

**ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ**



УТВЕРЖДАЮ
Зам. директора ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

_____ 2018 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**АНАЛИЗАТОР ЦИФРОВОЙ РЕНТГЕНРАДИОМЕТРИЧЕСКИЙ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОДУКТОВ В ПОТОКЕ
АКП-1Ц**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 40-223-2008

(с изменением № 2)

Екатеринбург
2018

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА

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 аттестации стандартных образцов
ФГУП «УНИИМ»

4 УТВЕРЖДЕНА

ФГУП «УНИИМ» 16.06.2008 г.

Изменение № 1 утверждено ФГУП «УНИИМ» 12.07.2013 г.

Изменение № 2 утверждено ФГУП «УНИИМ» 14.05.2018 г.

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА

ФГУП «УНИИМ»

2008 г.

6 ВЗАМЕН МП 40-223-2008 с изменением № 1 от 12.07.2013 г.

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Операции поверки.....	2
4 Средства поверки.....	2
5 Требования безопасности.....	3
6 Условия поверки и подготовка к ней.....	4
7 Проведение поверки.....	4
8 Оформление результатов поверки.....	11
Приложение А (рекомендуемое). Форма протокола поверки.....	13

Государственная система обеспечения единства измерений
АНАЛИЗАТОР ЦИФРОВОЙ РЕНТГЕНРАДИОМЕТРИЧЕСКИЙ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОДУКТОВ В ПОТОКЕ АКП-1Ц
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 40-223-2008 (с изменением № 2)

Дата введения 2018-05-14

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на анализатор цифровой рентгено-радиометрический технологических продуктов в потоке АКП-1Ц (далее по тексту – анализатор АКП-1Ц), предназначенный для количественного определения массовых долей химических элементов от кальция до урана в диапазоне от 0,05 до 70,0 % в технологических продуктах переработки минерального сырья, горных пород, руд, пульпообразных, жидких, твердых и сыпучих материалах в потоке (пульпопроводе, проточных емкостях, на ленте транспортера и т.п.), а также определения плотности пульпы непосредственно в технологических потоках без отбора проб в диапазоне от 1000 до 2000 кг/м³.

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок анализатора АКП-1Ц.

Периодическую поверку анализатора АКП-1Ц, предназначенного для измерений (воспроизведения) нескольких величин, но используемого для измерений (воспроизведения) меньшего числа величин, допускается проводить для меньшего числа величин на основании письменного заявления владельца средства измерений. Соответствующая запись должна быть сделана в свидетельстве о поверке.

Интервал между поверками – 1 год.

Раздел 1 (Измененная редакция, Изм. № 2)

2 Нормативные ссылки

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

ГОСТ 8.024-2002 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений плотности

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

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

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)

Приказ Минпромторга России от 02 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

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.

Раздел 2 (Измененная редакция, Изм. № 1, 2)

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки анализатора АКП-1Ц выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой из операций, указанных в таблице 1, поверку прекращают и признают поверяемый анализатор АКП-1Ц несоответствующим установленным в описании типа метрологическим требованиям и непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

3.2 (Измененная редакция, Изм. № 2)

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	7.1	Да	Да
Опробование	7.2	Да	Да
Проверка порога обнаружения химических элементов	7.3	Да	Да
Подтверждение диапазона определяемых элементов и диапазона измеряемых массовых долей элементов	7.4	Да	Нет
Проверка основной относительной погрешности измерений массовых долей элементов и ее составляющих	7.5	Да	Да
Проверка нестабильности показаний за 8 часов непрерывной работы	7.6	Да	Нет
Подтверждение диапазона измеряемой плотности пульпы	7.7	Да*	Нет*
Проверка относительной погрешности измерений плотности пульпы	7.8	Да*	Да*

* Поверку по 7.7, 7.8 настоящей методики проводят только в случае, если анализатор АКП-1Ц предназначен для анализа пульпы, пульпообразного или жидкого технологического продукта.

Таблица 1 (Измененная редакция, Изм. № 2)

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

4.1.1 Стандартные образцы (СО) массовой доли элемента в твердой основе: КО-100, КО-83, КО-91 – ГСО 10020-2011 (Ti), ГСО 10017-2011 (Co), ГСО 10018-2011 (Pb) с массовой долей элементов 1,0 %, границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 5\%$.

4.1.2 Фоновый образец на основе борной кислоты (КО-163) – ГСО 10022-2011, массовая доля борной кислоты 99,83 %, границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 0,10$ %.

4.1.1, 4.1.2 (Измененная редакция, Изм. № 1, 2)

4.1.3 СО состава ферротитана типа ФТи70С1 (Ф30) – ГСО 8023-94 (рекомендуемые элементы: Ti, Fe, V, Cu, Mo, Zr, Sn), абсолютная погрешность аттестованных значений массовых долей элементов от 0,001 до 0,1 %.

4.1.3 (Измененная редакция, Изм. № 2)

4.1.4 (Исключен, Изм. № 2)

4.1.5 СО состава шлака ванадиевого типа ШВД-1 (Ш9) – ГСО 1524-90П (рекомендуемые компоненты: V_2O_5 ; CaO; MnO; железо общее), абсолютная погрешность аттестованных значений массовых долей компонентов от 0,03 до 0,1 %.

4.1.5 (Измененная редакция, Изм. № 2)

П р и м е ч а н и е – Допускается применение других СО состава, утвержденных в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315, соответствующих области применения анализатора АКП-1Ц и предназначенных для градуировки, поверки и контроля погрешности измерений рентгеноспектральной аппаратуры. Выбор СО состава для поверки анализатора АКП-1Ц при проверке относительной погрешности измерений массовых долей элементов и ее составляющих может быть ограничен областью применения и видом веществ и материалов, анализируемых на поверяемом анализаторе АКП-1Ц, на основании письменного заявления владельца средства измерений.

Примечание (Измененная редакция, Изм. № 2)

4.1.6 Рабочие эталоны единицы плотности 1-го разряда в диапазоне значений от 1070 до 1840 кг/м³ по ГОСТ 8.024-2002 (Ареометры - рабочие эталоны 1-го разряда, рег. № 27442-04), соответствующие началу, середине и концу диапазона измерений плотности пульпы анализатора АКП-1Ц, а именно:

- рабочий эталон единицы плотности 1-го разряда в диапазоне значений от 1070 до 1140 кг/м³ по ГОСТ 8.024-2002, ПГ $\pm 0,1$ кг/м³;

- рабочий эталон единицы плотности 1-го разряда в диапазоне значений от 1420 до 1490 кг/м³ по ГОСТ 8.024-2002, ПГ $\pm 0,1$ кг/м³;

- рабочий эталон единицы плотности 1-го разряда в диапазоне значений от 1770 до 1840 кг/м³ по ГОСТ 8.024-2002, ПГ $\pm 0,1$ кг/м³;

П р и м е ч а н и е – Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

4.1.6 (Измененная редакция, Изм. № 2)

4.2 (Исключен, Изм. № 2)

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки анализатора АКП-1Ц соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019-80, требования Приказа Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г. № 328н «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)», СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)», а также указания, изложенные в «Руководстве по эксплуатации» поверяемого анализатора АКП-1Ц.

Раздел 5 (Измененная редакция, Изм. № 2)

6 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

6.1 При проведении поверки анализатора АКП-1Ц соблюдают нормальные условия измерений по ГОСТ 8.395-80:

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

6.1 (Измененная редакция, Изм. № 2)

6.2 Проверку анализатора АКП-1Ц проводят в лабораторных условиях, для чего анализатор АКП-1Ц демонтируют с измерительной позиции согласно «Руководству по эксплуатации».

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

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре анализатора АКП-1Ц должно быть установлено:

- соответствие комплектности (без запасных частей) поверяемого анализатора требованиям, установленным в эксплуатационной документации (ЭД);
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность, отсутствие коррозии;
- исправность органов управления.

7.2 Опробование

Проверяют техническое состояние анализатора АКП-1Ц, проводят его опробование в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) анализатора АКП-1Ц. Идентификационное наименование и номер версии ПО идентифицируются при включении анализатора АКП-1Ц путем их отображения на дисплее управляющего компьютера в заголовке окна программы. Выведенные на дисплей идентификационное наименование и номер версии ПО анализатора АКП-1Ц должны соответствовать данным, приведенным в таблице 2. Цифровой идентификатор ПО проверяют с помощью программы MD5summer (программа MD5summer находится в свободном доступе на сайте <http://www.md5summer.org>). Полученное значение цифрового идентификатора ПО должно соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО анализатора АКП-1Ц

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	AnalyzerNet.exe
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.1.0
Цифровой идентификатор ПО	0a1c6c489bde1cbd67366a0f44d8b7cd
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	MD5summer

7.2 (Измененная редакция, Изм. № 1, 2)

7.3 Проверка порога обнаружения химических элементов

7.3.1 При проверке порога обнаружения химических элементов используют СО состава по 4.1.1 с массовой долей элемента ≤ 1 % или другие аналогичные образцы, содержащие элементы близкие по атомному номеру к Ti, Co или Pb. СО состава не должны содержать других элементов, линии характеристического излучения которых накладываются на линии анализируемых элементов.

7.3.1 (Измененная редакция, Изм. № 1)

7.3.2 Порог обнаружения химических элементов определяют при помощи стандартных образцов по 4.1.1 и фонового образца по 4.1.2, в котором отсутствует определяемый элемент.

Измерения проводят в следующей последовательности:

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

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

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

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

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 АКП-1Ц, определяемая по формуле

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

где C – массовая доля определяемого элемента, %.

7.3.3 Порог обнаружения химических элементов не должен превышать значения, указанного в технической и эксплуатационной документации на анализатор АКП-1Ц, т.е. 0,01 %.

7.4 Подтверждение диапазона определяемых элементов и диапазона измеряемых массовых долей элементов

7.4.1 Диапазон определяемых элементов на анализаторе АКП-1Ц установлен в технической документации на анализатор АКП-1Ц и распространяется на элементы от кальция до урана. Диапазон определяемых элементов подтверждают в ходе проведения первичной поверки по 7.5 настоящей методики по ГСО состава, содержащим кальций и уран или элементы, максимально близкие к ним по атомному номеру, не менее чем по трем

элементам из начала, середины и конца заявленного диапазона определяемых элементов. Устанавливают факт их измерений и воспроизведения аттестованных значений массовых долей элементов, указанных в паспорте на ГСО состава, в пределах нормированных значений погрешности измерений.

7.4.1 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.4.2 Подтверждение диапазона измерений массовых долей элементов проводят в ходе проведения первичной поверки по 7.5 настоящей методики, используя ГСО состава с аттестованными значениями массовых долей, совпадающими или перекрывающимися диапазоном измеряемых массовых долей, указанный в технической или эксплуатационной документации на анализатор АКП-1Ц. Устанавливают факт измерения массовых долей элементов в начале, середине и конце заявленного диапазона измерений в пределах нормированных значений погрешности измерений.

7.4.2 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.4 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.5 Проверка основной относительной погрешности измерений массовых долей элементов и ее составляющих

7.5.1 Проверку основной относительной погрешности измерений массовых долей элементов и ее составляющих выполняют, используя не менее двух СО состава утвержденных типов (ГСО), указанных в разделе «Средства поверки», с массовыми долями определяемых элементов, перекрывающими весь диапазон измерений поверяемого анализатора АКП-1Ц, не менее чем по 3-4 элементам (компонентам) из аттестованным в СО состава.

Примечание – При периодической поверке анализатора АКП-1Ц допускается проведение поверки по 7.5 по одному СО состава, выбранному согласно области применения анализатора АКП-1Ц.

Примечание (Введено дополнительно, Изм. № 2)

7.5.1 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.5.2 Для оценки случайной составляющей погрешности измерений допускается использование рабочих проб, стабильных и однородных по составу на период проведения экспериментальных работ. Для оценки систематической составляющей погрешности измерений используют только ГСО известного состава.

7.5.3 (Исключен, Изм. № 2)

7.5.4 Включают анализатор АКП-1Ц и устанавливают режимы работы анализатора согласно эксплуатационной документации. Оператор в соответствии с «Руководством по эксплуатации» в одинаковых для лаборатории условиях выполняет на анализаторе АКП-1Ц десятикратные измерения ($n=10$) массовой доли исследуемого элемента в j -ом СО состава (или рабочей пробе) с повторной установкой образца (пробы).

По результатам n измерений массовой доли элемента в j -ом СО состава рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерения по формуле (5) и принимают за оценку случайной составляющей основной абсолютной погрешности измерений массовой доли элемента в j -ом образце (пробе).

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

где

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

где y_{ij} - i -ое измеренное значение массовой доли элемента в j -ом образце, %;
 \bar{y}_j - среднее арифметическое значение массовой доли элемента в j -ом образце, %.

За оценку случайной составляющей основной относительной погрешности измерений массовой доли элемента в j -ом СО состава принимают относительное среднее квадратическое отклонение случайной составляющей основной погрешности - S_{rj} , определяемое по формуле

$$S_{rj} = \frac{S_j}{\bar{y}_j} \cdot 100\%. \quad (7)$$

Рассчитанные по формуле (7) значения S_{rj} не должны превышать значения, нормированного в технической документации на анализатор АКП-1Ц, т.е. 3,0 %.

7.5.5 Для оценки систематической составляющей основной абсолютной погрешности измерений массовых долей элементов используют данные, полученные только на ГСО состава. Для этого вычисляют модули разности между i -ым измеренным значением массовой доли аттестованного элемента в j -ом ГСО состава - y_{ij} , и его значением, приведенным в паспорте на ГСО состава - y_{ATTj} :

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

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 основной абсолютной погрешности измерений массовой доли элемента в j -ом СО состава с учетом погрешности аттестованного значения элемента в j -ом стандартного образца Δ_{COj} , принимают значение, рассчитываемое по формуле

$$\Delta_{Cj} = \pm (|\Delta_{Cj}(CO)| + |\Delta_{COj}|). \quad (9.1)$$

Формула (9.1) (Введена дополнительно, Изм. № 2)

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

$$\delta_{Cj} = \frac{\Delta_{Cj}}{y_{ATTj}} \cdot 100\%. \quad (10)$$

Формула (10) (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.5.5 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.5.6 Определение основной относительной погрешности измерений массовых долей элементов проводят расчетным путем согласно ГОСТ Р 8.736-2011.

Формула (11) (Исключена, Изм. № 2)

Основную относительную погрешность измерений массовой доли элемента в j-ом СО состава вычисляют по формуле

$$\delta_j = \pm K_j \cdot S_{\Sigma j}, \quad (12)$$

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

$$S_{\Sigma j} = \sqrt{(S_{rj})^2 + \frac{\delta_{Cj}^2}{3}}. \quad (13)$$

Коэффициент K_j вычисляют по формуле

$$K_j = \frac{t \cdot S_{rj} + \delta_{Cj}}{S_{rj} + \sqrt{\frac{\delta_{Cj}^2}{3}}}, \quad (14)$$

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 $n=10$; $P=0,95$).

Формула (15) (Исключена, Изм. № 2)

7.5.6 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.5.7 Основная относительная погрешность измерений массовых долей элементов на анализаторе АКП-1Ц должна находиться в интервале значений, нормированных в технической документации на анализатор, т.е. $\pm 30,0$ %.

7.5.7 (Измененная редакция, Изм. № 2)

П р и м е ч а н и е – Значения погрешностей измерений массовых долей элементов в зависимости от состава технологического промышленного продукта, определяемого элемента и его содержания указываются в аттестованных или стандартизованных методиках измерений.

7.5 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.6 Проверка нестабильности показаний за 8 часов непрерывной работы

7.6.1 Проверку нестабильности анализатора АКП-1Ц за 8 часов непрерывной работы выполняют на одном СО состава, выбранном из указанных в 4.1.1, в следующей последовательности:

- на выбранном стандартном образце выполняют n ($n \geq 5$) последовательных измерений массовой доли элемента в образце C_i (с повторной установкой образца);
- по полученным значениям C_i рассчитывают среднее арифметическое значение массовой доли элемента в стандартном образце в j-ой серии измерений

$$C_j = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n C_{ij}; \quad (16)$$

- такие измерения повторяют каждый час в течение 8 часов (выполняют m серий измерений), оставляя неизменными режим и условия работы анализатора АКП-1Ц;
- нестабильность показаний анализатора АКП-1Ц (в процентах) за 8 часов непрерывной работы определяют по формуле

$$G = 1/C \sqrt{\sum_j (C_j - C)^2 / (m-1)} \cdot 100\%, \quad (17)$$

где $C = 1/m \sum C_j$, m – число серий измерений в течение 8 часов.

7.6.1 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.6.2 Нестабильности показаний G, %, за 8 часов непрерывной работы не должна превышать 2,0 %.

7.6 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.7 Подтверждение диапазона измеряемой плотности пульпы

7.7.1 Согласно «Руководству по эксплуатации» на анализатор АКП-1Ц устанавливают режим работы для анализа с одновременным определением плотности пульпы.

7.7.2 Диапазон измерений плотности пульпы указан в технической документации на анализатор АКП-1Ц и составляет от 1000 до 2000 кг/м³. Подтверждение диапазона измерений плотности пульпы проводят в ходе проведения первичной поверки по 7.8 настоящей методики путем установления факта измерения плотности технологического промышленного продукта (пульпы) в начале, середине и конце заявленного диапазона в пределах нормированных значений погрешности измерений.

7.7.2 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.7 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.8 Проверка относительной погрешности измерений плотности пульпы

7.8.1 Проверку относительной погрешности измерений плотности пульпы на анализаторе АКП-1Ц проводят с использованием рабочих эталонов единицы плотности 1-го разряда, указанных в 4.1.6.

7.8.1 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.8.2 Проводят измерение плотности технологического промышленного продукта (пульпы) с помощью анализатора АКП-1Ц и с помощью рабочих эталонов единицы плотности 1-го разряда, указанных в 4.1.6. Измерения проводят в трех точках, близких к началу, середине и концу заявленного диапазона измерений плотности пульпы на анализаторе АКП-1Ц.

7.8.2 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.8.3 Для определения относительной погрешности измерений плотности пульпы на анализаторе АКП-1Ц оценивают случайную и систематическую составляющие абсолютной погрешности измерений плотности технологического промышленного продукта (пульпы).

7.8.4 Для этого в соответствии с «Руководством по эксплуатации» выполняют на анализаторе АКП-1Ц пятикратные измерения (n=5) плотности пульпы. По результатам n измерений плотности пульпы рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерения плотности пульпы по формуле (18) и принимают за оценку случайной составляющей абсолютной погрешности измерений плотности пульпы.

$$S_j = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \sum_{i=1}^n (\rho_{ij} - \bar{\rho}_j)^2}, \quad (18)$$

где

$$\bar{\rho}_j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \rho_{ij}, \quad (19)$$

где ρ_{ij} - i-ое измеренное значение плотности пульпы j-ой точке диапазона, кг/м³;
 $\bar{\rho}_j$ - среднее арифметическое значение плотности пульпы по n (n=5) измерениям j-ой точке диапазона, кг/м³.

7.8.5 За оценку случайной составляющей относительной погрешности измерений плотности пульпы в j-ой точке диапазона принимают относительное СКО случайной составляющей погрешности - S_j , определяемое по формуле

$$S_j = \frac{S_j}{\rho_j} \cdot 100\%. \quad (20)$$

7.8.5 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.8.6 Для оценки систематической составляющей абсолютной погрешности измерений плотности пульпы в j-ой точке диапазона вычисляют модули разности между i-ым измеренным значением плотности пульпы в j-ой точке диапазона - ρ_{ij} , и ее значением, измеренным с помощью рабочего эталона плотности по 4.1.6 - $\rho_{СИj}$:

$$\Delta_{Cij}(СИ) = |\rho_{ij} - \rho_{СИj}|. \quad (21)$$

По полученным разностям определяют среднее значение

$$\Delta_{Cj}(СИ) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta_{Cij}(СИ). \quad (22)$$

За оценку систематической составляющей абсолютной погрешности измерений плотности пульпы в j-ой точке диапазона с учетом погрешности рабочего эталона плотности по 4.1.6 $\Delta_{СИj}$, принимают значение, рассчитываемое по формуле

$$\Delta_{Cj} = \pm (|\Delta_{Cj}(СИ)| + |\Delta_{СИj}|). \quad (22.1)$$

Формула (22.1) (Введена дополнительно, Изм. № 2)

7.8.6 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.8.7 Расчет оценки абсолютной погрешности измерений плотности пульпы в j-ой точке диапазоне, выполняемых на анализаторе АКП-1Ц, проводят согласно ГОСТ Р 8.736-2011.

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, кг/м³.

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

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

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 $n=5$; $P=0,95$).

7.8.7 (Измененная редакция, Изм. № 2)

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

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

7.8.8 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.8.9 Рассчитанные по (26) значения относительной погрешности измерений плотности пульпы в j-ой точке диапазона должны находиться в интервале значений $\pm 10,0\%$.

7.8.9 (Измененная редакция, Изм. № 2)

7.8 (Измененная редакция, Изм. № 2)

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

8.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным Приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.

8.2 (Измененная редакция, Изм. № 2)

8.3 В случае отрицательных результатов поверки анализатор АКП-1Ц признают несоответствующим установленным в описании типа метрологическим требованиям и непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства

измерений, свидетельство о предыдущей поверке аннулируют и выписывают извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

8.3 (Измененная редакция, Изм. № 2)

Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»



А.В. Соби́на

Ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»



Н.А. Ки́м

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

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

Наименование и тип СИ _____
Принадлежит _____
Дата выпуска, зав. № _____
Изготовитель _____
Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ: _____

Проверка проведена в соответствии с документом _____
Средства поверки: _____
Наименование и шифр методики измерений (при наличии) _____
Условия поверки: _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

- Внешний осмотр _____
- Опробование _____
Номер версии и цифровой идентификатор ПО анализатора АКП-1Ц соответствуют (не соответствуют) заявленным в таблице 2.
- Проверка порога обнаружения химических элементов

Номер ГСО	Ti (Титан)		Co (Кобальт)		Pb (Свинец)	
Элемент	пик	фон	пик	фон	пик	фон
№ измерения						
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 %.

4. Проверка основной относительной погрешности измерений массовых долей элементов и ее составляющих

Результаты измерений массовых долей элементов в ГСО состава и проверки основной относительной погрешности измерений и ее составляющих в соответствии с 7.5 методики поверки

Номер (индекс) ГСО			
Элемент и аттестованное значение элемента в ГСО			
	Результаты измерения массовой доли элемента в ГСО, %		
1			
2			
...			
n=10			
Среднее значение, $\bar{y}_j, \%$			
СКО результата измерений, $S_j, \%$			
СКО случ. составл. основной отн. погрешности, $S_{nj}, \%$			
<i>Предел допускаемого СКО случайной составляющей основной относительной погрешности, %</i>			
Систематическая составляющая основной относительной погрешности, $\delta_{cj}, \%$			
Коэффициент k_j			
Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma j}, \%$			
Относительная погрешность результата измерений, $\delta_j, \%$			
<i>Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений массовых долей элементов, %</i>			

Полученные значения СКО случайной составляющей основной относительной погрешности измерений массовых долей элементов не превышают (превышают) значение, нормированное в технической документации на анализатор АКП-1Ц, т.е. 3,0 %.

Полученные значения основной относительной погрешности измерений массовых долей элементов на анализаторе АКП-1Ц находятся (не находятся) в интервале значений, нормированных в технической документации на анализатор АКП-1Ц, т.е. $\pm 30,0 \%$.

Только при первичной поверке:

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

5. Проверка нестабильности показаний за 8 часов непрерывной работы

Результаты измерений массовых долей элементов в ГСО состава в течении 8 часов непрерывной работы в соответствии с 7.6 методики поверки

Номер (индекс) ГСО										
Элемент										
Время, час	9:00	10:00	11:00	12:00	13:00	14:00	15:00	16:00	17:00	
	Массовая доля элемента, %									
№ измерения	1									
	2									
	3									
	4									
	n=5									
Среднее значение										
Общее среднее										
Нестабильность, G, %										

Нестабильность показаний анализатора АКП-1Ц за 8 часов непрерывной работы не превышает (превышает) 2,0 %.

6. Проверка относительной погрешности измерений плотности пульпы

Результаты измерений плотности жидких технологических продуктов (пульпы) и проверки относительной погрешности измерений плотности пульпы и ее составляющих в соответствии с 7.8 методики поверки

Результат измерения плотности пульпы с помощью рабочего эталона единиц плотности 1-го разряда, кг/м ³	
	Результаты измерения плотности пульпы на анализаторе АКП-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	
Систематическая составляющая абсолютной погрешности измерений плотности пульпы, Δ_{Cj} , кг/м ³	
Коэффициент k_j	
Суммарное СКО результата измерений, $S_{\Sigma j}$, кг/м ³	
Относительная погрешность результата измерений плотности пульпы, Δ_j , кг/м ³	
Относительная погрешность результата измерений плотности пульпы, δ_j , %	
<i>Пределы допускаемой относительной погрешности измерений плотности пульпы, %</i>	

Полученные значения относительной погрешности измерений плотности пульпы на анализаторе АКП-1Ц находятся (не находятся) в интервале значений, нормированных в технической документации на анализатор АКП-1Ц, т.е. $\pm 10,0\%$.

Только при первичной поверке:

Диапазон измерений плотности пульпы соответствует (не соответствует) установленному в технической и эксплуатационной документации на анализатор АКП-1Ц.

Заключение:

Анализатор АКП-1Ц, зав. № _____ признан соответствующим (несоответствующим) установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригодным (непригодным) к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

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

Срок действия свидетельства до _____ .

Поверитель _____

(подпись)

(Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку _____ .

Приложение А (Измененная редакция, Изм. № 2)