

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО
ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

И.о. директора УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


Е.П. Собина
«30» 2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**АНАЛИЗАТОРЫ
РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКИЕ
ПОТОЧНЫЕ ЦИФРОВЫЕ
АРП-1Ц**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 100-223-2020

Екатеринбург
2021

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ заведующий лабораторией 223 Собина А.В., ведущий инженер лаборатории 223 Ким Н.А.

3 СОГЛАСОВАНА и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки.....	4
3 Перечень операций поверки средства измерений.....	5
4 Требования к условиям проведения поверки.....	6
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6 Метрологические и технические требования к средства поверки.....	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8 Внешний осмотр средства измерений.....	8
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	8
10 Проверка программного обеспечения средства измерений.....	9
11 Определение метрологических характеристик средства измерений.....	9
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям..	12
13 Оформление результатов поверки.....	17
Приложение А (рекомендуемое). Форма протокола поверки	18

Дата введения в действия «__» _____ 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгено-радиометрические поточные цифровые АРП-1Ц (далее – анализаторы АРП-1Ц), предназначенные для измерений массовой доли химических элементов от кальция до урана в технологических продуктах переработки минерального сырья, горных пород и руд, твердых, порошкообразных, жидких (пульпообразных) материалов, а также плотности жидких технологических продуктов (пульпы), непосредственно в технологических потоках без отбора проб (на ленте транспортера, в транспортных ёмкостях, в пульпопроводе и т.п.) в цеховых условиях или условиях рудоконтролирующих станций, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Периодическую поверку анализаторов АРП-1Ц, предназначенных для измерений нескольких величин или имеющих несколько поддиапазонов измерений, но применяемых для измерений меньшего числа величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений, допускается проводить для меньшего числа величин и (или) поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку, с указанием в сведениях о поверке объема проведенной поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов АРП-1Ц к Государственному первичному эталону единицы массы (килограмма) ГЭТ 3-2020 посредством использования стандартных образцов (СО) массовой доли элементов (компонента) в твердой основе – ГСО 10017-2011, ГСО 10018-2011, ГСО 10020-2011, ГСО 10022-2011; Государственному первичному эталону единицы плотности ГЭТ 18-2014 посредством использования набора ареометров АОН-1, обеспечивающих необходимый запас по точности измерений относительно поверяемых анализаторов АРП-1Ц и имеющих возможность использоваться в качестве эталона единиц плотности.

1.3 Интервал между поверками анализаторов АРП-1Ц – один год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты:

ГОСТ 8.395-80 ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.3.019-80 Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ Р 8.736-2011 ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 01.11.2019 № 2603 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений плотности»

Приказ Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 15 декабря 2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности. Санитарные правила и нормативы» (ОСПОРБ-99/2010)

СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности» (НРБ-99/2009)

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке анализаторов АРП-1Ц должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	8	да	да
Проверка соответствия программного обеспечения средства измерений	9	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	10	да	да
Определение метрологических характеристик средства измерений:	11		
- порога обнаружения химических элементов;	11.1	да	да
- относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов;	11.2	да	да
- относительной погрешности измерений массовой доли элементов;	11.3	да	да
- подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов;	11.4	да	нет
- определение относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы);	11.5	да *	да *
- подтверждение диапазона измеряемой плотности пульпы.	11.6	да *	нет *
* Поверку по 11.5, 11.6 настоящей методики проводят только в случае, если анализатор АРП-1Ц предназначен для анализа жидкого технологического продукта (пульпы), и в комплектность анализатора АРП-1Ц включен пульповой датчик ДРЦ-П.			

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, указанных в таблице 1, проводится настройка анализатора АРП-1Ц в соответствии с руководством по

эксплуатации (далее – РЭ). Далее необходимые операции повторяют вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор АРП-1Ц бракуется, и выполняются операции по п. 13 настоящей методики поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки анализаторов АРП-1Ц соблюдают нормальные условия измерений по ГОСТ 8.395-80:

- температура окружающей среды, °С 20±5;
- относительная влажность воздуха, %, не более 60;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

4.2 Проверку анализатора АКП-1Ц за исключением п. 11.5, п. 11.6 (при наличии пульпового датчика ДРЦ-П) проводят в лабораторных условиях в статическом режиме, для чего поверяемый анализатор АКП-1Ц демонтируют с измерительной позиции согласно «Руководству по эксплуатации».

4.3 Перед проведением поверки проводят подготовку анализатора АКП-1Ц к работе в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К поверке анализаторов АРП-1Ц допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование с профессиональной подготовкой и опытом и прошедшие специальное обучение в качестве поверителя средств измерений физико-химического состава и свойств веществ, вторую квалификационную группу по электробезопасности (до 1000 В), допуск к работе с источниками и средствами измерений ионизирующих излучений, изучившие «Руководство по эксплуатации» анализаторов АРП-1Ц и ознакомившиеся с настоящей методикой поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки анализаторов АРП-1Ц применяют стандартные образцы, средства измерений и вспомогательные технические средства согласно таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
СО массовой доли титана в твердой основе (КО-100) – ГСО 10020-2011	Аттестованное значение 1,0 %, границы относительной погрешности ±5 % (P=0,95)
СО массовой доли свинца в твердой основе (КО-91) – ГСО 10018-2011	Аттестованное значение 1,0 %, границы относительной погрешности ±5 % (P=0,95)
СО массовой доли кобальта в твердой основе (КО-83) – ГСО 10017-2011	Аттестованное значение 1,00 %, границы относительной погрешности ±5 % (P=0,95)
СО массовой доли борной кислоты в твердой основе (КО-163) – ГСО 10022-2011	Аттестованное значение 99,83 %, границы относительной погрешности ±0,10 % (P=0,95)
СО состава феррованадия типа ФВд40У0,75 (Ф19) – ГСО 51-92П	Аттестованные значения массовой доли рекомендуемых к определению элементов: V – (42,6±0,1) %, Mn – (3,30±0,02) %, Cr – (1,21±0,01) %, Cu – (0,204±0,006) % (P=0,95).

Наименование	Метрологические и технические требования
СО состава латуни оловянно-свинцовой ЛЦ25С2 (комплект М171) – ГСО 6319-92/6323-92	СО с индексом 1711: аттестованные значения массовой доли рекомендуемых к определению элементов: Cu – $(64,1 \pm 0,6) \%$, Zn – $(26,9 \pm 0,7) \%$, Pb – $(3,24 \pm 0,15) \%$, Mn – $(1,05 \pm 0,06) \%$, Sb – $(0,15 \pm 0,01) \%$ ($P=0,95$); СО с индексом 1713, аттестованные значения массовой доли рекомендуемых к определению элементов: Cu – $(68,6 \pm 0,6) \%$, Zn – $(24,9 \pm 0,6) \%$, Pb – $(2,11 \pm 0,14) \%$, Mn – $(0,59 \pm 0,03) \%$, Sb – $(0,080 \pm 0,006) \%$ ($P=0,95$).
СО состава ферротитана типа ФТи70С1 (Ф30) – ГСО 8023-94	Аттестованные значения массовой доли рекомендуемых к определению элементов: Ti – $(70,3 \pm 0,1) \%$, V – $(2,29 \pm 0,02) \%$, Fe – $(21,51 \pm 0,06) \%$, Mn – $(0,189 \pm 0,003) \%$, Cu – $(0,065 \pm 0,001) \%$, Mo – $(0,60 \pm 0,01) \%$, Ni – $(0,053 \pm 0,002) \%$, Sn – $(0,077 \pm 0,002) \%$ ($P=0,95$).
Набор ареометров АОН-1	Диапазон измерений плотности от 700 до 1840 кг/м ³ , абсолютная погрешность измерений плотности ± 1 кг/м ³
Жидкий технологический продукт (пульпа)	С различными значениями плотности, соответствующей началу, середине и концу диапазона измерений плотности анализаторов АРП-1Ц
Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 46434-11)	Диапазоны измерений температуры, относительной влажности и давления не менее требуемых по п. 4

6.2 Эталоны, применяемые для поверки анализаторов АРП-1Ц должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа, или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа; стандартные образцы (СО) и средства измерений (СИ) должны быть утвержденного типа, на момент использования СИ должны быть поверены, СО должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение других средств поверки и СО состава утвержденного типа, соответствующих области применения поверяемого анализатора АРП-1Ц, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019, требования Приказа Министерства труда и социальной защиты РФ от 15 декабря 2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования документов СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)» и СанПин 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)», а также указания по обеспечению безопасности, изложенные в РЭ анализаторов АРП-1Ц.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие маркировки и четких надписей на основных блоках поверяемого анализатора АРП-1Ц;
- наличие заводского номера на корпусе поверяемого анализатора АРП-1Ц, обеспечивающего идентификацию каждого экземпляра средств измерений, и возможность прочтения заводского номера в процессе эксплуатации средства измерений;
- соответствие внешнего вида и комплектности анализатора АРП-1Ц (без запасных частей) сведениям, приведенным в РЭ и описании типа;
- отсутствие видимых повреждений корпуса анализатора АРП-1Ц и всех его составных частей, соединительных кабелей и сетевых разъемов.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора АРП-1Ц выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Проверка соответствия программного обеспечения средства измерений

9.1 Анализаторы АРП-1Ц оснащаются прикладным программным обеспечением – программа AnalyzerNet.exe версии не ниже 2.1.0, устанавливаемым на управляющий компьютер типа IBM PC.

9.2 При выполнении поверки выполняют проверку соответствия следующих идентификационных данных программного обеспечения (ПО) анализаторов АРП-1Ц:

- идентификационное наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО.
- цифровой индикатор (контрольная сумма исполняемого кода) ПО и алгоритм его вычисления (только для ПО версии 2.1.0).

9.3 Проверку идентификационных данных ПО проводят при включении поверяемого анализатора АРП-1Ц путем запуска программы AnalyzerNet.exe с рабочего стола



управляющего компьютера при помощи ярлыка и вывода на монитор управляющего компьютера анализатора АРП-1Ц идентификационного наименования и номера версии ПО. Убеждаются в визуализации и корректности идентификационных данных ПО при отображении информационных данных в соответствующем окне программы AnalyzerNet.exe. Идентификационное наименование и номер версии ПО поверяемого анализатора АРП-1Ц должны соответствовать данным, приведенным в таблице 3.

Для программного обеспечения поверяемого анализатора АРП-1Ц версии 2.1.0 проверяют также цифровой идентификатор ПО с помощью программы MD5summer (программа находится в свободном доступе на сайте <https://www.md5summer.org>). Для этого установочную папку программы AnalyzerNet.exe открывают через окно «Обзор» программы MD5summer. Вычисленный цифровой идентификатор ПО должен соответствовать указанному в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 – Идентификационные данные ПО анализатора АРП-1Ц

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	AnalyzerNet.exe
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.1.0
Цифровой идентификатор ПО (для версии 2.1.0)	732df8263043c318c5d6e142e7fd05df
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора (для версии 2.1.0)	MD5summer

10 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

10.1 Проверку анализаторов АРП-1Ц проводят в статическом режиме в лабораторных условиях, для чего поверяемый анализатор АРП-1Ц демонтируют с измерительной позиции согласно РЭ.

10.2 Перед проведением операций поверки согласно таблицы 1 проводят подготовку поверяемого анализатора АРП-1Ц к работе в соответствии с РЭ.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение порога обнаружения химических элементов

11.1.1 Порог обнаружения химических элементов поверяемого анализатора АРП-1Ц определяют с использованием СО массовой доли элементов в твердой основе с массовой долей элемента в образце $\leq 1\%$, указанных в таблице 2, или других аналогичных образцов, содержащих элементы Ti, Co, Pb или близкие к ним по атомному номеру элементы, и фонового образца на основе борной кислоты, в котором отсутствуют определяемые элементы. СО состава не должны содержать других элементов, линии характеристического излучения которых накладываются на линии анализируемых элементов.

11.1.2 Порог обнаружения химических элементов определяют в последовательности, приведенной ниже:

- измеряют число импульсов N_{Ci} от стандартного образца с содержанием элемента $\leq 1\%$ (число измерений $n \geq 10$) и рассчитывают среднее значение числа импульсов по формуле

$$\bar{N}_C = \sum_{i=1}^n N_{Ci} ; \quad (1)$$

- измеряют число импульсов $N_{\phi i}$ в том же канале анализатора от фонового образца, не содержащего определяемого элемента, и вычисляют среднее значение числа импульсов по формуле

$$\bar{N}_\phi = \sum_{i=1}^n N_{\phi i} . \quad (2)$$

11.2 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов

11.2.1 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов анализаторов АРП-1Ц проводят с помощью СО состава утвержденного типа (ГСО), указанных в таблице 2. Для поверки анализатора АРП-1Ц в полном объеме используют не менее двух СО состава с массовыми долями определяемых элементов, соответствующими выделенным поддиапазонам измерений и перекрывающими

весь диапазон измерений анализаторов АРП-1Ц, выбирают элементы из начала, середины и конца диапазона определяемых анализаторами АРП-1Ц элементов.

11.2.2 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов проводят по 3-6 элементам из аттестованных в каждом выбранном СО состава, с содержанием исследуемых элементов из каждого выделенного поддиапазона измерений анализаторов АРП-1Ц:

- в СО состава латуни – ГСО 6319-92/6323-92, рекомендуемые СО с индексами 1711, 1713, рекомендуемые для измерений элементы: Cu, Pb, Sb, Zn, Mn;
- в СО состава феррованадия – ГСО 51-92П, рекомендуемые для измерений элементы: V, Mn, Cr, Cu;
- в СО состава ферротитана – ГСО 8023-94, рекомендуемые для измерений элементы: Ti, Fe, Sn, Cu, Mo, Ni.

П р и м е ч а н и е – Для оценки случайной составляющей погрешности измерений допускается использование рабочих проб, стабильных и однородных по составу на период проведения экспериментальных работ.

11.2.3 При определении массовых долей элементов в СО состава используют прикладную программу обработки результатов измерений ПО анализатора АРП-1Ц, реализующую теоретические уравнения, связывающие интенсивность аналитического сигнала от элемента и его содержание в веществе.

Для определения относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в соответствии с РЭ выполняют на анализаторе АРП-1Ц десятикратные измерения ($n=10$) массовой доли исследуемого элемента в каждом выбранном j -ом СО состава (пробе).

11.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

11.3.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов анализатора АРП-1Ц проводят в каждом выделенном поддиапазоне измерений с помощью СО состава утвержденного типа (ГСО), указанных в таблице 2. Для поверки анализатора АРП-1Ц в полном объеме используют не менее двух СО состава с массовыми долями определяемых элементов, соответствующими выделенным поддиапазонам измерений и перекрывающими весь диапазон измерений анализаторов АРП-1Ц, выбирают элементы из начала, середины и конца диапазона определяемых анализаторами АРП-1Ц элементов.

11.3.2 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят по 3-6 элементам из аттестованных в СО состава, с содержанием исследуемых элементов по 3-6 элементам из аттестованных в каждом выбранном СО состава, с содержанием исследуемых элементов из каждого выделенного поддиапазона измерений анализаторов АРП-1Ц. Рекомендуемые для измерений СО состава и определяемые элементы указаны в п.11.2.2.

11.3.3 При определении массовых долей элементов в СО состава используют прикладную программу обработки результатов измерений ПО анализатора АРП-1Ц, реализующую теоретические уравнения, связывающие интенсивность аналитического сигнала от элемента и его содержание в веществе.

Для определения относительной погрешности измерений массовой доли элементов в соответствии с РЭ выполняют на анализаторе АРП-1Ц десятикратные измерения ($n=10$) массовой доли исследуемого элемента в каждом выбранном j -ом СО состава или используют данные измерений, полученные на СО состава утвержденного типа (ГСО) по п.11.2.

11.4 Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов

11.4.1 Подтверждение диапазона измерений массовых долей элементов проводят в ходе проведения первичной проверки по п.11.3 настоящей методики, используя СО состава из таблицы 2, с аттестованными значениями массовых долей элементов, совпадающими или перекрывающими диапазон измерений массовых долей элементов, указанный в технической документации на анализаторы АРП-1Ц.

Устанавливают факт измерения массовых долей элементов, указанных в паспортах СО состава, в четырех выделенных поддиапазонах измерений в пределах нормированных значений погрешности измерений, указанных в п.12.3 настоящей методики.

11.4.2 Диапазон определяемых элементов установлен в технической документации на анализаторы АРП-1Ц и распространяется на элементы от кальция до урана. Диапазон определяемых элементов подтверждают в ходе проведения первичной поверки по п.11.3 настоящей методики не менее чем по трем-пяти элементам (по 1-2 элементам из каждого поддиапазона), выбирая элементы из начала, середины и конца заявленного диапазона определяемых элементов, используя СО состава из таблицы 2, содержащие кальций и уран или элементы, максимально близкие к ним по атомному номеру (например, титан и свинец).

Устанавливают факт их измерений и воспроизведения аттестованных значений массовых долей элементов, указанных в паспортах СО состава, в пределах нормированных значений погрешности измерений согласно п.12.3 настоящей методики.

11.5 Определение относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы)

11.5.1 Определение относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) анализаторов АРП-1Ц для пульпового датчика ДРЦ-П проводят с использованием набора ареометров АОН-1, указанного в таблице 2, или с помощью других средств измерений (СИ) плотности жидкости (пульпы) утвержденного типа, обеспечивающих необходимый запас по точности измерений относительно поверяемого анализатора АРП-1Ц и имеющих возможность использоваться в качестве эталона единиц плотности.

11.5.2 Для определения относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) проводят измерение плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) с помощью поверяемого анализатора АРП-1Ц в потоке и в лабораторных условиях с помощью набора ареометров АОН-1. Для измерений подбирают жидкий технологический продукт (пульпу) различной плотности, соответствующей началу, середине и концу диапазона измерений плотности анализаторов АРП-1Ц.

11.5.3 Для определения относительной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в соответствии с указаниями РЭ устанавливают режим работы анализатора АРП-1Ц в режим анализа с одновременным определением плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы), выполняют на анализаторе АРП-1Ц пятикратные измерения ($n=5$) плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в потоке и одновременно отбирают из потока анализируемый жидкий технологический продукт (пульпу) для лабораторного измерения плотности с помощью набора ареометров АОН-1.

11.6 Подтверждение диапазона измеряемой плотности пульпы

11.6.1 Подтверждение диапазона измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) на анализаторе АРП-1Ц проводят в ходе проведения первичной поверки по п. 11.5 настоящей методики путем установления факта измерения плотности жидкого

технологического продукта (пульпы) в пределах нормированных значений погрешности в начале, середине и конце заявленного диапазона измерений плотности.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Порог обнаружения химических элементов рассчитывают по формуле

$$\varepsilon = 3 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{N}_\phi - N_{\phi i})^2}{n-1}} \cdot \frac{1}{\xi}, \quad (3)$$

где ξ - чувствительность анализатора АРП-1Ц, определяемая по формуле

$$\xi = \frac{\bar{N}_c - \bar{N}_\phi}{C}, \quad (4)$$

где C - массовая доля определяемого элемента, %.

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по п.11.1, если полученные значения порога обнаружения химических элементов не превышают 0,01 %.

12.2 По результатам n измерений массовой доли i -го элемента в j -ом СО состава рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений массовой доли i -го элемента в j -ом СО состава по формуле (5)

$$S_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{i=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_{ij})^2}, \quad (5)$$

где

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_{ij}, \quad (6)$$

где y_{ij} - i -ое измеренное значение массовой доли i -го элемента в j -ом образце, %;

$\bar{y}_{ij}$ - среднее арифметическое значение массовой доли i -го элемента в j -ом образце, %.

За оценку случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли i -го элемента в j -ом СО состава принимают относительное СКО случайной составляющей погрешности $-S_{rij}$, определяемое по формуле

$$S_{rij} = \frac{S_{ij}}{y_{ij}} \cdot 100\%. \quad (7)$$

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по п.11.2, если рассчитанные по формуле (7) значения S_{rij} не превышают предельных значений, указанных в таблице 4 и нормированных для конкретного поддиапазона измерений в технической документации на анализаторы АРП-1Ц.

Т а б л и ц а 4 – Нормированные значения СКО

Наименование характеристики	Значение характеристики
Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов, %, в поддиапазонах измерений:	
- от 0,05 до 1,0 % включ.	10
- св. 1,0 до 10,0 % включ.	5,0
- св. 10,0 до 50,0 % включ.	3,0
- св. 50,0 до 70,0 % включ.	1,0

12.3 Для определения относительной погрешности измерений массовой доли элементов поверяемого анализатора АРП-1Ц оценивают случайную и систематическую составляющие относительной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава.

Оценку случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава проводят согласно п. 12.2 настоящей методики поверки.

Для оценки систематической составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов вычисляют модули разности между i-ым измеренным значением массовой доли 1-го аттестованного элемента в j-ом СО состава y_{ij} , и его значением, приведенным в паспорте на СО состава y_{Ammlj}

$$\Delta_{Cij}(CO) = |y_{ij} - y_{Ammlj}|. \quad (8)$$

По полученным разностям определяют среднее значение

$$\Delta_{Cj}(CO) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta_{Cij}(CO). \quad (9)$$

За оценку систематической составляющей абсолютной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава с учетом погрешности аттестованного значения 1-го элемента j-ого стандартного образца Δ_{COlj} , принимают значение, рассчитываемое по формуле (10).

$$\Delta_{Cj} = \pm(|\Delta_{Cj}(CO)| + |\Delta_{COlj}|). \quad (10)$$

Оценку систематической составляющей относительной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава определяют по формуле

$$\delta_{Cj} = \frac{\Delta_{Cj}}{y_{Ammlj}} \cdot 100\%. \quad (11)$$

Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов анализаторов АРП-1Ц проводят расчетным путем согласно ГОСТ Р 8.736-2011 «ГСИ».

Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения».

Относительную погрешность измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава вычисляют по формуле

$$\delta_{lj} = \pm K_{lj} \cdot S_{\Sigma lj}, \quad (12)$$

где K_{lj} – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности;

$S_{\Sigma lj}$ – оценка суммарного СКО результата измерения.

Суммарное среднее квадратическое отклонение $S_{\Sigma lj}$ оценки измеряемой величины вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma lj} = \sqrt{(S_{rlj})^2 + \frac{\delta_{clj}^2}{3}}. \quad (13)$$

Коэффициент K_{lj} вычисляют по формуле

$$K_{lj} = \frac{t \cdot S_{rlj} + \delta_{clj}}{S_{rlj} + \sqrt{\frac{\delta_{clj}^2}{3}}}, \quad (14)$$

где t – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности $P=0,95$ в зависимости от числа измерений n находят по таблице, приведенной в ГОСТ Р 8.736-2011, ($t=2,262$ при $n=10$; $P=0,95$).

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по п. 11.3, если полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов находятся в интервале значений, указанных в таблице 5 и нормированных в технической документации на анализаторы АРП-1Ц для конкретного поддиапазона измерений.

Т а б л и ц а 5 – Нормированные значения погрешности

Наименование характеристики	Значение характеристики
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовых долей элементов, %, в поддиапазонах измерений:	
- от 0,05 до 1,0 % включ.	±30
- св. 1,0 до 10,0 % включ.	±25
-св. 10,0 до 50,0 % включ.	±20
-св. 50,0 до 70,0 % включ.	±15

12.4 Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по п.11.4, если подтвержден факт измерений массовой доли элементов в диапазоне от 0,05 % до 70,0 % в пределах нормированных значений погрешности измерений согласно п.12.3 настоящей методики, а диапазон определяемых элементов соответствует заявленному в технической документации анализаторов АРП-1Ц и подтвержден по элементам, максимально близким к интервалу определяемых элементов (например, в диапазоне элементов от титана до свинца) в пределах нормированных значений погрешности измерений согласно п.12.3 настоящей методики.

12.5 Для определения относительной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) на анализаторе АРП-1Ц оценивают случайную и систематическую составляющие погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы).

По результатам n измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы), полученных на анализаторе АРП-1Ц, рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) по формуле

$$S_j = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{i=1}^n (\rho_{ij} - \bar{\rho}_j)^2}, \quad (17)$$

где
$$\bar{\rho}_j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \rho_{ij}, \quad (18)$$

где ρ_{ij} – i -ое измеренное значение плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в j -ой точке диапазона измерений плотности, кг/м^3 ;

$\bar{\rho}_j$ – среднее арифметическое значение плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) по n ($n=5$) измерениям в j -ой точке диапазона измерений плотности, кг/м^3 .

За оценку случайной составляющей относительной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в j -ой точке диапазона измерений принимают относительное СКО случайной составляющей погрешности – S_{rj} , определяемое по формуле

$$S_{rj} = \frac{S_j}{\rho_j} \cdot 100\%. \quad (19)$$

Для оценки систематической составляющей абсолютной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в j -ой точке диапазона измерений вычисляют модули разности между i -ым измеренным значением плотности пульпы с помощью анализатора АРП-1Ц – ρ_{ij} , и значением плотности, измеренным с помощью набора ареометров АОН-1 – $\rho_{СИj}$:

$$\Delta_{Cij}(СИ) = |\rho_{ij} - \rho_{СИj}|. \quad (20)$$

По полученным по формуле (20) разностям определяют среднее значение

$$\Delta_{Cj}(СИ) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta_{Cij}. \quad (21)$$

За оценку систематической составляющей абсолютной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в j -ой точке диапазона измерений с учетом погрешности используемого СИ плотности утвержденного типа – $\Delta_{СИj}$, принимают значение, рассчитываемое по формуле

$$\Delta_{Cj} = \pm(|\Delta_{Cj}(СИ)| + |\Delta_{СИj}|). \quad (22)$$

Выполняют оценку абсолютной погрешности измерений плотности пульпы в j-ой точке диапазоне, выполняемых на анализаторе АКП-1Ц, согласно ГОСТ Р 8.736-2011 «ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения.

Абсолютную погрешность измерений плотности пульпы в j-ой точке диапазоне вычисляют по формуле

$$\Delta_j = \pm K_j \cdot S_{\Sigma j}, \quad (23)$$

где K_j – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности измерений плотности пульпы в j-ой точке диапазоне;

$S_{\Sigma j}$ – оценка суммарного СКО результата измерения плотности, кг/м³.

Суммарное среднее квадратическое отклонение $S_{\Sigma j}$ оценки измеряемой величины вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma j} = \sqrt{(S_j)^2 + \frac{\Delta_{Cj}^2}{3}}. \quad (24)$$

Коэффициент K_j вычисляют по формуле

$$K_j = \frac{t \cdot S_j + \Delta_{Cj}}{S_j + \sqrt{\frac{\Delta_{Cj}^2}{3}}}, \quad (25)$$

где t – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности $P=0,95$ в зависимости от числа измерений n находят по таблице, приведенной в ГОСТ Р 8.736-2011, ($t=2,776$ при $n=5$; $P=0,95$).

Оценку относительной погрешности измерений плотности пульпы в j-ой точке диапазона - δ_j , определяют по формуле

$$\delta_j = \frac{\Delta_j}{\rho_j} \cdot 100\%. \quad (26)$$

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по п. 11.5, если полученные значения относительной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в каждой j-ой точке диапазона измерений не превышают допустимых пределов, нормированных в технической документации на анализаторы АРП-1Ц, т.е. находятся в интервале $\pm 10\%$.

12.6 Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по п.11.6, если подтвержден факт измерений плотности жидкого технологического продукта (пульпы) в

диапазоне от 1000 до 2000 кг/м³ в пределах нормированных значений погрешности измерений согласно п.12.5 настоящей методики.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки анализатора АРП-1Ц заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А, или оформляют протоколом произвольной формы.

13.2 Положительные результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

13.3 В случае отрицательных результатов поверки поверяемый анализатор АРП-1Ц признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты в соответствии с действующим на момент проведения поверки порядком.

Разработчики:

Зав. лабораторией 223 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.В. Соби́на

Ведущий инженер лаб. 223 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.А. Ким

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Наименование организации, проводившей поверку
Аттестат аккредитации, № _____

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____
от «__» _____ 20__ г.

Наименование и тип СИ _____

Изготовитель _____

Принадлежит _____

Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ: _____

Зав. №, дата выпуска _____

Тип датчика (шихтовой ДРЦ-Ш или пульповой ДРЦ-П) _____

Проверка проведена в соответствии с документом МП 100-223-2020 «ГСИ. Анализаторы рентгенорадиометрические поточные цифровые АРП-1Ц. Методика поверки».

Средства поверки: _____

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С
- относительная влажность воздуха, %
- атмосферное давление, кПа

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

А.1 Внешний осмотр _____

А.2 Проверка соответствия программного обеспечения _____

Идентификационное наименование и номер версии ПО поверяемого анализатора АРП-1Ц соответствуют (не соответствуют) заявленным в описании типа и методике поверки.

А.3 Опробование _____

А.4 Определение метрологических характеристик средства измерений

А.4.1 Определение порога обнаружения химических элементов

Результаты проверки порога обнаружения химических элементов в соответствии с п.11.1 методики поверки, приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Номер ГСО						
Элемент	Ti (Титан)		Co (Кобальт)		Pb (Свинец)	
№ измерения	пик	фон	пик	фон	пик	фон
1						
2						
...						
n=10						
Среднее значение (пик)						
Среднее значение (фон)						
Чувствительность прибора, %						
Порог обнаружения, %						

Порог обнаружения химических элементов не превышает (превышает) 0,01 %.

А.4.2 Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов

А.4.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов

А.4.4 Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов (только при первичной поверке)

Результаты измерений массовых долей элементов в СО состава и определения относительной погрешности измерений и ее составляющих в соответствии с п.11.2, п.11.3 методики поверки приведены в таблице А.2.

Таблица А.2

Номер (индекс) СО состава			
Элемент и аттестованное значение элемента в СО состава			
	Результаты измерений массовой доли элементов в СО состава, %		
1			
2			
...			
n=10			
Среднее значение, $\bar{y}_{ij}$, %			
СКО результата измерений, S_{ij} , %			
Относительное СКО случ. составл. погрешности, $S_{r ij}$, %			
Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности, %			
Систематическая составляющая относительной погрешности, $\delta_{c ij}$, %			
Коэффициент K_{ij}			
Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma ij}$, %			
Относительная погрешность результата измерений, δ_{ij} , %			
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовых долей элементов, %			

Полученные значения относительного СКО случайной составляющей погрешности измерений массовых долей элементов не превышают (превышают) значения, нормированные в технической документации на анализаторы АРП-1Ц для конкретного поддиапазона измерений.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовых долей элементов находятся (не находятся) в интервале значений, нормированных в технической документации на анализаторы АРП-1Ц для конкретного поддиапазона измерений.

Только при первичной поверке:

Определяемые элементы и диапазон измеряемых массовых долей элементов на анализаторе АРП-1Ц соответствуют (не соответствуют) установленным в технической документации на анализаторы АРП-1Ц.

А.4.5 Определение относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы)

А.4.6 Подтверждение диапазона измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) *(только при первичной поверке)*

Результаты измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) и определения относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) и ее составляющих в соответствии с п.11.5 методики поверки приведены в таблице А.3.

Т а б л и ц а А.3

Результат измерения плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) с помощью ареометра из набора АОН-1, кг/м ³	
	Результаты измерения плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) на анализаторе АРП-1Ц, кг/м ³
1	
2	
...	
n=5	
Среднее значение плотности, $\bar{\rho}_j$, кг/м ³	
СКО результата измерений, S_j , кг/м ³	
Относительное СКО случ. составл. погрешности, S_{rj} , %	
Систематическая составляющая относительной погрешности, δ_{cj} , %	
Коэффициент K_j	
Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma j}$, %	
Относительная погрешность результата измерений плотности, δ_j , %	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений плотности пульпы, %	

Полученные значения относительной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) не превышают (превышают) допускаемые пределы, т.е. находятся (не находятся) в интервале $\pm 10\%$.

Только при первичной поверке:

Диапазон измерений плотности пульпы соответствует (не соответствует) установленному в технической документации на анализаторы АРП-1Ц.

Заключение:

Анализатор АРП-1Ц, зав. №_____, признан пригодным (непригодным) к применению.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____ от _____.

Срок действия свидетельства до _____.

Поверитель

(подпись)

(Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку _____.