

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»)**

СОГЛАСОВАНО

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



Е.П. Соби́на

2024 г.

«ГСИ. ЯМР-релаксометры RQ001. Методика поверки»

МП 53-251-2023

г. Екатеринбург

2024 г.

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 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Е.В. Вострокнутова.

3. **СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Перечень операций поверки средства измерений	4
4	Требования к условиям проведения поверки.....	5
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
8	Внешний осмотр средства измерений	6
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений.....	7
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
13	Оформление результатов поверки	8

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на ЯМР-релаксометры PQ001 (далее – ЯМР-релаксометры), выпускаемые Suzhou Niumag Analytical Instrument Corporation, Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка ЯМР-релаксометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 Прослеживаемость при поверке ЯМР-релаксометров обеспечивается в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта Российской Федерации № 988 от 10.06.2021 г., к государственному первичному эталону 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 208-2019.

1.3 При определении чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения измерений выходного сигнала поверяемого ЯМР-релаксометра используется метод прямых измерений с помощью стандартного образца.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки ЯМР-релаксометров, используемых в качестве рабочих средств измерений.

1.5 В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификации		
	PQ001-SFC	PQ001-Fiber	PQ001-12-040V
Чувствительность, усл.ед/г, не менее ¹⁾	30 000	10 000	500
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения измерений выходного сигнала, % ²⁾	1,0		

¹⁾Значение нормировано для н-гексадекана.

²⁾При минимальном заполнении измерительной ячейки.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Росстандарта Российской Федерации № 988 от 10.06.2021 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементоорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

– Приказ Минтруда и Социальной защиты России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

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

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 Для поверки ЯМР-релаксометров должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик	да	да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +18 до +28
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке ЯМР-релаксометра допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки, инструкцией по эксплуатации (далее – ИЭ) и руководством пользователя программным обеспечением (далее – РП) на ЯМР-релаксометр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование	Средство измерений температуры окружающей среды и относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4: диапазон измерения относительной влажности от 10 % до 100 %, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %, диапазон измерения температуры от минус 20 °С до плюс 60 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,7$ °С	Термогигрометр электронный «CENTER» 313, рег. № 22129-09
п. 11 Определение метрологических характеристик	Весы I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с наибольшим пределом взвешивания 220 г. Стандартный образец состава н-гексадекана с аттестованным значением массовой доли н-гексадекана от 98,00 % до 99,98 %, границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 0,10$ % при $P=0,95$.	весы лабораторные ХР Analytical XR205 рег.№ 44573-10 ГСО 11731-2021 СО состава н-гексадекана (ГкД-ВНИИМ)

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны быть с действующим паспортом, средства измерений – поверены.

6.3 Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы и средства измерений утвержденного типа, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемого ЯМР-релаксометра с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида ЯМР-релаксометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки;
- соответствие комплектности, указанной в описании типа;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 ЯМР-релаксометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если при внешнем осмотре не выявлено несоответствие внешнего вида сведениям, приведенным в описании типа, отсутствуют видимые повреждения,

соответствует комплектность, указанная в описании типа, соответствуют обозначения и серийный номер.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Контроль условий поверки

9.1.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3. Результаты измерений температуры окружающей среды и относительной влажности должны соответствовать условиям по п. 4 настоящей методики поверки.

9.2 Опробование

9.2.1 Подготавливают поверяемый ЯМР-релаксометр в соответствии с ИЭ и РП.

9.2.2 Средства поверки подготавливают в соответствии с их эксплуатационной документацией.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) ЯМР-релаксометра.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется в строке команд «Help», меню «About». Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблицах 4, 5.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	NMR Analyzing System
Номер версии ПО, не ниже	V4.0
Цифровой идентификатор ПО	-

Таблица 5 – Идентификационные данные специализированного программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение для модификации		
	PQ001-SFC	PQ001-Fiber	PQ001-12-040V
Идентификационное наименование ПО	Niumag NMR Solid Fat Content Analysis Software	Niumag NMR Spin Finish Analysis Software	Niumag NMR Oil and Water Content of Oilseeds Analysis Software
Номер версии ПО, не ниже	V3.0	V4.0	V1.0

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение метрологических характеристик проводят при помощи средств измерений и стандартных образцов по п. 6.1.

Примечание – При приготовлении проб следует избегать попадания н-гексадекана на стенки емкости для измерений выше максимального уровня заполнения.

11.2 Определение чувствительности

11.2.1 Предварительно взвешенную измерительную ячейку заполняют стандартным образцом ГСО 11731-2021 (далее – СО):

- для модификаций PQ001-SFC, PQ001-Fiber минимальная масса СО в измерительной ячейке составляет 0,4 г;

- для модификации PQ001-12-040V минимальная масса СО в измерительной ячейке составляет 2,0 г.

11.2.2 Рассчитывают массу н-гексадекана в измерительной ячейке по формуле

$$m = \frac{m_{\text{CO}} \cdot A}{100}, \quad (1)$$

где m_{CO} – масса СО н-гексадекана в измерительной ячейке, г;

A – аттестованное значение массовой доли н-гексадекана в СО, %.

11.2.3 Проводят измерения выходного сигнала ЯМР-релаксометров не менее 10 раз.

11.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала

11.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала проводят одновременно с определением чувствительности.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитывают чувствительность ЯМР-релаксометра, N , усл.ед./г, по формуле

$$N = \frac{\bar{I}}{m}, \quad (2)$$

где \bar{I} – среднее арифметическое значение выходного сигнала ЯМР-релаксометра, усл.ед., рассчитанное по формуле

$$\bar{I} = \frac{I_i}{n}, \quad (3)$$

где I_i – i -ое значение выходного сигнала ЯМР-релаксометра, усл.ед.;

n – количество результатов измерений выходного сигнала.

ЯМР-релаксометры считаются прошедшими процедуру поверки, если значения чувствительности не менее значений, указанных в таблице 1.

12.2 Рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала S_r , %, по формуле

$$S_r = \frac{100}{\bar{I}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n - 1}}. \quad (4)$$

ЯМР-релаксометры считаются прошедшими процедуру поверки, если значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не превышают значений, указанных в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.


13.3 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают непригодным к применению.

13.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных

результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещения о непригодности к применению средства измерений.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

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


_____ **Е.В. Вострокнутова**