

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»)

УТВЕРЖДАЮ

**Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



С.В. Медведевских

№ 29 " 05 2020 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализатор кернa мультисенсорный MSCL-S-XZ-XRF

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 49-251-2020

Екатеринбург

2020

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 ИСПОЛНИТЕЛЬ** зам. зав. лаб. 251, к.х.н., Мигаль П.В.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в 2020 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
6	ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПЕРСОНАЛА	5
7	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	5
8	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
9	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
	9.1 Внешний осмотр	6
	9.2 Опробование	6
	9.3 Проверка метрологических характеристик	6
10	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10

Дата введения в действие: «29» мая 2020 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализатор кернa мультисенсорный MSCL-S-XZ-XRF и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки.

Поверка анализатора должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0–75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке»

СанПиН 2.6.1.3289-15 «Гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ».

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	9.3	да	да
3.1 Проверка чувствительности рентгенофлуоресцентного детектора	9.3.1	да	да
3.2 Проверка относительного СКО выходного сигнала	9.3.2	да	да
3.3 Проверка относительной погрешности измерений скорости распространения упругих волн	9.3.3	да	да
3.4 Проверка диапазона измерений скорости распространения упругих волн	9.3.4	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора допускается проводить периодическую поверку для меньшего числа установленных датчиков: рентгенофлуоресцентного датчика или датчика измерения упругих свойств керна. Данную информацию приводят в свидетельстве о поверке.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 10504-2014 стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 13Х, 55С2, 05 кп, 38Х2МЮА, 60С2, 38Х2Н2МА, 36С2Н2МФА, 30ХН2МФА, Св-08ХГ2С, 30 и В2Ф (комплект ИСО УГ0к = ИСО УГ9к), интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0006 до 2,28 %, интервал границ допускаемых значений абсолютной погрешности от $\pm 0,0002$ % до $\pm 0,02$ % при $P=0,95$;

- ГСО 10231-2013 стандартные образцы сталей углеродистых и легированных типов 10ХСНД, 35, 15ХСНД, 45, 14Г2 (комплект ИСО УГ120 – ИСО УГ124), интервал аттестованных значений массовой доли элементов от 0,0019 до 1,41 %, интервал границ допускаемых значений абсолютной погрешности от $\pm 0,0002$ % до $\pm 0,01$ % при $P=0,95$;

- ГСО 10225-2013 стандартные образцы скорости распространения продольных и сдвиговых ультразвуковых волн в твердых материалах (комплект), интервал аттестованных значений скорости распространения продольных ультразвуковых волн от 2600 до 6500 м/с, границы абсолютной погрешности аттестованных значений ± 10 м/с при $P=0,95$.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 7.

4.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0, СанПиН 2.6.1.3289-15 (п. 3.4).

6 Требования к квалификации персонала

6.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на анализатор и настоящую методику поверки.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|------------------------------------|---------------|
| - температура окружающей среды, °С | от +10 до +35 |
| - относительная влажность, % | не более 80 |

8 Подготовка к поверке

8.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с инструкцией по применению.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 Проверку работоспособности органов управления и регулировки анализатора осуществляют при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

9.2.2 Проводят проверку идентификационных данных основного программного обеспечения (далее – ПО) и ПО для управления рычагами при запуске, при этом откроется окно с наименованием и номером версии ПО. Проверку идентификационных данных дополнительного ПО и ПО для пакетной обработки данных проводят следующим образом: в главном окне ПО открывают меню «About». В результате откроется окно, в котором приведены наименования ПО и номера версий ПО.

Анализатор считается выдержавшим проверку ПО, если наименования ПО и номера версий ПО соответствуют требованиям таблиц 2 – 5.

Таблица 2 – Идентификационные данные основного ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Geotek MSCL
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 7.9
Цифровой идентификатор ПО	-

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО для управления рычагами

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Geotek XYZ MSCL
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 191024
Цифровой идентификатор ПО	-

Таблица 4 - Идентификационные данные дополнительного ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	bAxil
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.8.0
Цифровой идентификатор ПО	-

Таблица 5 - Идентификационные данные ПО для пакетной обработки данных

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	bAxil Batch File Analysis
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.5
Цифровой идентификатор ПО	-

9.3 Проверка метрологических характеристик

9.3.1 Проверка чувствительности

9.3.1.1 Проверку чувствительности анализатора проводят с использованием

стандартного образца утвержденного типа ГСО 10504-2014 или ГСО 10231-2013 (далее – ГСО) с аттестованными значениями массовой доли Cr от 0,75 до 0,99%, массовой доли Mn от 0,685 до 0,71 %.

9.3.1.2 Устанавливают на измерительную позицию анализатора образец ГСО и выполняют измерение выходных сигналов (площадь пика) линий Cr K α 2, Mn K α 2 (напряжение на рентгеновской трубке 40 кВ). Проводят не менее 5 измерений выходного сигнала анализатора для каждого элемента¹.

9.3.1.3 Рассчитывают чувствительность для элементов Cr и Mn, имп/(с·%), по формуле

$$K_{ai} = \frac{\bar{Y}_i}{A_i}, \quad (1)$$

где A_i - аттестованное значение массовой доли i -го элемента, указанное в паспорте ГСО, %;

\bar{Y}_i - среднее арифметическое значение интенсивности сигнала анализатора для i -го элемента на линии K α 2, имп/с, которое вычисляется по формуле

$$\bar{Y}_i = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{ij}}{n}, \quad (2)$$

где Y_{ij} - j -й результат измерений интенсивности для i -го элемента на линии K α 2, имп/с;
 n - число измерений.

9.3.1.4. Анализатор считается выдержавшим поверку по п. 9.3.1, если чувствительность по линии K α 2 для элементов Cr и Mn соответствует требованиям, приведенным в таблице 6.

Таблица 6 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измеряемых элементов рентгенофлуоресцентным датчиком	от натрия ($z=11$) до урана ($z=92$)
Чувствительность, имп/(с·%), не менее - Cr (на линии K α) - Mn (на линии K α)	50000 30000
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала ¹ , % - Cr (на линии K α) - Mn (на линии K α)	5 5
Диапазон измерений скорости распространения упругих волн, м/с	от 1000 до 7000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений скорости распространения упругих волн, %	± 10
¹ – при измерении скорости счета импульсов для элементов хрома и марганца в стандартных образцах ГСО 10231-2013 (ИСО УГ120), ГСО 10504-2014 (ИСО УГ7к)	

9.3.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (далее - СКО) выходного сигнала

¹ Измерение выходного сигнала (площади пика) элемента проводят, используя дополнительное ПО bAxil или ПО для пакетной обработки данных bAxil Batch File Analysis.

9.3.2.1 По полученным данным в п. 9.3.1 вычисляют значение относительного СКО выходного сигнала, S_{ri} , %, для элементов Cr и Mn по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{Y}_i} \cdot 100, \quad (3)$$

где S_i - стандартное отклонение выходного сигнала анализатора i -го элемента, которое вычисляется по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_i)^2}{n-1}}. \quad (4)$$

9.3.2.2 Анализатор считается выдержавшим поверку по п. 9.3.2, если значения относительного СКО выходного сигнала для элементов Cr и Mn соответствуют требованиям, приведенным в таблице 6.

9.3.3 Проверка относительной погрешности измерений скорости распространения упругих волн

9.3.3.1 Проверку относительной погрешности измерений скорости распространения упругих волн проводят с использованием не менее трех образцов из комплекта ГСО 10225-2013 в различных точках, равномерно распределенных по диапазону измерений от 1000 до 7000 м/с.

9.3.3.2 Производят не менее 5 измерений каждого из трех образцов из комплекта ГСО 10225-2013, по результатам измерений рассчитывают относительную погрешность измерений скорости распространения упругих волн δ_i по формуле

$$\delta_i = \frac{X_{ij} - A_i}{A_i} \cdot 100, \quad (5)$$

где X_{ij} - результат j -го измерения скорости распространения упругих волн в i -ом образце из комплекта ГСО 10225-2013, м/с;

A_i - аттестованное значение скорости распространения упругих волн в i -ом образце из комплекта ГСО 10225-2013, м/с.

9.3.3.3 Полученные значения относительной погрешности измерений скорости распространения упругих волн должны удовлетворять требованиям таблицы 6.

9.3.4 Проверка диапазона измерений скорости распространения упругих волн

9.3.4.1 Проверку диапазона измерений скорости распространения упругих волн проводят одновременно с определением относительных погрешностей по п. 9.3.3 настоящей методики поверки.

9.3.4.2 За диапазон измерений анализатора принимают диапазон измерений скорости распространения упругих волн, приведенный в таблице 6, если полученные по формуле (5) значения погрешностей удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 6.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А настоящей методики поверки.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

10.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

**Зам. зав. лаб. 251, к.х.н. УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**



П.В. Мигаль

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
 ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор кернa мультисенсорный MSCL-S-XZ-XRF, зав № 242

Документ на поверку: МП 49-251-2020 «ГСИ. Анализатор кернa мультисенсорный MSCL-S-XZ-XRF. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °С _____

- относительная влажность, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 - Проверка чувствительности анализатора

Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	Результаты измерений выходного сигнала, имп/с	Чувствительность, имп/(с·%)
Cr			
Mn			

Таблица А.2 - Проверка относительного СКО выходного сигнала

Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента в ГСО, %	Результаты измерений выходного сигнала, имп/с	Значение относительного СКО выходного сигнала, %
Cr			
Mn			

Таблица А.3 - Проверка относительной погрешности измерений скорости распространения упругих волн

Аттестованное значение скорости распространения упругих волн, м/с	Результаты измерений скорости распространения упругих волн на анализаторе, м/с	Относительная погрешность измерений скорости распространения упругих волн, %	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений скорости распространения упругих волн, %
			± 10
			± 10
			± 10

Таблица А.4 – Результаты проверки диапазона измерений

Наименование характеристики и ее размерность	Полученные значения диапазона измерений	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Скорость распространения упругих волн, м/с	от 1000 до 7000	

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____