диапазон диоптрийной шкалы ± 5 дптр

2.2. Вспомогательные средства поверки

Таблица 3

Наименование	Характеристика
Иммерсионные жидкости	
1-бромнафталин ТУ 6-09-186-75;	$n_D = 1,66...$
Иодистый метилен ТУ 6-09-3988-75, насыщенный серой ГОСТ 127-76;	$n_D = 1,78...$
Флакон № 29 из набора ВИЖ по ТУ 6-09-3478-73.	$n_D = 1,95...$
Натриевая лампа ДНАС-18 по ТУ 16-535-679-82	Монохроматический источник света
Смесь эфира ТУ 6-02-1244-83 со спиртом ГОСТ 18300-75	

Примечание: при поверке можно заменить указанные средства поверки другими средствами измерений с аналогичными характеристиками, обеспечивая ими необходимую точность поверки.

3.ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

- следить, чтобы иммерсионная жидкость не попала на руки;
- окончив работу, тщательно вымыть руки;
- хранить иммерсионную жидкость в закрытом сосуде;
- все работы проводить в хорошо проветриваемых помещениях.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1. При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температуру воздуха в помещении $(20 \pm 2)^{\circ}\text{C}$;
- влажность воздуха не более 80 %;

4.2. Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- выбирают для работы рефрактометрический блок;
- устанавливают блок на корпусе по направляющим до упора и фиксируют юстировочным ключом;
- промывают поверхности осветительной и измерительной призм этиловым ректифицированным спиртом ГОСТ 18300-72, протирают чистой, мягкой салфеткой из отбеленной фланели арт. I639 ГОСТ 7359-77,
- при работе с дистиллированной водой открывают окно осветительной призмы, при этом зеркало измерительной призмы должно быть закрыто;
- при работе с образцовыми призмой и пластинами откидывают осветительную призму.
- наносят на полированную грань образцовой призмы (пластины) каплю иммерсионной жидкости. Иммерсионная жидкость должна быть подобрана так, чтобы выполнялось неравенство: $n < n_1 < N$,
где n_1 – показатель преломления иммерсионной жидкости,
 n – показатель преломления образцового средства,
 N – показатель преломления измерительной призмы;
- устанавливают образцовую призму (пластину) на измерительную призму так, чтобы иммерсионная жидкость была равномерно распределена а полированная грань обращена к свету, тщательно притирают;

Пять раз измеряют показатель преломления образцовой призмы (пластины) причем каждый раз устанавливают заново. Среднее значение измеренного показателя преломления сравнивают с выгравированным на образцовой призме (пластине). Если разность не более $\pm 2 \cdot 10^{-4}$, то юстировка не нарушена.

Аналогично юстировку можно проводить по дистиллированной воде, следующим образом.

К рефрактометрическому блоку подключают циркуляционный термостат (для поддержания температуры воды с погрешностью не более $\pm 0,2^\circ\text{C}$). Между осветительной и измерительной призмами помещают две-три капли воды, выдерживают 10-15 минут для выравнивания температур и проводят пятикратное измерение показателя преломления воды при одной из температур в интервале от 18 до 22 $^\circ\text{C}$, (см. табл. 3).

Среднеарифметическое значение показателя преломления сравнивают с табличным значением.

Таблица 3					
$^\circ\text{C}$	18	19	20	21	22
n_D	1,33316	1,33307	1,33299	1,33290	1,33280

Полученная разность будет основной погрешностью в данной точке шкалы. Она не должна превышать $\pm 2 \cdot 10^{-4}$.

Если полученная разность превышает $\pm 2 \cdot 10^{-4}$, устанавливают шкалу на значение показателя преломления образцовой пластины, призмы. Для этого отвинчивают заглушку 2 (см. рис. 1 Г 34.15.051 Т0). Юстировочным ключом поворачивают головку винта так, чтобы граничная линия светотени совместилась с центром перекрестия. Если этого сделать не удастся, рефрактометр признают непригодным и передают в ремонт.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1. Внешний осмотр

5.1.1.

Комплектность рефрактометра ИРФ-454 должна соответствовать требованиям приведенным в разделе "Комплект поставки" паспорта на рефрактометр.

5.1.2. При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие рефрактометра ИРФ-454 следующим требованиям:

а) на металлических деталях новых рефрактометров не должно быть заусенцев и забоин. Острые углы и кромки деталей должны быть притуплены;

б) накатка на деталях должна быть ровной и четкой;

в) винты и гайки не должны иметь повреждений шлицев, граней и пазов под ключ;

г) на поверхностях деталей не допускаются следы коррозии, потеки краски и другие дефекты, ухудшающие внешний вид рефрактометра;

д) на рефрактометре не должно быть вмятин, слой покрытия должен прочно держаться на поверхностях, не липнуть и не осыпаться.

Гравировка штрихов, цифр и знаков должна быть выполнена четко и тщательно заполнена краской;

а) на корпусе рефрактометра должна быть прикреплена бирка, с нанесенными на ней маркой предприятия-изготовителя, шифром с индексом модели и номером рефрактометра.

5.2. Опробование

5.2.1. Качество сборки и взаимодействие отдельных частей проверяют опробованием и осмотром; при этом

а) все скрепленные детали и части рефрактометра должны плотно соприкасаться с опорными поверхностями,

б) движения всех подвижных частей и механизмов должны быть плавными, без рывков и заеданий.

5.2.2. Качество изготовления и сборки оптических частей рефрактометра проверяют осмотром и опробованием; при этом

а) на поверхностях оптических деталей не должно быть налетов капельного вида, грубых царапин и выколов,

б) не допускается расклейка склеенных деталей,

в) на алюминированных поверхностях деталей не должно быть признаков разрушения отражающего слоя.

5.2.3. Качество измерительных узлов рефрактометра проверяют опробованием и наблюдением в окуляр; при этом

а) маховики должны поворачиваться плавно, без рывков и заеданий;

б) шкала должна быть хорошо освещена.

5.2.4. Определение пределов диоптрийной наводки окуляра

Предел диоптрийной наводки окуляра рефрактометра проверяют при помощи диоптрийной трубки следующим образом:

- диоптрийную трубку устанавливают на бесконечность,

- приставляют трубку к окуляру рефрактометра,

- окуляр рефрактометра устанавливают сначала в одно, затем в другое крайнее положение. Наводят диоптрийную трубку на резкое изображение шкалы и производят отсчет по шкале диоптрийной трубки. Предел диоптрийной наводки окуляра должен быть не менее ± 5 диоптрий.

5.2.5. Проверка качества поля зрения и качества светотени

Качество поля зрения и расположение границы светотени проверяют наблюдением в окуляр. При этом поле зрения рефрактометра должно удовлетворять следующим требованиям:

- быть чистым и иметь очертание круга, разделенного границей на две половины (светлую и темную);
- светлая половина должна быть равномерно освещена и не иметь окрашенности при работе в проходящем и отраженном свете;
- граница светотени должна быть резкой, контрастной, без окраски по всей длине;
- штрихи и оцифровка шкал, а также перекрестие сетки должны быть резкими, без дефектов, затрудняющих проведение отсчета;
- отсчетная риска должна быть параллельна штрихам шкалы; видимая на глаз непараллельность не допускается.

5.2.6. Проверка компенсатора дисперсии

5.2.6.1. Компенсатор дисперсии при дневном свете проверяют следующим образом.

Наносят между призмами каплю воды и устанавливают рефрактометр таким образом, чтобы белый свет падал через открытое окно осветительной призмы на рефрактометрический блок. Добившись вращением барабана компенсатора дисперсии обесцвечивания граничной линии и наведя ее на перекрестие, снимают отсчет n_D . Затем таким же образом снимают отсчет n_D при втором положении компенсатора и определяют наибольшую разность отсчетов при аналогичных пятикратных измерениях. Разность отсчетов показателя преломления n_D не должна превышать $1 \cdot 10^{-4}$.

5.2.6.2. Компенсатор дисперсии при желтом натриевом свете проверяют следующим образом.

Устанавливают рефрактометр в темном помещении и освещают желтым натриевым светом.

Наносят на измерительную призму каплю дистиллированной воды и измеряют показатель преломления при нескольких положениях компенсатора. Смещение граничной линии не должно превышать 0,1 дел. шкалы.

5.3. Определение метрологических параметров

5.3.1. Определение основной погрешности рефрактометра по показателю преломления n_D .

Определение основной погрешности рефрактометра производят по образцовым призме и пластинам. При работе откидывают осветительную призму рефрактометрического блока. Протирают поверхности образцовой и измерительной призм смесью эфира со спиртом. Наносят одну каплю иммерсионной жидкости на полированную поверхность образцовой призмы (пластины) и устанавливают её на измерительную так, чтобы иммерсионная жидкость распространилась по всей соприкасающейся поверхности и не выступала по краям. Если между соприкасающимися поверхностями призм наблюдается более 2-3 полос, то призмы тщательно чистят и устанавливают повторно. Проводят пять раз измерение показателя преломления n_D . Определяют среднеарифметическое значение для каждой призмы (пластины) и сравнивают с соответствующим, награвированным на образцовой призме (пластине). Разность не должна превышать $\pm 2,5 \cdot 10^{-4}$.

5.3.2 Определение основной погрешности рефрактометра по средней дисперсии $n_F - n_C$.

Основную погрешность по средней дисперсии $n_F - n_C$ определяют с помощью дистиллированной воды и образцовых пластин:

- в диапазоне измерения показателя преломления 1,2-1,7 определяют по дистиллированной воде и пластиной из стекла марки ТК-21 (ТК-20);

- в диапазоне измерения показателя преломления 1,6-2,0 определяют пластинами из стекла марок ТФ-5 и СТФ-58.

Расчет ведут по формуле:

$$n_F - n_C = A + B \delta$$

где $n_F - n_C$ - средняя дисперсия;

A, B и δ - табличные величины (см.табл. I-4 Технического описания и инструкции по эксплуатации Г 34.35.051 ТО).

При работе с дистиллированной водой к рефрактометру подсоединяют термостат, наносят каплю воды между осветительной и измерительной призмами. При работе с образцовой пластиной на нее наносят иммерсионную жидкость, а затем помещают на измерительную призму.

Добиваются обесцвечивания граничной линии, снимают пятикратные отсчеты по шкале барабана Z при каждом из двух положений компенсатора.

По среднеарифметическому значению отсчетов Z определяют величину δ и для данного показателя преломления образцовых средств по тем же таблицам определяют величины A и B .

Подставив найденные значения A , B и δ в формулу, определяют среднюю дисперсию.

Величины средней дисперсии дистиллированной воды и стекол марок ТК-21 (ТК-20), ТФ-5, СТФ-58 сравнивают с их паспортным значением. Наибольшая из разностей не должна превышать $\pm 1,5 \cdot 10^{-4}$.

5.3.3. Определение сходимости показаний

Сходимость показаний показателя преломления n_D определяют в трех точках шкалы каждого диапазона измерения (см.приложение I) в начале, середине и конце пятикратно измеряя показатель преломления дистиллированной воды, образцовых призмы и пластин в поверяемой точке. Для этого устанавливают образцовую призму (пластину) на измерительную призму, проводят пятикратные наведения границы светотени на перекрестие и снимают отсчеты.

Сходимость показаний определяют как наибольшую разность между отдельными значениями отсчетов, соответствующих одному и тому же значению n_D , при приближении к нему от меньших значений к большим и наоборот.

Сходимость показаний показателя преломления n_D должна быть более $1 \cdot 10^{-4}$.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Рефрактометры, прошедшие поверку с положительными результатами, признаются годными к выпуску в обращение и применению

6.2. В паспорте на рефрактометр, прошедший поверку, поверитель ставит свою подпись, дату поверки, печать.

6.3. Рефрактометры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, к применению не допускаются и изымаются из обращения.

6.4. Периодичность поверки один год.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица точек поверки шкалы при определении
основной погрешности рефрактометра по показателю
преломления и сходимости показаний

Модель рефрактометра	диапазон измере- ния	Поверяемая точка шкалы	Примечание
Модель А	1,2-2,0		
- рефрактометрический блок 1	1,2-1,7	1,25 (1,33) 1,47 1,65	
- рефрактометрический блок 2	1,6-2,0	1,65 1,75 1,94	
Модель Б	1,2-1,7	1,25 (1,33) 1,47 1,65	