

数字糖量计和数字折射仪检定规程

编写说明

2020年11月

规程起草组

一、任务来源

数字糖量计及数字折射仪广东省地方检定规程的编制任务由广东省市场监督管理局下达，根据粤市监量〔2020〕304号《广东省市场监督管理局关于下达2020-2021年广东省地方计量检定规程任务计划的通知》批准正式立项，由广东省佛山市质量计量监督检中心、广州计量检测技术研究院、上海仪电物理光学仪器有限公司等共同承担制定工作。

二、规程起草目的与意义

折射率是物质的一种物理性质。折射率的测量适用于石油工业、油脂工业、制药工业、制漆工业、食品工业、日用化学工业、制糖工业和地质勘察等领域，是生产中常用的工艺控制指标。通过测定液态样品的折射率，可以鉴别样品的组成，确定样品的浓度，判断样品的纯净程度及品质。

数字折射仪是一种利用光的折射和全反射原理测定液体折射率的仪器，用于测量糖液质量分数的数字折射仪常称为数字糖量计。数字糖量计及数字折射仪的计量准确性是化学计量的重要一环，不仅影响到了企业生产，也关乎日常生活，随着现代分析仪器的不断发展，用于折射率测量的仪器越来越多，然而，目前国内基于折射率检测的数字糖量计及数字折射仪尚无国家检定规程和地方检定规程或校准规范，因而导致目前大量数字糖量计及数字折射仪的应用单位无法进行有效的量值溯源与传递。因此建立数字糖量计及数字折射仪检定规程对于确保数字糖量计及数字折射仪准确测量与量值统一具有十分重要的意义。

本检定规程的制订不仅能为保证数字糖量计及数字折射仪测量结果的准确、可靠提供强有力的技术支撑，也能为其量值传递与溯源提供技术依据。随着产业结构的不断转型升级以及人们生活质量的不断提高，我省越来越多的生产企业、检测机构也配置了数字糖量计及数字折射仪检测设备，因此本项计量检定规程的制订在满足我省企事业单位计量服务需求的同时，也能进一步推动我省计量技术水平与计量业务向前发展。

三、技术依据

本规范制定以国内实际情况为出发点，体现科学性、合理性、先进性、实用性。努力使规程检定项目、技术要求及检定方法与国际建议和国家（行业）标准、技术规范相符合。

本规程制定主要依据及参考了以下文件：

JJF 1002-2010 《国家计量检定规程编写规则》

JJF 1001-2011 通用计量术语及定义

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

JJG820-1993 《手持糖量（含量）计及手持折射仪》

GB/T 6682 《分析实验室用水规格和试验方法》

OIML R108: 1993 (E) 《测量果汁糖含量折射仪》 (Refractometers for the measurement of the sugar content of fruit juices)

OIML R124: 1997 (E) 《测量葡萄汁糖含量折射仪》 (Refractometers for the measurement of the sugar content of grape must)

ICUMSA Method SPS-3 《折光测试和对照表》 (Refractometry and Tables)

四、制定过程

2019年7月至2019年12月，开始进行前期文献检索与市场调研，查阅国内外文献资料、国家标准、生产厂家技术资料等，完成用于数字糖量计及数字折射仪检定用标准物质及相关试验设备的购置并着手进行数字糖量计及数字折射仪检定方法研究，并初步拟定检定项目。

2020年1月至2020年4月，在实际检定或校准中应用该方法，以文字方式总结出该方法使用中存在的实际操作问题，在使用中验证该方法的可行性。对影响数字糖量计及数字折射仪测量结果准确、可靠的测量重复性及稳定性等项目进行试验方法研究，研究建立能满足数字糖量计及数字折射仪检定要求的计量检定方法与检定项目的制订，并进行数字糖量计及数字折射仪地方检定规程初稿的编写。

2020年5月至2020年7月，将项目试验数据进行整理与分析，确定数字糖量计及数字折射仪的检定项目、检定条件、检定方法及计量特性参数，根据实际应用中发现的问题，对方法初稿进行修改和完善，形成征求意见稿。

2020年8月，收集各计量院、计量所、生产企业和使用企业的意见。

2020年9月至2020年10月，对反馈的意见进行汇总，对规程细节进行再次修改和完善。

五、规程制订的原则

1、规范结构

按照 JJF1002-2010 《国家计量检定规程编写规则》的要求，本规范的主体内

容由以下几个部分构成：范围、引用文件、术语与计量单位、概述、计量性能要求、通用技术要求、计量器具控制以及附录。

2、计量性能的确定

本规程仪器计量性能包括：温度示值误差、零点漂移、仪器示值误差、测量重复性 4 项，以上指标主要是参考了 JJG820-1993《手持糖量（含量）计及手持折射仪》、OIML R124: 1997 (E)《测量葡萄汁糖含量折射仪》（Refractometers for the measurement of the sugar content of fruit juices）、涉及使用数字糖量计和数字折射仪的国内外标准、数字糖量计及数字折射仪的生产出厂指标以及仪器使用客户对物质中糖含量的测量和折射率的测量所允许的测量误差作为参考，通过日常的计量所得到的经验进行总结，并参考现有同类型的计量检定规程和校准规范讨论而制定的。

标准器的计量性能是确定本规程计量性能的关键，由于目前国内的有证标准物质的不确定度只能满足本规程Ⅲ级仪器示值误差的要求，所以 I 级和 II 级的仪器使用的标准物质，是通过称重法或 V 棱镜折射仪定值法来制定，两者扩展不确定度分别为：蔗糖质量分数 $U=0.04\%$ ， $k=2$ 和折射率 $U=0.00005$ ， $k=2$ 。

3、计量标准器的选择

1) 电子天平，测量范围 (0~200) g，分辨力为 0.1 mg，准确度级别为⓪级。

2) V 棱镜折射仪，测量范围为(n_D): 1.30000~1.70000，分度值(n_D): $\pm 1 \times 10^{-6}$ ；准确度(n_D): $\pm 5 \times 10^{-5}$ 。

3) 国家质量监督检验检疫总局批准的国家二级标准物质，标准物质号为 GBW(E)130147~GBW(E)130151 折射率溶液标准物质，标准值(n_D^{20})为 1.3330、1.3995、1.5011、1.5602、1.6580，标准不确定度为 0.0002， $k=2$ 。

以上计量标准器易于获得并有溯源性。

4、仪器情况

国内外有许多数字糖量计及数字折射仪的公司，主要的仪器生产厂家及型号有日本 ATAGO 公司 PAL 系列、RX- α 系列，英国 B+S 公司 Brix54 和 RFM 系列，上海仪电科学仪器有限公司的 WZB 系列，上海佳航仪器仪表有限公司的 JH-DB、JH-PB 型、杭州齐威仪器有限公司 PAL 系列，上海力辰仪器科技有限公司 LC-DR 系列，广州市铭锐电子科技有限公司 MR-BDC 系列，杭州陆恒生物科技有限公司 CNNX2、CNF92、CNT 系列和 LH 系列，优利德科技(中国)股份有限公司的

A-75 型

各厂家的仪器方法原理和性能参数可以参见附录 A。

5、相关国内外标准对数字糖量计及数字折射仪计量性能的建议：

表 1 相关国内外标准对数字糖量计及数字折射仪计量性能的建议

标准名称	标准组织	条款号	折射仪要求	
			测量范围	计量性能要求
OIML R124: 1997 (E) 测量葡萄汁糖含量折射仪	国际建议	14/15	----	零点漂移应少于半个刻度间隔;最大允许误差为绝对值增加半个刻度间隔
ISO 2173-2003 水果和蔬菜制品.可溶性固形物含量的测定.折射法	【ISO】 国际标准化组织标准	5.1	----	能估读到 0.0002 或 0.1%
ISO1743-1982 葡萄糖浆固体物质含量的测定折射率法	【ISO】 国际标准化组织标准	4	1.3000~ 1.5500	能估读到 0.0002
ISO 5661-1983 石油产品.液态烃类.折射率的测定	【ISO】 国际标准化组织标准	5		准确度 0.0002
ISO 6353-1-1982 化学分析试剂第一部分：一般试验方法，NEQ	【ISO】 国际标准化组织标准	5.27	1.3000~ 1.7000	精度±0.0002
ASTM D1218-02 Standard Test Method for Refractive Index and Refractive Dispersion of Hydrocarbon Liquids 液态烃的折射率和折射分散度的标准试验方法	美国材料和实验协会	6.1	1.3300~ 1.5000	精度 0.0001
ASTM D1807-00(2005)e1 电绝缘液体折射指数和比光散度的试验方法	美国材料和实验协会	5	1.3300~ 1.5000	be readable to±0.0002 units
GB/T 12143-2008 饮料通用分析方法	中国国家标准	4.3	0%~80%	准确度±0.1%
GB/T 6488-2008 液体化工产品折光率的测定 (20℃)	中国国家标准	5	----	±0.0003
GB/T 614-2006 化学试剂折光率测定通用方法	中国国家标准	5	----	±0.0003
GB/T 13531.7-2018 化妆品通用检验方法折光指数的测定	中国国家标准	3	1.3000~ 1.7200	准确度±0.0001
GB/T 14454.4-2008 香料折光指数的测定	中国国家标准	6	1.3000~ 1.7000	精密度±0.0002
NY/T 2637-2014 水果和蔬菜可溶性固形物含量的测定折射仪法	农业行业标准	4.1	----	能分辨到 0.1%

六、制定内容说明

依据对不同型号厂家的数字糖量计及数字折射仪的调研情况,结合大多数生产厂家的生产能力和现有技术水平,在调研数据和试验数据的基础上,综合仪器和标准器具的现有的性能水平,确定仪器的计量性能要求,现把仪器计量性能分成3个等级,具体要求见表2和表3。

表2 数字糖量计性能参数

仪器级别	I级	II级	III级
分度值 (%)	≤ 0.01	0.1	0.2
温度示值误差 (°C)	± 0.3	± 0.5	± 1.0
零点漂移 (%)	≤ 0.01	≤ 0.1	≤ 0.2
仪器示值误差 (%)	± 0.1	± 0.2	± 0.5
仪器重复性 (%)	≤ 0.05	≤ 0.1	≤ 0.2

注:带自动温度控制功能的仪器,不检温度示值误差指标。

表3 数字折射仪性能参数

仪器级别	I级	II级	III级
分度值 (n_D)	≤ 0.00001	0.0001	0.0002
温度示值误差 (°C)	± 0.3	± 0.5	± 1.0
零点漂移 (n_D)	≤ 0.00001	≤ 0.0001	≤ 0.0002
仪器示值误差 (n_D)	± 0.0001	± 0.0005	± 0.001
仪器重复性 (n_D)	≤ 0.00005	≤ 0.0002	≤ 0.0005

注:带自动温度控制功能的仪器,不检温度示值误差指标。

1、温度示值误差

仪器样品槽结构为:中心为棱镜,四周为仪器的感温部分,温度示值误差的计量检定方法参考了JJF1676-2017无源医用冷藏箱温度参数校准规范、JJF1076-2020数字式温湿度计校准规范中对温度的校准方法。即把仪器放置于温度检定箱中,选择10°C、20°C、30°C三个点,将仪器的温度探头与标准温度计的感温部分尽量靠近,同时记录仪器及标准温度计的温度示值,性能参数见表1和表2。而市面上有部分精度较高的数字糖量计及数字折射仪一般带有自动温度控制功能,并不需要进行温度修正,对其温度评价包含在示值误差评价中,故不单独做温度评价。性能参数也是参考了现有仪器的技术水平和同类其他仪器而定

的。

2、零点漂移

根据 OIML R124: 1997 (E) DI 第 21 条, 要求所有仪器必须有调零装置或在另一个刻度点安装校准装置, 并要求对零点装置进行检查, 且要求零点漂移小于半个刻度间隔, 本规程用纯水对仪器零点漂移指标进行检定, 方法为: “仪器测量前, 用脱脂棉蘸纯水或乙醇清洗棱镜表面, 待表面干燥后, 再滴入纯水且确保液面至棱镜表面有一定厚度, 调好仪器初始值 Z_0 , 持续观察 10 min, 每隔 2 min 记录仪器示值 Z_i , 取绝对值最大的 ΔZ_i 为零点漂移”。

3、示值误差

市面上现有的数字糖量计测量范围为(0~100)%, 分度值为 0.01%、0.1% 和 0.2%不等, 数字折射仪的测量范围为(n_D): (1.3300~1.70000)%, 分度值为 0.00001、0.0001 和 0.0002 不等。一般情况下, 示值误差选择的计量浓度/折射率点为量程范围的低、中、高大致均匀选取三个点。数字糖量计出厂性能参数准确度大概在 $\pm 0.02\% \sim \pm 0.2\%$ 之间, 数字折射仪出厂性能参数准确度大概在 $\pm 0.00002 \sim \pm 0.0003$ 之间, 参考 JJG820-1993《手持糖量(含量)计及手持折射仪》和 OIML R124: 1997 (E)《测量葡萄汁糖含量折射仪》(Refractometers for the measurement of the sugar content of grape must) 中对折射仪示值误差的要求, 并参考国内外标准如 GB/T 12143-2008 饮料通用分析方法中对糖量计精度的要求, 和 ASTM D1218-02 Standard Test Method for Refractive Index and Refractive Dispersion of Hydrocarbon Liquids 液态烃的折射率和折射分散度的标准试验方法中折射仪使用液体标样校准的方法要求, 并结合大多数生产厂家的生产能力和现有技术水平, 以及通过大量样机相关实验, 把示值误差分成 3 个级别, 性能参数见表 1 和表 2。

4、重复性

重复性的选取标称值为该仪器测量范围中间浓度值的的标准溶液, 重复测量 7 次, 技本规程的对重复性分为 3 个级别, 性能参数见表 1 和表 2。

七、不确定度评定



按照 JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》相关要求, 编写了检定结果的不确定度评定实例(详见附录 B 到附录 D)。

八.总结

在本规范的制定过程中，起草小组以大量技术资料及相关标准、实验数据为技术依据，本着科学合理、易于操作和普遍适用的原则，制定完成了数字糖量计及数字折射仪检定规程。

附录 A 各型号数字糖量计及数字折射仪技术参数汇总

1、ATAGO PAL 系列


系列号	仪器型号	测量范围	分度值 Brix	测量精度	产品图片
PAL	PAL-1	Brix (0.0-53.0) %	Brix: 0.1%	Brix: ±0.2%	
	PAL-2	Brix (45.0-93.0) %			
	PAL-3	Brix (0.0-93.0) %			
	PAL-α	Brix (0.0-85.0) %			
PR	PR -101α	Brix (0.0-45.0) %	Brix: 0.1%	Brix: ±0.1%	

2、ATAGO RX-α系列

RX-4000 带有自动温度补偿功能，RX-5000α、RX-7000α和 RX-8000α带自动温度控制功能。

系列号	仪器型号	测量范围	分度值 Brix	测量精度	产品图片
RX-α	RX-4000	Brix: (0.0~100.0) %	Brix: 0.01%	Brix: ±0.05%	
	RX-5000 α	Brix: (0.0~100.0) % 折射率 (n _D): 1.32700~1.58000	Brix: 0.01% 温度: 0.01℃ 折射率 (n _D): 0.00001	Brix: ±0.03% 折射率 (n _D): ±0.00004 温度: ±0.05℃	
	RX-7000 α	Brix: (0.0~100.0) % 折射率 (n _D): 1.29980~1.71500	Brix: 0.01% 温度: 0.01℃ 折射率 (n _D): 0.00001	Brix: ±0.1% 折射率 (n _D): ±0.0001 温度: ±0.05℃	
	RX-9000 α	Brix: (0.0~100.0) % 折射率 (n _D): 1.29980~1.71500	Brix: 0.01% 温度: 0.01℃ 折射率 (n _D): 0.00001	Brix: ±0.03% 折射率 (n _D): ±0.00004 温度: ±0.05℃	


3、B+S OPTi Brix54 系列

仪器型号	测量范围	分度值	测量精度	产品图片
Brix54	Brix (0.0~54.0) %	Brix: 0.1%	Brix: ±0.2%	

4、B+S RFM 系列

系列号	仪器型号	测量范围	分度值 Brix	测量精度	产品图片
RFM30 0+	RFM330+	折射率 (n _D): 1.32~1.58 Brix (0.0~100.0) %	Brix: 0.1% 折射率 (n _D): 0.0001	Brix: ±0.1% 折射率 (n _D) ±0.0001	
	RFM340+	折射率 (n _D): 1.32~1.58 Brix (0.0~100.0) %		Brix: ±0.03% 折射率 (n _D) ±0.00004	
RFM30 0-T	RFM330-T	折射率 (n _D): 1.32~1.58 Brix (0.0~100.0) %	Brix: 0.1% 折射率 (n _D): 0.0001	Brix: ±0.1% 折射率 (n _D) ±0.0001	
	RFM340-T	折射率 (n _D): 1.32~1.58 Brix (0.0~100.0) %	Brix: 0.01% 折射率 (n _D): 0.000001	Brix: ±0.03% 折射率 (n _D) ±0.00004	
RFM70 0-M	RFM712-M	折射率 (n _D): 1.32~1.42 Brix (0.0~50.0) %	Brix: 0.1% 折射率 (n _D): 0.0001	Brix: ±0.1% 折射率 (n _D) ±0.0001	
	RFM732-M	折射率 (n _D): 1.32~1.54 Brix (0.0~100.0) %			
	RFM742-M	折射率 (n _D): 1.32~1.54 Brix (0.0~100.0) %	Brix: 0.01% 折射率 (n _D): 0.00001	Brix: ±0.04% 折射率 (n _D) ±0.00005	
RFM90 0	RFM960	折射率 (n _D): 1.30~1.70 Brix (0.0~100.0) %	Brix: 0.1% 折射率 (n _D): 0.0001	Brix: ±0.1% 折射率 (n _D) ±0.0001	
	RFM970	折射率 (n _D): 1.30~1.70 Brix (0.0~100.0) %	Brix: 0.01% 折射率 (n _D): 0.00001	Brix: ±0.02% 折射率 (n _D) ±0.00002	


5、上海仪电物理光学仪器股份有限公司

系列号	仪器型号	测量范围	分度值 Brix	测量精度	图片
WZB 系列数 显折射 仪	WZB 35	折射率 (n _D): 1.3330~1.3900 Brix (0.0~35.0) %	Brix: 0.1% 折射率 (n _D): 0.0001	Brix: ±0.2% 折射率 (n _D): ±0.0003	
	WZB 45	折射率 (n _D): 1.3330~1.4098 Brix (0.0~45.0) %			
	WZB 65	折射率 (n _D): 1.3770~1.4535 Brix (28~65.0) %			
	WZB-85	折射率 (n _D): 1.3770~1.4979 Brix (0~85.0)%			
	WZB92	折射率 (n _D): 1.4370~1.5233 Brix (58~92.0) %			



6、上海佳航仪器仪表有限公司

系列号	仪器型号	测量范围	分度值 Brix	测量精度	图片
JH 系 列数 显折 射仪	JH-DB	Brix (0.0~94.0) %	Brix: 0.1%	Brix: ±0.2%	
	JH-PB	折射率 (n _D): 1.3330~ 1.4200	折射率 (n _D) 0.0001	折射率 (n _D) ±0.0003	
	JH200	折射率 (n _D): 1.30000~ 1.70000 Brix (0.0~100.0) %	Brix: 0.01% 折射率 (n _D): 0.00001	折射率 (n _D) ±0.0002 Brix: ±0.1%	
	JH500	折射率 (n _D): 1.30000~ 1.70000 Brix (0.0~100.0) %	Brix: 0.01% 折射率 (n _D): 0.00001	折射率 (n _D) ±0.00003 Brix: ±0.1%	
	JH600	折射率 (n _D): 1.30000~ 1.70000 Brix (0.0~100.0) %	Brix: 0.01% 折射率 (n _D): 0.00001	折射率 (n _D) ±0.00002 Brix: ±0.1%	


7、杭州齐威仪器有限公司

系列号	仪器型号	测量范围	分度值 Brix	测量精度	图片
PAL 系列 数显 折射 仪	PAL-101	Brix (0.0~32.0) %	Brix: 0.1%	Brix: ±0.2%	
	PAL-102	Brix (0.0~53.0) %			




8、上海力辰仪器科技有限公司

系列号	仪器型号	测量范围	分度值 Brix	测量精度	图片
LC-DR 系列数 显折 射仪	LC-DR-32B	Brix(0.0~32.0)%	Brix: 0.1%	Brix: ±0.2%	
	LC-DR-53B	Brix(0.0~53.0)%			
	LC-DRT-94B	Brix(0.0~94.0)%	Brix: 0.1%	Brix: ±0.1%	

9、广州市铭锐电子科技有限公司

系列号	仪器型号	测量范围	分度值 Brix	测量精度	图片
MR-BDC 系列数 显折 射仪	MR-BDC200	折射率 (n _D): 1.3330~1.4100 Brix (0.0-45.0) %	Brix: 0.1% 折射率 (n _D): 0.0001	---	
	MR-BDC300	折射率 (n _D): 1.3770~1.4535 Brix (28-65) %			
	MR-BDC400	折射率 (n _D): 1.4370~1.5233 Brix (58-92) %			
	MR-BDC500	折射率 (n _D): 1.3330~1.5100 Brix (0-85) %			

10、杭州陆恒生物科技有限公司

仪器型号	测量范围	分度值 Brix	测量精度	图片
CNNX2	折射率 (n _D): 1.3330~1.3900	Brix: 0.1% 折射率 (n _D): 0.0001	Brix: ±0.2% 折射率 (n _D): ±0.0003	
CNF92	折射率 (n _D): 1.4400~1.5320 Brix (60~92) %			
CHT65	折射率 (n _D): 1.3330~1.4535 Brix (0.0~65) %			
CHT95	折射率 (n _D): 1.3330~1.5320 Brix (0~95) %			
LH-T55	Brix (0~55) %	Brix: 0.1%	Brix: ±0.2%	
LH-T35	Brix (0~35) %	Brix: 0.1%	Brix: ±0.2%	
LH-B55	Brix (0~55) %	Brix: 0.1%	Brix: ±0.2%	
LH-B36	Brix (0~36) %	Brix: 0.1%	Brix: ±0.2%	

11、优利德科技(中国)股份有限公司

仪器型号	测量范围	分度值 Brix	测量精度	图片
A-75	Brix (0.0~32) %	Brix: 0.1%	Brix: ±0.2%	