



**НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ**

---

**ДСТУ \_\_\_\_\_:20\_\_**

**Метрологія**

**Методика повірки**

**СПЕКТРОМЕТРИ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНІ**

(Проект, перша редакція)

**Київ**

---

**20\_\_**

прДСТУ \_\_\_\_\_: 20\_\_

## **ПЕРЕДМОВА**

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет «Метрологія та вимірювання» (ТК 63), ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО «ВСЕУКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ВИРОБНИЧИЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ, СЕРТИФІКАЦІЇ ТА ЗАХИСТУ ПРАВ СПОЖИВАЧІВ» (ДП «УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ»)

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Державного підприємства «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ») від \_\_\_\_\_ 201\_\_ р. № \_\_\_\_\_ з 201\_\_-\_\_-\_\_

3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

---

**Право власності на цей національний стандарт належить державі.**

**Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи**

ДП «УкрНДНЦ» 20\_\_

**ЗМІСТ**

	С.
0 Вступ	
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання .....	2
3 Операції повірки.....	3
4 Засоби повірки.....	3
5 Вимоги до кваліфікації персоналу.....	5
6 Умови проведення повірки.....	5
7 Вимоги щодо безпеки.....	6
8 Підготовка до проведення повірки.....	6
9 Проведення повірки.....	7
10 Оформлення результатів повірки.....	12
Додаток А (довідковий) Форма протоколу повірки.....	14
Додаток Б (довідковий) Бібліографія.....	16

## **0 ВСТУП**

Цей стандарт застосовують для перевірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки – спектрометрів рентгенофлуоресцентних, що перебувають в експлуатації.

Спектрометри рентгенофлуоресцентні призначені для вимірювання масових часток хімічних елементів у твердих зразках сталі, чавуна, металів і сплавів металів.

**НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ****Метрологія****Методика повірки****СПЕКТРОМЕТРИ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНІ**

Metrology

Verification procedure

**X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETERS**

Чинний від \_\_\_\_\_

**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

**1.1** Цей стандарт поширюється на спектрометри рентгенофлуоресцентні (далі – спектрометри), призначені для вимірювання масових часток хімічних елементів у твердих зразках сталі, чавуну, металів і сплавів металів, та встановлює методику їх повірки, а саме: операції повірки, засоби повірки, вимоги до кваліфікації персоналу, умови проведення повірки, вимоги щодо безпеки, підготовку до проведення та проведення повірки, обробку результатів вимірювань та оформлення результатів повірки.

**1.2** Цей стандарт застосовують для проведення періодичної повірки, повірки після ремонту (що не змінює тип спектрометрів), а також можуть застосовувати для проведення позачергової, інспекційної та експертної повірки відповідно до вимог [2].

**1.3** Стандарт призначено для застосування науковими метрологічними центрами, метрологічними центрами та повірочними лабораторіями, які відповідно до [1] здійснюють повірку спектрометрів.

прДСТУ \_\_\_\_\_: 20\_\_

**1.4** Під час повірки необхідно додатково керуватись експлуатаційними документами на спектрометри та засоби повірки, зазначені в розділі 5 цього стандарту.

**1.5** Міжповірочний інтервал спектрометрів визначають згідно з [4].

**1.6** Вимоги щодо безпеки повірки викладено в розділі 8 цього стандарту.

## **2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ**

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ OIML D 8:2008 Метрологія. Еталони. Вибір, визнання, застосування, зберігання та документація

ДСТУ OIML D 23:2008 Метрологія. Принципи метрологічного контролю обладнання для повірки

**Примітка.** Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації – каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними показниками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

## **3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ**

У цьому стандарті вжито терміни, наведені в [1].

Нижче подано терміни, додатково вжиті в цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

### **3.1 стандартний зразок; CO (*reference material; RM*)**

Матеріал, досить однорідний і стабільний по відношенню до однієї або декількох певних властивостей, які були встановлені для того, щоб використовувати його за призначенням у вимірювальному процесі

### 3.2 сертифікований стандартний зразок; ССО (*certified reference material: CRM*)

Стандартний зразок (СО), одна або кілька певних властивостей якого встановлені метрологічно обґрунтованою процедурою, супроводжуваний сертифікатом СО, в якому наведено значення цієї властивості, пов'язана з ним невизначеність, і твердження про метрологічну простежуваність

## 4 ОПЕРАЦІЇ ПОВІРКИ

4.1 Під час проведення повірки спектрометрів виконують операції, наведені в таблиці 1.

**Таблиця 1** – Перелік операцій повірки

Ч.ч.	Найменування операції повірки	Номер пункту стандарту	Проведення операції під час періодичної (позачергової) повірки	Проведення операції під час повірки після ремонту
1	Зовнішній огляд	10.1	+	+
2	Перевірка працездатності	10.2	+	+
3	Визначення метрологічних характеристик	10.3	+	+
3.1	Визначення абсолютної похибки при вимірюванні масової частки хімічних елементів	10.3.1	+	+

4.2 У разі отримання негативних результатів будь-якої з операцій повірку припиняють, спектрометр визнають не придатним до застосування.

## 5 ЗАСОБИ ПОВІРКИ

**5.1** Перелік еталонів та допоміжного обладнання, а також операції повірки, під час яких їх застосовано, зазначено в таблиці 2 та таблиці 3.

**Таблиця 2** – Еталони, необхідні для проведення повірки

Пункт (и) стандарту	Назва еталона (стандартного зразка), метрологічні характеристики
10.3.1	Сертифіковані стандартні зразки складу сплавів металів Значення масових часток хімічних елементів згідно з 10.3.1.1, розширена невизначеність при довірчій вірогідності 0,95 не повинна перевищувати 1/3 значення максимально допустимої похибки вимірювань згідно використовуваної методики вимірювань

**Таблиця 3** – Допоміжне обладнання, необхідне для проведення повірки

Пункт (и) стандарту	Назва допоміжного обладнання, метрологічні або основні технічні характеристики
7	Термогігрометр будь-якого типу; діапазон вимірювань температури – від 0 °С до 50 °С, розширена невизначеність $U = 1,5$ °С, діапазон вимірювання відносної вологості повітря – від 10 % до 95 %, розширена невизначеність $U = 1,5$ %

**Примітка 1.** Застосування еталонів повинно відповідати вимогам, встановленим розділом 5 ДСТУ OIML D 8, ДСТУ OIML D 23.

**Примітка 2.** Допоміжне обладнання повинно мати чинні свідоцтва про повірку або сертифікати/свідоцтва про калібрування.

**Примітка 3.** Метрологічні та технічні характеристики допоміжного обладнання, необхідного для проведення повірки, повинні бути документально засвідчені. Вимоги до допоміжного обладнання встановлено в ДСТУ OIML D 23.

## 6 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ПЕРСОНАЛУ

**6.1** Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки спектрометрів, повинен відповідати вимогам [3].

**6.2** До повірки допускаються фахівці, які:



- вивчили порядок роботи з спектрометрами (експлуатаційні документи);
- пройшли в установленому порядку інструктаж з охорони праці та техніки безпеки на робочому місці.

## **7 УМОВИ ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ**

Під час проведення повірки повинні виконуватися такі умови:

- температура навколишнього повітря – від 5 °С до 25 °С;
- відносна вологість повітря – до 80 %.

Умови проведення повірки повинні бути документовані у протоколі повірки, форму та вимоги до змісту якого наведено в додатку А до цього стандарту.

## **8 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ**

**8.1** Під час проведення повірки необхідно дотримуватися вимог щодо безпеки умов праці, охорони навколишнього середовища, наведених в експлуатаційних документах на спектрометри та засоби повірки.

**8.2** Приміщення, в якому проводиться повірка, повинне бути обладнане протипожежною сигналізацією та засобами пожежогасіння.

**8.3** Приміщення, в якому проводиться повірка, повинне бути обладнане припливно-витяжною вентиляцією.

**8.4** До повірки допускаються фахівці, що вивчили інструкцію з техніки безпеки на робочому місці, принцип дії спектрометрів і пройшли інструктаж з охорони праці в установленому порядку.

прДСТУ \_\_\_\_\_: 20\_\_

**8.5** Контроль за вмістом шкідливих речовин у повітрі робочої зони здійснюється у порядку, встановленому органами державного санітарного нагляду.

## **9 ПІДГОТОВКА ДО ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ**

**9.1** Перед проведенням повірки необхідно:

- пересвідчитись у наявності метрологічного маркування за результатами оцінки відповідності для тих спектрометрів, що введені в обіг після набуття чинності технічного регламенту [5] або свідоцтва про попередню повірку;
- підготувати засоби повірки відповідно до їх експлуатаційних документів.

## **10 ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ**

### **10.1 Зовнішній огляд**

**10.1.1** Зовнішній огляд проводять візуально.

**10.1.2** Результати вважаються задовільними, якщо під час зовнішнього огляду встановлено:

- відповідність комплектності вимогам експлуатаційних документів виробника;
- чіткість маркування спектрометрів (функціональних блоків спектрометрів);
- відсутність механічних пошкоджень, що можуть впливати на його працездатність;
- відсутність дефектів, що ускладнюють зчитування маркування.

**10.1.3** Результати зовнішнього огляду заносять до протоколу повірки.

## **10.2 Перевірка працездатності**

**10.2.1** Перевірку працездатності спектрометрів проводять шляхом виконання операцій з розділу підготовки до роботи в експлуатаційній документації.

**10.2.2** Перевірку працездатності автоматичних спектрометрів проводять в автоматичному режимі. Результат перевірки вважають позитивним, якщо після включення спектрометрів виконані всі операції самоконтролю (відсутні повідомлення про помилки).

**10.2.3** Результати перевірки вважаються задовільними, якщо виконано вимоги пунктів 9.2.1 або 9.2.2 цього стандарту.

**10.2.4** Результати перевірки працездатності заносять до протоколу повірки.

## **10.3 Визначення метрологічних характеристик**

### **10.3.1 Визначення абсолютної похибки при вимірюванні масової частки хімічних елементів**

**10.3.1.1** Якщо не встановлено інших вимог, повірку проводять щонайменше для 3 точок діапазону вимірювань масової частки для конкретного елемента, які обирають поблизу нижньої границі діапазону, середини діапазону та верхньої границі діапазону наступним чином:

- від  $\omega_{\min}$  до  $1,2 \omega_{\min}$  – для нижньої границі діапазону;
- від  $0,8 \omega_{\text{mean}}$  до  $1,2 \omega_{\text{mean}}$  – для середини діапазону;
- від  $0,8 \omega_{\max}$  до  $\omega_{\max}$  – для верхньої границі діапазону;

де  $\omega_{\min}$ ,  $\omega_{\text{mean}}$  та  $\omega_{\max}$  – масові частки елемента, що характеризують нижню границю, середину та верхню границю діапазону вимірювання.

**10.3.1.2** Встановити параметри вимірювань згідно з експлуатаційною документацією на спектрометр.

**10.3.1.3** Встановити стандартний зразок вмісту сплаву металів (надалі- стандартний зразок) у тримач проб.

прДСТУ \_\_\_\_\_: 20\_\_

**10.3.1.4** Виконати серію вимірювань масової частки хімічного елемента. Кількість вимірювань в серії  $n = 10$ .

**10.3.1.5** Розрахувати середнє арифметичне результатів вимірювань за формулою:

$$\bar{C}_k = \frac{\sum_{i=1}^n C_{ki}}{n}, \quad (1)$$

де  $C_{ki}$  – значення  $i$ -того вимірювання масової частки хімічного елемента в  $k$ -ому стандартному зразку, %.

**10.3.1.6** Розрахувати абсолютну похибку результатів вимірювань:

$$\Delta_k = \left| \bar{C}_k - C_{серт} \right|, \quad (2)$$

де  $C_{серт}$  – сертифіковане значення масової частки хімічного елемента в  $k$ -ому стандартному зразку, %.

**10.3.1.7** Повторити операції за 9.3.1.3 – 9.3.1.6 для кожного з обраних стандартних зразків з набору.

**10.3.1.8** Результат операції вважають позитивним, якщо кожне із значень, розраховане за формулою (2), знаходиться в допустимих границях, зазначених в експлуатаційній документації спектрометрів.

**10.3.1.9** Результати визначення абсолютної похибки при вимірюванні масової частки хімічного елемента заносять до протоколу повірки.

## **11 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ПОВІРКИ**

**11.1** Результати повірки спектрометрів вважають позитивними, якщо їх метрологічні і технічні характеристики відповідають суттєвим вимогам технічного регламенту [5] або національних стандартів, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [5].

Для спектрометрів, введених в обіг до набуття чинності [5], результати повірки вважають позитивними, якщо їх похибка (за модулем)

не перевищує допустимі похибки, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації.

**11.2** Позитивні результати повірки засвідчують свідоцтвом про повірку за формою згідно з додатком 2 до [2].

**11.3** У разі якщо за результатами повірки спектрометр визнано таким, що не відповідає встановленим вимогам, оформлюють довідку про непридатність за формою згідно з додатком 4 до [2].

**11.4** За результатами експертної повірки персонал, що проводив повірку, складає висновок у довільній формі, який затверджує керівник організації виконавця. У висновку зазначаються результати повірки в обсязі, визначеному в заявці на проведення експертної повірки.

**11.5** За результатами інспекційної повірки складають довідку згідно з додатком 5 [2], яку підписує персонал, який проводив повірку, та керівник організації виконавця.

прДСТУ \_\_\_\_\_ : 20\_\_

**ДОДАТОК А**  
**ФОРМА ПРОТОКОЛУ ПОВІРКИ**  
(довідковий)

Протокол № \_\_\_\_\_  
Сторінка X/X

ПРОТОКОЛ ПОВІРКИ № \_\_\_\_\_ ВІД \_\_\_\_\_

(найменування, тип ЗВТ)

Заводський номер \_\_\_\_\_  
Виробник \_\_\_\_\_  
Належить \_\_\_\_\_  
Місце повірки \_\_\_\_\_

Повірка проводиться відповідно до	
Засоби повірки, що застосовувались під час повірки	

**Умови повірки:**

Т, °С		φ, %	
-------	--	------	--

**Результати повірки**

Зовнішній огляд	Відповідає/не відповідає	Перевірка працездатності	Відповідає/не відповідає
-----------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------

**Визначення метрологічних характеристик**

**Таблиця А.1** – Визначення абсолютної похибки вимірювання масової частки хімічного елемента

Результат вимірювань $C_i$	Масова частка елемента в $k$ -ому стандартному зразку					
	...	...	...	...	...	$k$
1						
2						
3						
...						
$n$						
$\overline{C}_k$						
$C_{серм}$						
$\Delta_k$						

$\max \Delta_k =$  \_\_\_\_\_ %.

### **Висновки за результатами повірки**

Спектрометр визнається придатним / не придатним та допускається / не допускається до застосування.

Персонал, який виконував  
повірку:

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

підпис

\_\_\_\_\_

Прізвище, І.Б.

ДОДАТОК Б

(довідковий)

**БІБЛІОГРАФІЯ**

1 Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність»

2 Порядок проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, та оформлення її результатів, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 08 лютого 2016 року № 193, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 24 лютого 2016 року за № 278/28408.

3 Критерії, яким повинні відповідати наукові метрологічні центри, державні підприємства, які належать до сфери управління Міністерства економічного розвитку і торгівлі України та провадять метрологічну діяльність, та повірочні лабораторії, які уповноважуються або уповноважені на проведення повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 23.09.2015 № 1192, зареєстрованим в Міністерстві юстиції України 7 жовтня 2015 р. за № 1213/27658

4 Міжповірочні інтервали законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, за категоріями, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 13.10.2016 № 1747, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 01 листопада 2016 р. за № 1417/29547

5 Постанова Кабінету Міністрів України від 13.01.2016 № 94 «Про затвердження Технічного регламенту законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки»



---

Код згідно з ДК 004: 17.020

**Ключові слова:** спектрометр, повірка, стандартний зразок, похибка, методика повірки, масова частка

---