

Приложение
к приказу Федерального агентства
по техническому регулированию
и метрологии
от «30» ноября 2023 г. № 2566

Государственная система обеспечения единства измерений
АНАЛИЗАТОРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ
Lab-X 3000/3500/3500S/3500SCL
Методика поверки
РТ-МП-4552-448-2023



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
(ФБУ «РОСТЕСТ-МОСКВА»)

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора
ФБУ «Ростест-Москва»

 А.Д. Меньшиков

М.п.

« 20 » 11 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ

Lab-X 3000/3500/3500S/3500SCL

Методика поверки

РТ-МП-4552-448-2023

г. Москва

2023 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы рентгенофлуоресцентные Lab-X 3000/3500/3500S/3500SCL, рег. №14921-07 (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 В целях обеспечения прослеживаемости поверяемых анализаторов к государственному первичному эталону единицы величины необходимо соблюдать требования настоящей методики поверки.

Выполнение всех требований настоящей методики обеспечивает прослеживаемость поверяемого средства измерений к одному из следующих государственных первичных эталонов:

- ГЭТ 3 – государственный первичный эталон единицы массы (килограмма) в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы;

- ГЭТ 208 - государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических и элементоорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах;

- ГЭТ 176 - государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах;

- ГЭТ 196 - государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов.

1.3 В настоящей методике поверки используются методы прямых измерений поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.4 Допускается по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего СИ на поверку, проведение поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений с обязательным отражением в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений информации об объеме проведенной поверки.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7

Продолжение таблицы 1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Да	Да	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании)	Да	Да	8.2
Определение метрологических характеристик	Да	Да	9
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия влияющих факторов:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80;
- напряжение питания сети переменного тока, В от 187 до 242;
- частота питания, Гц от 49 до 51

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы в области измерений физико-химического состава и свойств веществ или в области оптико-физических средств измерений;
- прошедшие инструктаж по технике безопасности;
- ознакомленные с руководством по эксплуатации поверяемого анализатора.

4.2 Требования к количеству специалистов в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки отсутствуют.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений температуры от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью измерений температуры $\pm 1,0$ °С;	Приборы комбинированные Testo 608-H1, Testo 608-H2, Testo 610, Testo 622, Testo 623, модификации Testo 608-H1 (рег. № 53505-13)

Продолжение таблицы 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне измерений относительной влажности от 20 % до 80 % с абсолютной погрешностью измерений относительной влажности ± 3 %;	Приборы комбинированные Testo 608-H1, Testo 608-H2, Testo 610, Testo 622, Testo 623, модификации Testo 608-H1 (рег. № 53505-13)
п.8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений напряжения питания переменного тока в диапазоне от 187 до 242В, с абсолютной погрешностью измерений напряжения переменного тока $\pm(0,01 \cdot U + 0,3 \text{ В})$, где U – измеренное значение напряжения переменного тока; Средства измерений частоты переменного тока в диапазоне от 49 до 51 Гц, с абсолютной погрешностью измерений частоты переменного тока $\pm(0,001 \cdot F + 0,01 \text{ Гц})$, где F – измеренное значение частоты переменного тока.	Мультиметры цифровые Testo 760, модификации Testo 760-1 (рег. № 65373-16)
п. 9 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с аттестованным значением массовой доли серы от 0,0022 % до 0,0028 %, с относительной погрешностью ± 5 %	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,0025-НС), ГСО 9516-2010
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,0045 % до 0,0055 % с относительной погрешностью ± 3 %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,005), ГСО 9031-2008
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,0090 % до 0,0110 % с относительной погрешностью $\pm 2,5$ %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,02), ГСО 9032-2008
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,0270 % до 0,0330 % с относительной погрешностью $\pm 2,5$ %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,03), ГСО 9033-2008

Продолжение таблицы 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,0540 % до 0,0660 % с относительной погрешностью $\pm 2,5$ %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,06), ГСО 9034-2008
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,090 % до 0,110 % с относительной погрешностью $\pm 2,5$ %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,1), ГСО 9035-2008
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,490 % до 0,510 % с относительной погрешностью $\pm 2,5$ %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,5), ГСО 9036-2008
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,590 % до 0,610 % с относительной погрешностью $\pm 2,5$ %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-0,6), ГСО 9037-2008
	Стандартный образец массовой доли серы в нефтепродуктах с аттестованным значением массовой доли серы от 0,90 % до 1,0 % с относительной погрешностью $\pm 2,5$ %	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН-ВНИИМ-1,0), ГСО 9038-2008
	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с аттестованным значение массовой доли серы от 0,90 % до 1,0 % с относительной погрешностью ± 2 %	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-1,000-НС), ГСО 9410-2009
	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с аттестованным значение массовой доли серы от 1,35 % до 1,65 % с относительной погрешностью ± 2 %	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-1,500-НС), ГСО 9411-2009
	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с аттестованным значение массовой доли серы от 1,80 % до 2,20 % с относительной погрешностью ± 2 %	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-2,000-НС), ГСО 9412-2009
	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с аттестованным значение массовой доли серы от 2,25 % до 2,75 % с относительной погрешностью ± 2 %	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-2,500-НС), ГСО 9413-2009

Окончание таблицы 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с аттестованным значение массовой доли серы от 2,70 % до 3,30 % с относительной погрешностью ± 2 %	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-3,000-НС), ГСО 9414-2009
	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с аттестованным значение массовой доли серы от 3,60 % до 4,40 % с относительной погрешностью ± 2 %	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-4,000-НС), ГСО 9415-2009
	Стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле с аттестованным значение массовой доли серы от 4,50 % до 5,00 % с относительной погрешностью ± 2 %	СО массовой доли серы в минеральном масле (СН-5,000-НС), ГСО 9416-2009
<p><i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, поверенные средства измерений утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i></p> <p>При выборе средств поверки предпочтительным является использование стандартного образца утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к государственному первичному эталону единицы величины того же рода из следующих:</p> <ul style="list-style-type: none"> - ГЭТ 208 - государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии; - ГЭТ 176 - государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии; - ГЭТ 196 - государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов. 		

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки необходимо соблюдать:

– общие правила техники безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.003-91 «Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности»;

– «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15 декабря 2020 года № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

– указания по технике безопасности, приведённые в эксплуатационной документации на средства поверки;

– указания по технике безопасности, приведённые в эксплуатационной документации на анализаторы.

Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

7 Внешний осмотр средства измерений

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида и маркировки описанию типа средства измерений и эксплуатационной документации на анализаторы;
- отсутствие повреждений, препятствующих применению анализатора.

Анализаторы, не отвечающие перечисленным выше требованиям, дальнейшей поверке не подлежат.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

8.1.1 Провести контроль условий поверки средствами измерений, указанными в таблице 2. Результаты зафиксировать в протоколе поверки.

8.1.2 Анализатор должен быть выдержан в помещении, в котором проводят поверку, в течение 2 часов.

8.1.3 Подготовить стандартные образцы, применяемые для поверки в соответствии с требованиями Паспорта.

8.2 Опробование

При проведении опробования выполняется проверка общего функционирования при включении анализатора.

Включить кнопку питания анализатора, после появления информации о ПО нажать кнопку «ENTER», прибор должен перейти в основное меню.

Результаты проверки считают положительными, если:

- анализатор выходит в режим измерений.

9 Определение метрологических характеристик средства измерений

9.1. Определение диапазона измерений, СКО и относительной погрешности измерений массовой доли серы.

9.1.1 Проверку диапазона измерений массовой доли серы проводят одновременно с определением СКО и относительной погрешности измерений массовой доли серы. Анализатор предоставляется на поверку с предварительно проведенной градуировкой.

9.1.1.1 Первичную поверку анализатора проводят во всем диапазоне измерений массовой доли серы (от 0,005 % до 5 % для анализаторов Lab-X 3000, Lab-X 3500 и от 0,002 % до 5 % для анализаторов Lab-X 3500S и Lab-X 3500SCL) с применением стандартных образцов со значениями массовой доли серы, лежащими в каждом поддиапазоне измерений (не менее 1 образца в каждом поддиапазоне, с обязательным выбором образцов, близких к началу и концу диапазона измерений).

9.1.1.2 При проведении периодической поверки (по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего СИ на поверку) на меньшем числе поддиапазонов измерений (если выбран один поддиапазон измерений из таблицы в Приложении А), должно быть выбрано не менее двух СО со значениями массовой доли серы, близких к началу и концу поддиапазона измерений.

9.1.1.3 При проведении периодической поверки (по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего СИ на поверку) на меньшем числе поддиапазонов измерений (если выбрано более одного поддиапазона измерений из таблицы в Приложении А) стандартные образцы должны выбираться таким образом, чтобы в каждом подтверждаемом поддиапазоне (из таблицы Приложения А) было выбрано не менее одного СО, с обязательным выбором образцов со значениями массовой доли серы, близких к началу и концу заявляемого владельцем средства измерений или лицом, представившего СИ на поверку, диапазона измерений.

9.1.1.4 Рекомендуемые контрольные точки и стандартные образцы для проведения первичной поверки приведены в таблице 3.

Таблица 3

Поддиапазоны измерений массовой доли серы, %	Регистрационный номер СО, массовая доля серы
от 0,002 до 0,005	9516-2010, от 0,0022 % до 0,0028 %; 9031-2008, (при аттестованном значении от 0,0045 % до 0,0050 %)
свыше 0,005 до 0,1 %	9031-2008, (при аттестованном значении от 0,0051 % до 0,0055 %); или 9032-2008, (при аттестованном значении от 0,0090 % до 0,0100 %) или 9033-2008, от 0,0270 % до 0,0330 %; или 9034-2008, от 0,0540 % до 0,0660 %; или 9035-2008, от 0,090 % до 0,100 %;
свыше 0,1 % до 1 %	9035-2008, (при аттестованном значении от 0,101 % до 0,110 %); или 9236-2008, от 0,180 % до 0,220 %; или 9036-2008, от 0,490 % до 0,510 %; или 9037-2008, от 0,590 % до 0,610 %; или 9038-2008, (при аттестованном значении от 0,090 % до 1,00 %)
свыше 1 % до 5 %	9410-2009, (при аттестованном значении от 1,01 % до 1,10 %); или 9411-2009, от 1,35 % до 1,65 %; или 9412-2009, от 1,80 % до 2,20 %; или 9413-2009, от 2,25 % до 2,75 %; или 9414-2009, от 2,70 % до 3,30 %; или 9415-2009, от 3,60 % до 4,40 %; или 9416-2009, (при аттестованном значении от 4,50 % до 5,00 %)

9.1.2 Заполнить чистую, сухую кювету стандартным образцом.

9.1.3 Провести по пять измерений (за результат измерений принимается среднее из двух параллельных определений, рассчитанное анализатором) массовой доли серы (C_{ij}), %, для каждого стандартного образца.

10 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Оценка соответствия средства измерений метрологическим требованиям, указанным в описании типа.

10.1.1 По результатам измерений для каждого стандартного образца рассчитать среднее арифметическое значение массовой доли серы (\bar{C}_i), %, по формуле (1):

$$\bar{C}_i = \frac{\sum C_{ij}}{5} \quad (1)$$

10.1.2 По результатам измерений для каждого стандартного образца рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли серы (δ), %, по формуле (2):

$$\delta = \frac{\bar{C}_i - C_{атi}}{C_{атi}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $C_{ат}$ - действительное значение массовой доли серы, указанное в паспорте стандартного образца, %.

10.1.3 По результатам измерений для каждого стандартного образца рассчитать относительное СКО по формуле (3):

$$S_r = \frac{100}{\bar{c}_i} \cdot \sqrt{\frac{\sum (\bar{c}_i - c_{ij})^2}{4}} \quad (3)$$

10.1.4 Результат поверки анализатора считать положительным, если:

- диапазон измерений и относительная погрешность измерений массовой доли серы, полученные при поверке, не превышают значений, указанных в описании типа анализаторов и в Приложении А к настоящей методике поверки.

- относительное СКО не превышает значений, указанных в описании типа анализаторов и в Приложении А к настоящей методике поверки

10.1.5 В случае несоответствия анализатора критериям, изложенным в п. 10.1.4, результат поверки анализатора считать отрицательным.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

11.2 Сведения о результатах поверки средств измерений передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.3 Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений выдаётся по заявлению владельцев средства измерений или лиц, представивших его в поверку. Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений должны быть оформлены в соответствии с требованиями действующих правовых нормативных документов. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник лаборатории № 448



А.Г. Дубинчик

Приложение А (обязательное)
к РТ-МП-4552-448-2023

Метрологические характеристики анализаторов рентгенофлуоресцентных
Lab-X 3000/3500/3500S/3500SCL

Наименование характеристики	Значение			
	Lab-X 3000	Lab-X 3500	Lab-X 3500S	Lab-X 3500SCL
Диапазон измерений массовой доли серы, %	от 0,005 до 5,0	от 0,005 до 5,0	от 0,002 до 5,0	от 0,002 до 5,0
Пределы допускаемой относительной погрешности, %, в диапазоне измерений массовой доли серы: - от 0,02 % до 0,05 % включ. - св. 0,05 % до 0,10 % включ. - св. 0,10 % до 1,0 % включ. - св. 1,0 % до 5,0 %	- ±15 ± 6 ± 4	- ±15 ± 6 ± 4	±30 ±15 ± 6 ± 4	±30 ±15 ± 6 ± 4
СКО случайной составляющей относительной погрешности, %, в диапазоне измерений массовой доли серы: - от 0,02 % до 0,05 % включ. - св. 0,05 % до 0,10 % включ. - св. 0,10 % до 1,0 % включ. - св. 1,0 % до 5,0 %	- 2,5 2,0 1,5	- 2,5 2,0 1,5	6 2,5 2,0 1,5	6 2,5 2,0 1,5