

MV_RR_CNG_0107 旋光仪及旋光糖量计检定方法

1. 旋光仪及旋光糖量计检定规程说明

编号	JJG 536—1998						
名称	(中文) 旋光仪及旋光糖量计检定规程 (英文) Verification Regulation of Polarimeter and Saccharimeter						
归口单位	全国物理化学计量技术委员会						
起草单位	黑龙江省计量检定测试所						
主要起草人	谷智铭 (黑龙江省计量检定测试所) 丁海铭 (黑龙江省计量检定测试所) 吕 静 (黑龙江省计量检定测试所)						
批准日期	1998 年 7 月 14 日						
实施日期	1999 年 1 月 15 日						
替代规程号	JJG 536—88 JJG 675—90						
适用范围	本规程适用于新制造、使用中和修理后的 0.02, 0.05 级目视旋光仪、0.1, 0.2 级目视旋光糖量计、0.01, 0.02, 0.05 级自动旋光仪、0.05, 0.1, 0.2 级自动旋光糖量计的检定。						
主要技术要求	<p>(一) 目视旋光仪及目视旋光糖量计</p> <ol style="list-style-type: none"> 目视旋光仪及目视旋光糖量计的基本参数和仪器的灵敏阈、示值误差应符合表 1 规定。 仪器的外观规定 仪器各活动部分应可平稳地转动, 不得有卡滞和急跳现象。 仪器目镜视场, 在调焦后应是圆形, 轮廓明显, 视场清洁, 分界线清晰, 仪器处于光学零点时, 分界线消失, 视场亮度和颜色一致。 <p>(二) 自动旋光仪和自动旋光糖量计</p> <ol style="list-style-type: none"> 自动旋光仪和自动旋光糖量计基本参数和仪器的示值误差、重复性以及稳定性应符合表 2 规定。 自动旋光糖量计测试箱内的温升在全部工作时间内不应超过 1°C。 自动旋光糖量计的测量时间不应超过 30s。 外观检查与初步实验。 <p>(三) 测试管</p> <ol style="list-style-type: none"> 测试管上的盖玻片不得有裂纹、划痕和缺口。 空测试管实验 盖玻片内应力的检查 盖玻片的长度误差要求 						
是否分级	否						
检定周期 (年)	<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 80%;">(一) 目视旋光仪及目视旋光糖量计</td> <td style="text-align: right;">1 年</td> </tr> <tr> <td>(二) 自动旋光仪和自动旋光糖量计</td> <td style="text-align: right;">1 年</td> </tr> <tr> <td>(二) 测试管</td> <td style="text-align: right;">4 年</td> </tr> </table>	(一) 目视旋光仪及目视旋光糖量计	1 年	(二) 自动旋光仪和自动旋光糖量计	1 年	(二) 测试管	4 年
(一) 目视旋光仪及目视旋光糖量计	1 年						
(二) 自动旋光仪和自动旋光糖量计	1 年						
(二) 测试管	4 年						
附录数目							
出版单位	中国计量出版社						
检定用标准物质							

相关技术文件	
备注	

2. 旋光仪及旋光糖量计检定规程摘要

一 技术要求

(一) 目视旋光仪及目视旋光糖量计

- 1 目视旋光仪及目视旋光糖量计的基本参数和仪器的灵敏阈、示值误差应符合表1规定。
- 2 仪器外观应符合如下要求
 - 2.1 仪器应有完整的标志(名称、型号、编号、制造厂与出厂日期等)。
 - 2.2 光学零件外露表面不得有裂纹、划痕、油渍、霉垢等。
 - 2.3 所有的刻线、刻字应清晰、均匀, 不应有妨碍读数和测量的锈蚀、耀光等现象。
- 3 仪器各活动部分应可平稳地转动, 不得有卡滞和急跳现象。
- 4 仪器目镜视场, 在调焦后应是圆形, 轮廓明显, 视场清洁, 分界线清晰, 仪器处于光学零点时, 分界线消失, 视场亮度和颜色一致。

(二) 自动旋光仪及自动旋光糖量计

- 5 自动旋光仪和自动旋光糖量计的基本参数和仪器的示值误差、重复性以及稳定性应符合表2规定。
- 6 自动旋光糖量计测试箱内的温升在全部工作时间内不应超过1℃。
- 7 自动旋光糖量计的测量时间不应超过30 s。
- 8 外观检查与初步试验。
 - 8.1 仪器应有完整的标志(名称、型号、出厂编号、制造厂和出厂日期等)。
 - 8.2 各紧固件应紧固良好, 各调节旋钮、按键和开关等均能正常工作, 伺服电机应能平稳无明显噪声地工作, 测试箱应容易打开和关严, 出、入射窗口玻璃应清洁无划痕。
 - 8.3 光源灯起辉和发光应正常, 其光束应无抖动和闪烁现象。
 - 8.4 刻度盘应清洁明亮, 刻线或显示数字应清晰, 需对准的刻线间应平行。

(三) 测试管

- 9 测试管上的盖玻片不得有裂纹、划痕和缺口。
- 10 空测试管试验

将带螺帽而无盖玻片的空测试管放入测试光路中及沿其管轴旋转时: 对目视仪表, 不应破坏无空管时的视场亮度平衡; 对自动仪表, 对应无空管时不得出现零点偏移现象。
- 11 盖玻片内应力的检查: 当装在空测试管上的一块盖玻片相对于另一块绕管轴在0°至180°间转动, 以及空测试管连同盖玻片一起在0°至180°间转动时(或当不能进行这种转动时, 则以相对于测试管同时转动两盖玻片), 仪器示值变化不得大于最小分度值。
- 12 测试管长度误差, 在20℃下用示值误差不大于表3第2栏中长度允差1/3的量具或量

仪进行检定，在两端面圆周上等分4点测量，其平均值与标称长度之差应符合下表规定。

标称长度 m m	实际长度和标称长度间的允差	
	(0.01%) μ m	(0.02%) μ m
50	±5	±100
100	±10	±200
200	±20	±400

测试管产品应标有制造厂或厂名标志和0.01%准确度等级或符合0.2%准确度等级的实际长度值。

根据检定结查给出0.01%准确度等级或符合0.2%准确度等级的实际长度值。

二 检定条件

13 检定环境条件

13.1 室内温度(15~30)℃，相对湿度≤85%。

13.2 电源电压(220±22) V，频率(50±1) Hz。

13.3 工作台应稳定，不得有明显的冲击和振动，并不得有强烈电磁场的干扰。

13.4 检定目视仪器房间要遮光，或在暗室、半暗室中进行，以使眼睛能很好地适应暗视场。

14 检定设备和器材如下表：

序号	名称	规格	备注
1	标准旋光管	(1)旋光度、糖度值(共6种，在589.4400nm波长下)： +5.194° (+15°Z)，-5.194° (-15°Z) +17.313° (+50°Z)，-17.313° (-50°Z) +34.626° (+100°Z)，-34.626° (-100°Z) (2)方向误差*：不超过±0.003° (±0.01°Z) (3)扩展不确定度** (k=2)：≤0.004° (0.01°Z) (4)量值变化范围：不超过±1° (±3°Z)	(1)标准旋光管检定证书，应给出20℃下589.440 0nm和546.227 1nm波长下的旋光度、糖度值及587.000 0nm波长下的糖度值，并应给出扩展不确定度及方向误差 (2)+5℃和-5℃两支管方向误差允许不超过±0.004℃
2	测温设备	数字温度计(探头可贴敷式)： (1)测量范围：不小于(15℃~40℃) (2)示值误差：不超过±0.2℃	推荐使用专门设计的热敏电阻数字温度计
3	长度量具或量仪	(1)测量范围：不小于(50nm~200 nm) (2)示值误差：不超过表3中允差的1/3	不必专门配置
4	稳压电源	220V，0.5kVA，稳定度0.5%	不必专门配器
5	秒表	3级	不必专门配置

*方向误差系指在589.440 0 nm波长下标定值与标准旋光管沿管轴旋转时显示值的最大差值。

**扩展不确定度的计算应包括方向误差在内。

三 检定项目和检定方法

(一) 目视旋光仪及目视旋光糖量计检定

15 第2~4条项目按各条所述要求用目力观察或手动试验进行检定。

16 仪器灵敏阈的检定

仪器按使用要求点燃光源并待其发光正常后,先调节找到二分或三分视场亮度平衡的零点,然后将度盘从零点位置左旋或右旋(各作3次)灵敏阈允差的度数,再观察二分或三分视场亮度平衡是否有可觉察的变化,如有则表示仪器灵敏阈合格。

灵敏阈的检定,在度盘左右两边刻度值中固定读取一边即可。

灵敏阈不合格仪器,可重新调试或更换光源灯后再次检定。

17 仪器示值误差的检定

本项检定中的每个读数,如有两个读数窗口的,系指度盘上左右两个读数的平均值。

首先要测出空测试筒关闭时的仪器零点值,依次按顺时针和逆时针方向旋转度盘以达到视场亮度平衡,记下刻度盘读数,如此反复,取6次读数的平均值作为仪器零点值。

将标准旋光管放入测试筒中并位于中间部位(倾斜设置测试筒的仪器,需用橡皮泥固定),将数字温度计的探头用白胶布贴敷在标准旋光管管体上靠近石英片一端,连接好数字温度计。

关闭测试筒,根据筒内与标准旋光管之间温差大小,标准旋光管需在筒内静止(7~10)min,以使标准旋光管与测试筒内温度达到平衡。

测量时,依次按顺时针和逆时针方向旋转度盘,待视场亮度一致后,先后记下温度值和度盘读数值,如此反复测读6次。

度盘读数值减去仪器零点值即为仪器测量值,其次根据每次测量的温度,利用下式计算出标准旋光管 $t^{\circ}\text{C}$ 下旋光度或糖度的标准值:

$$\alpha_{t^{\circ}\text{C}} = \alpha_{20^{\circ}\text{C}} [1 + 0.000144(t - 20)] \quad (3)$$

式中: $\alpha_{t^{\circ}\text{C}}$ ——在测量温度下标准旋光管的旋光度或糖度;

$\alpha_{20^{\circ}\text{C}}$ —— 20°C 时标准旋光管的旋光度或糖度;

t ——测量时标准旋光管的温度。

仪器测量值与标准值之差(示值误差)的平均值,应符合表1规定。

示值误差的检定,根据仪器测量范围在 $+5^{\circ}$ 和 -5° ($+15^{\circ}\text{Z}$ 和 -15°Z)、 $+17^{\circ}\text{Z}$ 和 -17°Z ($+50^{\circ}\text{Z}$ 和 -50°Z)、 $+35^{\circ}\text{Z}$ 和 -35°Z ($+100^{\circ}\text{Z}$ 和 -100°Z)点上进行。

示值误差检定的读数,要求每点测定的6个数值中,其最大与最小值之差,不得超过灵敏阈允差,读数不符合要求时,应重新测量和读数。

(二) 自动旋光仪及自动旋光糖量计检定

18 第8条按所述要求用目力观察和手动试验进行检定。

19 仪器示值误差和重复性的检定

根据仪器测量范围,仪器示值误差和重复性的检定,利用6种标准旋光管在仪器的4~6个点上进行。

首先将被检仪器和数字温度计预热半小时,测量前调好仪器零点(此后不再调整零点)。将数字温度计探头用白胶布贴敷在标准旋光管靠近石英片一端,探头连接至温度计。将标准旋光管放入测试箱内测试架上中间位置(测量过程需带手套拿取标准旋光管),盖上箱盖等温(7~10)min后,读记温度值和仪器示值。

开盖，从测试架上移开标准旋光管到测试架旁边，关盖，记录仪器零点值。开盖，再按原来方向位置放标准旋光管到测试架上，关盖，通过观察温度变化待温度平衡后，再次记下温度值和仪器示值。如此反复，测量6次。

由仪器的示值减去仪器零点值算出测量温度下旋光度或糖度的测量值，根据每次测量的温度，利用公式(3)计算出标准旋光管 $t^{\circ}\text{C}$ 下旋光度或糖度的标准值。

仪器测量值与标准值之差(示值误差)的平均值，应符合表2规定。

以下式计算得出的实验标准偏差 S 表示仪器的重复性：

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\delta_i - \bar{\delta})^2}{n-1}} \quad (4)$$

式中： S ——实验标准偏差；

δ_i ——每次测量的示值误差；

$\bar{\delta}$ ——示值误差平均值；

n ——测量次数，此处 n 等于6。

20 仪器稳定性的检定

在仪器给出的可连续工作时间内(或连续工作4 h内)，用仪器零点的偏移表示仪器的稳定性。结合仪器示值误差的检定，记录并检查仪器零点偏移的数值，该数值应符合表2的规定。如不符合要求，或仪器零点带有锁定装置的，则此种仪器不可以做不间断连续测量。

注：不间断连续测量是指仪器开机半小时至可连续工作时间内进行连续测量，中间不进行零点校正程序。

21 自动旋光糖量计测试箱内温升的检定

结合仪器示值误差检定，用数字温度计测得的温度进行监测，记录开机和检定完毕时测试箱内的温度，由此计算出测试箱内的温升。

22 自动旋光糖量计测量时间的检定

用最大旋光度或糖度的标准旋光管，记录放入标准旋光管到指示稳定的时间。

测试箱温升或测量时间不符合第6、7条要求的自动旋光糖量计，不能做不间断连续测量。

注：需要查阅全文，请与出版发行单位联系。