

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» (ФГУП УНИИМ)
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

« 23 » 12 2014 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 52-223-2014

Екатеринбург
2014

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА

Государственным центром испытаний средств измерений (ГЦИ СИ) – ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ

Терентьев Г.И., Ким Н.А.

3 ПОДГОТОВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ

Лабораторией физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

4 УТВЕРЖДЕНА

ФГУП «УНИИМ»

2014 г.

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА

ФГУП «УНИИМ»

2014 г.

6 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Операции поверки	1
4 Средства поверки.....	2
5 Требования безопасности	3
6 Требования квалификации поверителей.....	3
7 Условия поверки и подготовка к ней.....	3
8 Проведение поверки	4
9 Оформление результатов поверки	13
Приложение А (рекомендуемое). Форма протокола поверки	14

Государственная система обеспечения единства измерений
АНАЛИЗАТОРЫ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКИЕ
ПОТОЧНЫЕ ЦИФРОВЫЕ АРП-1Ц
Методика поверки

Дата введения 2015-

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгено-радиометрические поточные цифровые АРП-1Ц (далее по тексту – анализаторы АРП-1Ц), предназначенные для измерения 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.

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок анализаторов АРП-1Ц.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов

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 8.563-2009 ГСИ. Методики (методы) измерений

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

ПР 50.2.006-94 ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений

РД 153-34.0-03.150-00 ПОТ Р М-016-2001 «Межотраслевые правила по охране труда при эксплуатации электроустановок»

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

НРБ-99/2009 СанПиН 2.6.1.1015-01 «Нормы радиационной безопасности».

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки анализаторов АРП-1Ц выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой из операций, указанной в таблице 1, поверку прекращают и признают поверяемый анализатор АРП-1Ц непригодным к применению.

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	Да	Да
Проверка мощности эквивалентной дозы ионизирующего излучения	8.2	Да	Да
Проверка электрической прочности изоляции	8.3	Да	Нет
Проверка электрического сопротивления изоляции	8.4	Да	Нет
Опробование	8.5	Да	Да
Проверка порога обнаружения элементов	8.6	Да	Да
Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов	8.7	Да	Да
Проверка относительной погрешности измерений массовой доли элементов	8.8	Да	Да
Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов	8.9	Да	Да
Проверка относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы)	8.10	Да *	Да *
Подтверждение диапазона измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы)	8.11	Да *	Нет *
* Поверку по 8.10, 8.11 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.			

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки анализаторов АРП-1Ц применяют:

4.1.1 Стандартные образцы (СО) массовой доли элемента в твердой основе – ГСО 10020-2011 (Ti), ГСО 10017-2011 (Co), ГСО 10018-2011 (Pb) с массовой долей элементов 1,0 %, границы относительной погрешности ± 5 %.

4.1.2 Фоновый образец на основе борной кислоты – ГСО 10022-2011, аттестованное значение 99,90 %, границы относительной погрешности $\pm 0,1$ %.

4.1.3 СО состава латуни оловянно-свинцовой (комплект М171) – ГСО 6319-92÷6323-92 (Cu – (64,1÷72,5) %, $\Delta=(0,5\div0,7)$ %; Zn – (22,8÷26,9) %, $\Delta=(0,6\div0,7)$ %; Pb – (1,17÷3,24) %, $\Delta=(0,09\div0,20)$ %; Mn – (0,37÷1,05) %, $\Delta=(0,02\div0,06)$ %; Sn – (0,53÷1,60) %, $\Delta=(0,03\div0,11)$ %; Sb – (0,08÷0,15) %, $\Delta=(0,006\div0,01)$ %), образцы с индексами 1711, 1713.

4.1.4 СО состава феррованадия – ГСО 51-92П (V – 42,6 %, $\Delta=0,1$ %; Mn – 3,30 %, $\Delta=0,02$ %; Cr – 1,21 %, $\Delta=0,01$ %, Cu – 0,204, $\Delta=0,01$ %).

4.1.5 СО состава ферротитана – ГСО 8023-94 (Ti – 70,0 %, $\Delta=0,1$ %; Fe – 19,74 %, $\Delta=0,06$ %; Cu – 0,113 %, $\Delta=0,005$ %; Mo – 0,92 %, $\Delta=0,01$ %; Ni – 0,60 %, $\Delta=0,01$ %; Sn – 0,100 %, $\Delta=0,002$ %).

4.1.6 Набор ареометров АОН-1 по ГОСТ 18481-81 с абсолютной погрешностью измерений плотности ± 1 кг/м³, диапазон измерений от 700 до 1840 кг/м³.

4.1.7 Мегаомметр М 4100/3, диапазон измерений от 0 до 100 МОм, класс точности 1,0.

4.1.8 Секундомер механический СОСпр-26-2-010, диапазоны измерений от 0 до 60 с с ценой деления шкалы 0,2 с и от 0 до 60 мин с ценой деления шкалы 1 мин, класс точности 2.

4.1.9 Прибор для испытания электрической прочности изоляции УПУ-10, диапазон выходного испытательного напряжения от 0,2 до 10 кВ.

4.1.10 Дозиметр-радиометр ДРБП-03 в комплекте с выносным блоком детектирования БДГ-01, диапазон измерений мощности эквивалентной дозы (МЭД) от 0,1 до 1000 мкЗв/ч, пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений МЭД $\pm(15+4/N) \%$, где N – измеренные численные значения МЭД, мкЗв/ч.

4.1.11 Рулетка измерительная РФ2-5-19 «ЭНКОР-1», диапазон измерений от 0 до 5 м, цена деления 1 мм, класс точности 3.

П р и м е ч а н и е – Допускается применение других ГСО состава, утвержденных в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315, соответствующих области применения анализатора АРП-1Ц, предназначенных для градуировки, поверки и контроля точности измерений рентгено-флуоресцентных анализаторов (спектрометров), и средств измерений с метрологическими характеристиками, обеспечивающими необходимую точность.

4.1.12 Жидкий технологический продукт (пульпа) различной плотности, соответствующей началу, середине и концу диапазона измерений плотности анализатора АРП-1Ц.

4.2 Для проведения поверки анализаторов АРП-1Ц могут быть использованы стандартизованные или аттестованные в соответствии с ГОСТ Р 8.563 методики измерений, отвечающие области применения анализаторов АРП-1Ц, если анализатор АРП-1Ц включен в перечень средств измерений, указанных в методиках измерений.

П р и м е ч а н и е – При отсутствии стандартизованных или аттестованных в соответствии с ГОСТ Р 8.563 методик измерений проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят согласно 8.8.

5 Требования безопасности

При проведении поверки анализаторов АРП-1Ц соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019, РД 153-34.0-03.150-00 ПОТ Р М-016-2001 «Межотраслевые правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», а также требования «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)» и «Норм радиационной безопасности (НРБ-99/2009)».

6 Требования к квалификации поверителей

К поверке анализаторов АРП-1Ц допускаются лица, изучившие «Руководство по эксплуатации» поверяемого средства измерений, правила техники безопасности при работе с ним, настоящую методику поверки, имеющие допуск к работе с источниками ионизирующего излучения и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений физико-химического состава и свойств веществ.

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 Проверку анализаторов АРП-1Ц за исключением п. 8.10, 8.11 при наличии пульпового датчика ДРЦ-П проводят в статическом режиме в лабораторных условиях с помощью СО состава утвержденного типа, указанных в разделе 4, для чего поверяемый анализатор АРП-1Ц демонтируют с измерительной позиции согласно «Руководству по эксплуатации».

7.2 Поверку анализаторов АРП-1Ц согласно ГОСТ 8.395 проводят при следующих условиях:

- | | |
|--------------------------------------|---------------|
| - температура окружающей среды, °С | 20±5; |
| - относительная влажность воздуха, % | от 30 до 60; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106. |

7.3 Перед проведением поверки проверяют наличие эксплуатационной документации (ЭД) на анализаторы АРП-1Ц («Руководство по эксплуатации», «Руководство пользователя программного обеспечения», «Паспорт», «Инструкция по зарядке»), проводят подготовку поверяемого анализатора АРП-1Ц к работе в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре поверяемого анализатора АРП-1Ц устанавливают:

- соответствие комплектности (без запасных частей) и внешнего вида требованиям «Руководства по эксплуатации»;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- наличие маркировки и четких надписей на основных блоках анализатора;
- исправность органов управления анализатора.

При обнаружении какого-либо несоответствия поверку не проводят.

8.2 Проверка мощности эквивалентной дозы ионизирующего излучения

Анализатор АРП-1Ц комплектуется радионуклидными источниками, генерирующими ионизирующее излучение, поэтому при поверке проверяют поверяемый анализатор на радиационную безопасность. При этом проверяют жесткость механического крепления радионуклидного источника в датчике анализатора АРП-1Ц и достаточность защиты от ионизирующего излучения в рабочем состоянии датчика анализатора АРП-1Ц.

Проводят проверку мощности эквивалентной дозы ионизирующего излучения с помощью дозиметр-радиометра ДРБП-03, указанного в 4.1.10, устанавливая соответствие поверяемого анализатора требованиям документов «Нормы радиационной безопасности» СанПин 2.6.1.2523-09 (НРБ-99/2009) и «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности» СП 2.6.1.2612-10 (ОСПОРБ 99/2010).

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по 8.2, если мощность эквивалентной дозы излучения на поверхности и на расстоянии 1 м от поверхности датчика анализатора АРП-1Ц с радионуклидным источником (РИ) не превышает 100 мкЗв/ч и 3,0 мкЗв/ч, соответственно.

8.3 Проверка электрической прочности изоляции

Требования к изоляции распространяются на электрические цепи СИ, доступ к которым возможен без вскрытия (демонтажа) СИ, т.е. на первичные электрические цепи.

Электрическую прочность изоляции первичных электрических цепей анализатора АРП-1Ц проверяют приложением синусоидального напряжения от прибора для испытания электрической прочности изоляции УПУ-10, указанного в 4.1.9, между заземленными деталями поверяемого анализатора и проводом испытываемой цепи в течение 1 мин, испытательное напряжение – не менее 1,5 кВ.

Испытательное напряжение прикладывают к замкнутым между собой контактам сетевой вилки и контакту заземления анализатора АРП-1Ц. При этом электрическое питание анализатора АРП-1Ц должно быть отключено. Сетевые предохранители должны быть вынуты.

Подачу испытательного напряжения проводят со значения, не превышающего рабочего напряжения, равного 220 В.

Повышение и понижение испытательного напряжения следует проводить плавно со скоростью, допускающей возможность снятия показаний, но не более 100 В/с. Изоляцию первичных электрических цепей анализатора АРП-1Ц выдерживают под действием испытательного напряжения в течение 1 мин. Затем напряжение плавно снижают до нуля.

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по 8.3, если электрического пробоя изоляции не произошло.

8.4 Проверка электрического сопротивления изоляции

Проверку электрического сопротивления изоляции первичных электрических цепей анализатора АРП-1Ц проводят с помощью мегаомметра М 4100/3, указанного в 4.1.7, при напряжении постоянного тока 500 В. Мегомметр подключают между объединенными вместе зажимами цепей питания и корпусом анализатора АРП-1Ц. Испытательное напряжение прикладывают к каждому контакту вилки сетевого питания и контакту заземления анализатора АРП-1Ц. При этом электрическое питание анализатора должно быть отключено, сетевые предохранители должны быть вынуты. Измерение электрического сопротивления изоляции проводят через 1 мин после приложения испытательного напряжения или меньшее время, если показания мегаомметра стабилизируются.

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по 8.4, если электрическое сопротивление изоляции при нормальных климатических условиях составляет не менее 20 МОм.

8.5 Опробование

Процедура опробования включает в себя проверку работоспособности (п. 8.5.1) и проверку идентификационных данных программного обеспечения (п. 8.5.2) поверяемого анализатора АРП-1Ц.

8.5.1 Включают анализатор АРП-1Ц как указано в «Руководстве по эксплуатации». Проверяют, что все режимы работы, а также параметры, соответствующие заданному режиму, высвечиваются на мониторе управляющего компьютера анализатора АРП-1Ц. Выбор необходимого режима измерений, а также выполнение команд, производят в соответствии «Руководством по эксплуатации» и «Руководством пользователя ПО».

8.5.2 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) поверяемого анализатора АРП-1Ц.

Проверку идентификационных данных программного обеспечения (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. Идентификационное наименование и номер версии ПО поверяемого анализатора АРП-1Ц должны соответствовать данным, приведенным в таблице 2.

Цифровой идентификатор ПО поверяемого анализатора АРП-1Ц проверяют с помощью программы MD5summer (программа находится в свободном доступе на сайте <http://fresoft.ru>). Для этого установочную папку программы AnalyzerNet.exe открывают через окно «Обзор» программы MD5summer. Вычисленный цифровой идентификатор ПО должен соответствовать указанному в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Идентификационные данные ПО анализатора АРП-1Ц

Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер программного обеспечения)	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
AnalyzerNet.exe	2.1.0	732df8263043c318 c5d6e142e7fd05bf	MD5summer

8.6 Проверка порога обнаружения элементов

Проверку порога обнаружения элементов проводят путем измерения набора импульсов от СО состава утвержденного типа, содержащим элементы Са, Си и Pb или близкие к ним по атомному номеру элементы с массовой долей элемента ≤ 1 %. СО состава не должны содержать других элементов, линии характеристического излучения которых накладываются на линии анализируемых элементов.

Порог обнаружения определяют при помощи стандартных образцов по 4.1.1 и фоновому образцу по 4.1.2, в котором отсутствует определяемый элемент, в следующей последовательности:

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

$$\bar{N}_C = \sum_{i=1}^n N_{Ci} ; \quad (8.1)$$

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

$$\bar{N}_\phi = \sum_{i=1}^n N_{\phi i} . \quad (8.2)$$

Порог обнаружения элементов рассчитывают по формуле

$$\varepsilon = 3 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{N}_\phi - N_{\phi i})^2}{n-1}} \cdot \frac{1}{\xi}, \quad (8.3)$$

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

$$\xi = \frac{\bar{N}_C - \bar{N}_\phi}{C}, \quad (8.4)$$

где C – массовая доля определяемого элемента, %.

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по 8.6, если полученные значения порога обнаружения химических элементов не превышают 0,01 %.

8.7 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Проверку СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов анализатора АРП-1Ц проводят с помощью СО состава утвержденного типа (ГСО), указанных в 4.1.3 – 4.1.5. Используют не менее двух типов ГСО состава в зависимости от назначения анализатора АРП-1Ц с массовыми долями определяемых элементов, перекрывающими весь диапазон измерений анализатора АРП-1Ц.

Проверку СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят по 3-6 элементам из аттестованных в ГСО состава с содержанием исследуемых элементов из четырех поддиапазонов измерений, указанных в технической документации анализатора 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, Ni, Mo.

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.

В соответствии с «Руководством по эксплуатации» выполняют на анализаторе АРП-1Ц десятикратные измерения ($n=10$) массовой доли исследуемого элемента в j -ом СО состава с повторной установкой образца. Время единичного измерения 270 с.

По результатам n измерений массовой доли l -го элемента в j -ом СО состава рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений массовой доли l -го элемента в j -ом СО состава по формуле (8.5)

$$S_{lj} = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{i=1}^n (y_{ilj} - \bar{y}_{lj})^2}, \quad (8.5)$$

где

$$\bar{y}_{lj} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_{ilj}, \quad (8.6)$$

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

\bar{y}_{lj} – среднее арифметическое значение массовой доли l -го элемента в j -ом образце, %.

За оценку случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли l -го элемента в j -ом СО состава принимают относительное СКО случайной составляющей основной погрешности – S_{rlj} , определяемое по формуле

$$S_{rlj} = \frac{S_{lj}}{y_{lj}} \cdot 100\%. \quad (8.7)$$

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по 8.7, если рассчитанные по формуле (8.7) значения S_{rlj} не превышают допускаемого предела, нормированного для

конкретного поддиапазона в технической документации на анализаторы АРП-1Ц и указанного в таблице 3, либо, в случае использования стандартизированной или аттестованной методики измерений, должны быть меньше или равны приписанных значений показателя точности (СКО повторяемости) используемой методики измерений, выраженного в относительной форме.

Т а б л и ц а 3 – Нормированные значения СКО

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

8.8 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов анализатора АРП-1Ц проводят с помощью СО состава утвержденного типа (ГСО), указанных в 4.1.3 – 4.1.5. Используют не менее двух ГСО состава в зависимости от назначения анализатора АРП-1Ц с массовыми долями определяемых элементов, перекрывающими весь диапазон измерений анализатора АРП-1Ц.

Проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят по 3-6 элементам из аттестованных в ГСО состава с содержанием исследуемых элементов из четырех поддиапазонов измерений, указанных в технической документации анализатора АРП-1Ц. Рекомендуемые для измерений ГСО и определяемые элементы указаны в 8.7.

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.

Проверку относительной погрешности измерений массовой доли элементов и ее составляющих проводят по следующему алгоритму.

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

Для этого в соответствии с «Руководством по эксплуатации» в одинаковых для лаборатории условиях выполняют на поверяемом анализаторе АРП-1Ц десятикратные измерения ($n=10$) массовой доли 1-го исследуемого элемента в j-ом СО состава с повторной установкой образца. Время единичного измерения 270 с.

Проводят оценку случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли 1-го элемента в j-ом СО состава согласно 8.7.

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 СО состава – y_{Ammlj} :

$$\Delta_{cilj}(CO) = |y_{ij} - y_{Ammlj}|. \quad (8.8)$$

По полученным разностям определяют среднее значение

$$\Delta_{clj}(CO) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta_{cli}(CO). \quad (8.9)$$

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 (8.10)

$$\Delta_{clj} = \pm(|\Delta_{clj}(CO)| + |\Delta_{colj}|). \quad (8.10)$$

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

$$\delta_{clj} = \frac{\Delta_{clj}}{y_{lj}} \cdot 100\%. \quad (8.11)$$

Определение относительной погрешности измерений массовой доли элементов проводят расчетным путем согласно ГОСТ Р 8.736.

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

$$\delta_{lj} = \pm K_{lj} \cdot S_{\Sigma j}, \quad (8.12)$$

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

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

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

$$S_{\Sigma j} = \sqrt{(S_{rlj})^2 + \frac{\delta_{clj}^2}{3}}. \quad (8.13)$$

Коэффициент k_{lj} вычисляют по формуле

$$k_{lj} = \frac{t \cdot S_{rlj} + \delta_{clj}}{S_{rlj} + \sqrt{\frac{\delta_{clj}^2}{3}}}, \quad (8.14)$$

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, ($t(n=10; P=0,95)=2,262$).

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку 8.8, если полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли элементов не превышают допустимых пределов, нормированных в технической документации на анализаторы АРП-1Ц для конкретного поддиапазона измерений и указанных в таблице 4.

П р и м е ч а н и е – При наличии стандартизованной или аттестованной в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563 методики измерений, сравнивают полученные значения относительного СКО случайной составляющей погрешности – S_{rij} , относительной систематической составляющей погрешности – δ_{cij} , и относительной погрешности измерений массовой доли i -го элемента – δ_{ij} , с показателями точности, указанными в стандартизованной или аттестованной методике измерений для i -го элемента в соответствующем поддиапазоне измерений. Для признания анализатора АРП-1Ц выдержавшим поверку значения S_{rij} , δ_{cij} и δ_{ij} должны быть меньше или равны приписанных значений показателей точности методики измерений, выраженных в относительной форме.

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

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

8.9 Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов

Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов проводят в ходе проведения поверки по 8.8, используя ГСО состава по 4.1.3 – 4.1.5 с аттестованными значениями массовых долей элементов, совпадающими или перекрывающими диапазон измерений массовой доли, указанный в технической документации на анализаторы АРП-1Ц. Устанавливают факт измерения массовых долей элементов в четырех выделенных поддиапазонах измерений в пределах нормированных значений погрешности измерений по 8.8.

Диапазон определяемых элементов установлен в технической и эксплуатационной документации на анализаторы АРП-1Ц и распространяется на элементы от кальция до урана. Диапазон определяемых элементов подтверждают не менее чем по пяти элементам из начала, середины и конца заявленного диапазона (по 1-2 элемента из каждого поддиапазона) в ходе проведения поверки по 8.8 с помощью ГСО состава по 4.1.3 – 4.1.5, содержащим кальций и уран или элементы, близкие к ним по атомному номеру. Устанавливают факт измерения массовых долей этих элементов и воспроизведения аттестованных значений массовых долей элементов, указанных в паспорте ГСО состава в пределах нормированных значений погрешности измерений.

8.10 Проверка относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы)

Проверку относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) анализаторов АРП-1Ц проводят помощью набора ареометров АОН-1, указанного в 4.1.6 настоящей методике, или с помощью других средств измерений (СИ) плотности жидкости (пульпы) утвержденного типа, обеспечивающих необходимую точность измерений.

Проводят измерение плотности 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 анализатора АРП-1Ц.

Для проверки 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).

Для этого в соответствии с «Руководством по эксплуатации» выполняют в потоке на анализаторе АРП-1Ц пятикратные измерения ($n=5$) плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы). По результатам n измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) по (8.15) и принимают его за оценку случайной составляющей абсолютной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы).

$$S_j = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{i=1}^n (\rho_{ij} - \bar{\rho}_j)^2}, \quad (8.15)$$

где

$$\bar{\rho}_j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \rho_{ij}, \quad (8.16)$$

где ρ_{ij} – i -ое измеренное значение плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в j -ой точке диапазона измерений, 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, 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 относительной погрешности – S_{rj} , определяемое по формуле

$$S_{rj} = \frac{S_j}{\rho_j} \cdot 100\%. \quad (8.17)$$

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 ее значением, измеренным с помощью набора ареометров АОН-1 – $\rho_{СИj}$:

$$\Delta_{Cij}(СИ) = |\rho_{ij} - \rho_{СИj}|. \quad (8.18)$$

По полученным разностям по формуле (8.18) определяют среднее значение

$$\Delta_{Cj}(СИ) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta_{Cij}. \quad (8.19)$$

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 (8.20)

$$\Delta_{Cj} = \pm (|\Delta_{Cj}(СИ)| + |\Delta_{СИj}|). \quad (8.20)$$

Оценку систематической составляющей относительной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в j -ой точке диапазона измерений определяют по формуле

$$\delta_{Cj} = \frac{\Delta_{Cj}}{\rho_{ij}} \cdot 100\%. \quad (8.21)$$

Определение относительной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) проводят расчетным путем согласно ГОСТ Р 8.736.

Относительную погрешность измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в j -ой точке диапазона измерений вычисляют по формуле

$$\delta_j = \pm K_j \cdot S_{\Sigma j}, \quad (8.22)$$

где K_j – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности;

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

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

$$S_{\Sigma j} = \sqrt{(S_{rj})^2 + \frac{\delta_{cj}^2}{3}}. \quad (8.23)$$

Коэффициент k_j вычисляют по формуле

$$k_j = \frac{t \cdot S_{rj} + \delta_{cj}}{S_{rj} + \sqrt{\frac{\delta_{cj}^2}{3}}}, \quad (8.24)$$

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, ($t(n=5; P=0,95)=2,776$).

Считают, что анализатор АРП-1Ц выдержал поверку по 8.10, если полученные значения относительной погрешности измерений плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) не превышают допускаемых пределов, нормированных в технической документации на анализаторы АРП-1Ц, т.е. находятся в интервале $\pm 10 \%$.

8.11 Подтверждение диапазона измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы)

Подтверждение диапазона измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) на анализаторе АРП-1Ц проводят в ходе проведения поверки по 8.10 настоящей методики путем установления факта измерения плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы) в пределах нормированных значений погрешности в начале, середине и конце заявленного диапазона измерений плотности. При этом согласно «Руководству по эксплуатации» устанавливают режим работы анализатора АРП-1Ц в режим анализа с одновременным определением плотности жидкого технологического промышленного продукта (пульпы).

Примечание – Поверку по 8.10, 8.11 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.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А. Протокол поверки хранят до следующей поверки.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке в соответствии с ПР 50.2.006.

9.3 В случае отрицательных результатов поверки анализатор АРП-1Ц признают непригодным к применению, свидетельство о предыдущей поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»



Г.И. Терентьев



Н.А. Ким

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____
от « ____ » _____ 20__ г.

Наименование и тип СИ _____
Принадлежит _____
Зав. №, дата выпуска _____
Изготовитель _____
Средства поверки _____

Наименование и шифр методики измерений (при наличии) _____

Проверка проведена в соответствии с документом МП 52-223-2014 «ГСИ. Анализаторы
рентгенорадиометрические поточные цифровые АРП-1Ц. Методика поверки».

Условия поверки:

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

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

A.1 Внешний осмотр _____

A.2 Проверка мощности эквивалентной дозы ионизирующего излучения
Проверка по 8.2 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

A.3 Проверка электрической прочности изоляции
Проверка по 8.3 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

A.4 Проверка электрического сопротивления изоляции
Проверка по 8.4 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

A.5 Опробование _____

Номер версии и цифровой идентификатор ПО анализатора АРП-1Ц соответствуют
(не соответствуют) заявленным в таблице 2.

Проверка по 8.5 настоящей методики проведена с положительным (отрицательным)
результатом.

A.6 Проверка порога обнаружения элементов

Результаты проверки порога обнаружения элементов в соответствии с 8.6 методики
поверки, приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1

ГСО, элемент	ГСО 10020-2011 (Ti)		ГСО 10017-2011 (Co)		ГСО 10018-2011 (Pb)	
№ измерения	пик	фон	пик	фон	пик	фон
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
Среднее значение (пик)						
Среднее значение (фон)						
Чувствительность прибора						
Порог обнаружения, %						

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

А.7 Проверка СКО случайной составляющей относительной погрешности измерений массовой доли элементов

А.8 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли элементов

Результаты измерений массовой доли элементов в ГСО состава и оценки характеристик погрешности измерений массовой доли элементов в соответствии с 8.7 и 8.8 методики поверки, приведены в таблице А.2.

Т а б л и ц а А.2

Номер (индекс) ГСО			
Элемент и аттестованное значение элемента в ГСО			
	Результаты измерения массовой доли элемента в ГСО, %		
1			
2			
...			
n=10			
Среднее значение, \bar{y}_{ij} , %			
СКО результата измерений, S_{ij} , %			
СКО случ. составл. относительной погрешности, S_{rij} , %			
Нормированное значение СКО случайной составляющей относительной погрешности, %			
Систематическая составляющая относительной погрешности, δ_{Cij} , %			

Окончание таблицы А.2

Коэффициент k_{ij}			
Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma ij}$, %			
Относительная погрешность результата измерений, δ_{ij} , %			
Нормированное значение относительной погрешности, %			

Относительная погрешность измерений массовой доли определяемых элементов, СКО случайной составляющей относительной погрешности не превышают (превышают) нормированные значения.

Проверка по 8.7, 8.8 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.9 Подтверждение диапазона измерений массовой доли элементов и диапазона определяемых элементов

Диапазон измерений массовой доли элементов и диапазон определяемых элементов соответствует (не соответствует) заявленному.

Проверка по 8.9 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.10 Проверка относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы)

Результаты измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) и оценки характеристик погрешности измерений относительной погрешности измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) в соответствии с 8.10 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 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	
СКО случ. составл. относительной погрешности, S_{η} , %	
Систематическая составляющая относительной погрешности, δ_{cj} , %	
Коэффициент k_{ij}	
Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma ij}$, %	

Окончание таблицы А.3

Относительная погрешность результата измерений плотности, δ_j , %	
Нормированное значение отн. погрешности плотности, %	

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

Проверка по 8.10 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

А.11 Подтверждение диапазона измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы)

Диапазон измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) соответствует (не соответствует) заявленному.

Проверка по 8.11 проведена с положительным (отрицательным) результатом.

Заключение:

Анализатор АРП-1Ц годен (не годен) к применению.

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

Срок действия свидетельства до _____.

Поверитель

_____ (подпись)

_____ (Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку _____.