

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ  
«ЦЕНТР МЕТРОЛОГИИ СЕРТИФИКАЦИИ КАРТЕСТ»  
(ООО «ЦМС КарТест»)**

**СОГЛАСОВАНО**

**Генеральный директор**

**ООО «ЦМС КарТест»**

**А.А. Клоков**

**2025 г.**



**ГСИ. Анализаторы ЯМР MicroMR**

**Методика поверки**

**МП КРТ-08-2025**

г. Москва  
2025 г.

### **1 Общие положения**

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы ЯМР MicroMR (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость анализатора к:

- Государственному первичному эталону единицы массы - килограмма ГЭТ 3-2020, согласно государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 г. № 1622.

1.3 Поверка анализаторов выполняется методом прямых измерений при использовании весов, как средств измерений, в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений массы.

1.4 В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в Приложении А к настоящей методике поверки.

### **2 Перечень операций поверки средства измерений**

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
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия анализатора 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 + 22 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 70

3.2 При проведении поверки не допускаются механические воздействия на анализатор и отклонения от рабочего положения, а также не допускается наличие пыли и паров агрессивных веществ, вызывающих коррозию.

### **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;

- прошедшие инструктаж по технике безопасности;  
- ознакомленные с руководствами по эксплуатации средств поверки и поверяемого анализатора.

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 Подготовка к поверке и опробование анализатора	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °С до +25 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,4$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 75 %, с абсолютной погрешностью $\pm 3$ %	Приборы комбинированные Testo 608-N1, Testo 608-N2, Testo 610, Testo 622, Testo 623, модификации Testo-622 (рег. № 53505-13)
п.10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Весы с ценой деления не более 1 мг и класса точности I по ГОСТ R OIML 76-1	Весы неавтоматического действия SECURA 224 - 10RU, рег. № 55629-13 (далее ПО-1)

Таблица 3 – Рекомендуемое вспомогательное оборудование и химические реактивы, используемые при поверке

Обозначение вспомогательного оборудования в данной методике поверки	Наименование и тип вспомогательного оборудования	Основные технические характеристики вспомогательного оборудования	Номер пункта по методике поверки
ВО-1	Шприц	Объем 20 мл	10
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018 (далее - дистиллированная вода)	Вода дистиллированная с удельной электрической проводимостью: - при 20 °С не более $4,3 \cdot 10^{-4}$ См/м; - при 25 °С не более $5,1 \cdot 10^{-4}$ См/м.	10
ВО-2	Виала с герметичной крышкой, выполненной из тефлона или другого материала, не дающего ЯМР-сигнала	Объем 20 мл	10

Продолжение таблицы 3

Обозначение вспомогательного оборудования в данной методике поверки	Наименование и тип вспомогательного оборудования	Основные технические характеристики вспомогательного оборудования	Номер пункта по методике поверки
ВО-3	Стекло <span style="display: inline-block; width: 100px; border-bottom: 1px solid black;"></span> цилиндр с диаметром, немного меньше приемного отверстия ЯМР-датчика	-	10

5.2 Допускается применение других средств поверки и аттестованных эталонов единиц величин, не приведенных в таблицах 2-3, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью. Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены.

### 6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации (далее - ЭД) на средства поверки и поверяемый анализатор, а также требования правил техники безопасности при работе с напряжением до 250 В.

### 7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

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

7.2 Анализатор, не отвечающий перечисленным выше требованиям, дальнейшей поверке не подлежит.

### 8 Подготовка к поверке и опробование анализатора

8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

8.1.1 Провести контроль условий поверки: произвести измерение температуры окружающего воздуха и относительной влажности воздуха средствами измерений, указанными в таблице 2.

8.1.2 Результат измерений температуры окружающего воздуха, относительной влажности воздуха должен находиться в пределах, указанных в разделе 3. В противном случае поверку не проводят до приведения условий поверки в соответствии с разделом 3.

8.1.3 Анализатор выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, в течение 1 часа и прогревают не менее 2-х часов, при окружающих условиях, указанных в п.3.1.

#### 8.2 Опробование

При проведении опробования выполняется проверка общего функционирования при включении анализатора.

Включить кнопку питания анализатора и удостовериться, что анализатор подключился к программному обеспечению (далее ПО).

8.3 Результаты опробования считают положительными, если:

- подключение к ПО и загрузка завершена без ошибки;
- анализатор выходит в режим измерений.

## 9 Проверка программного обеспечения

9.1. Для идентификации ПО анализатора необходимо:

9.1.1. Запустить все программы, входящие в комплект поставки;

9.1.2. Анализатор считается прошедшим операцию проверки ПО с положительным результатом, если идентификационные признаки ПО, отображаемые в главном окне при загрузке ПО для Niumag NMR Analyzing System и в верхнем левом углу окна загруженного ПО для Niumag NMR Core Analysis System, соответствуют значениям ПО, приведенными в таблице 4.

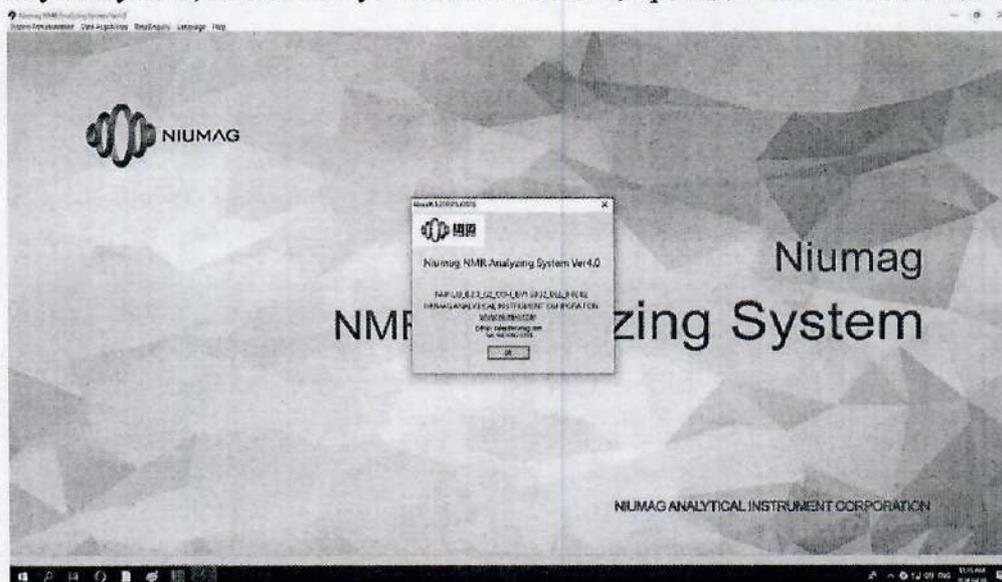


Рисунок 1 – Вид окна с версией ПО для Niumag NMR Analyzing System

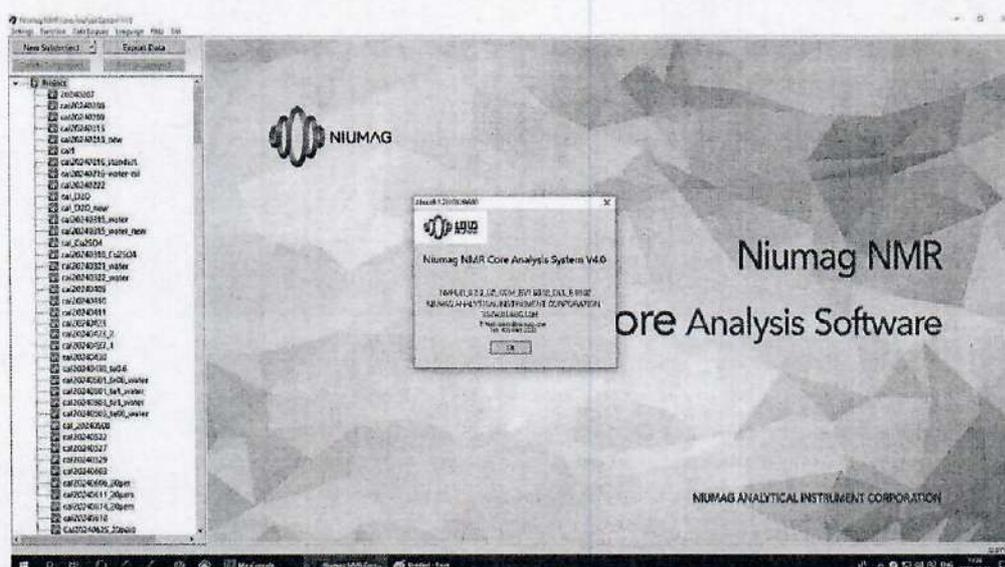


Рисунок 2 - Вид окна с версией ПО для Niumag NMR Core Analysis System

Таблица 4 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Niumag NMR Analyzing System	Niumag NMR Core Analysis System
Идентификационное наименование ПО		
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	4.X <sup>1)</sup>	4.X <sup>1)</sup>
Цифровой идентификатор ПО	-	-
<sup>1)</sup> «X» – цифра от 0 до 9.		

## 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

### 10.1 Определение относительной погрешности измерений массовой доли воды

Перед проведением процедуры определения относительной погрешности измерений массовой доли воды в исследуемой пробе, необходимо провести процедуру калибровки в соответствии с приложением Б к настоящей методике поверки.

10.1.1. Используя весы и шприц (ВО-1), залить в ёмкость (ВО-2) дистиллированную воду массой  $(0,5 \pm 0,05)$  г, зарегистрировать по показаниям весов значение массы воды  $m_1$  (в граммах) с точностью не хуже, чем до 3-го знака после запятой.

Поместить ВО-2 в цилиндр (ВО-3), далее ВО-3 поместить в приёмное отверстие анализатора и провести три измерения объемного содержания воды. При заполнении таблицы свойств пробы в поле Volume (ml) всегда вводить 100. Результат отобразится в поле Porosity (%), что соответствует объему воды в мл (рисунок 3). Зарегистрировать полученный результат (в мл) как  $(V_{NMR})_{1,j}$ , где  $j=1, \dots, N$ ,  $N=3$  – число ЯМР-измерений пробы.

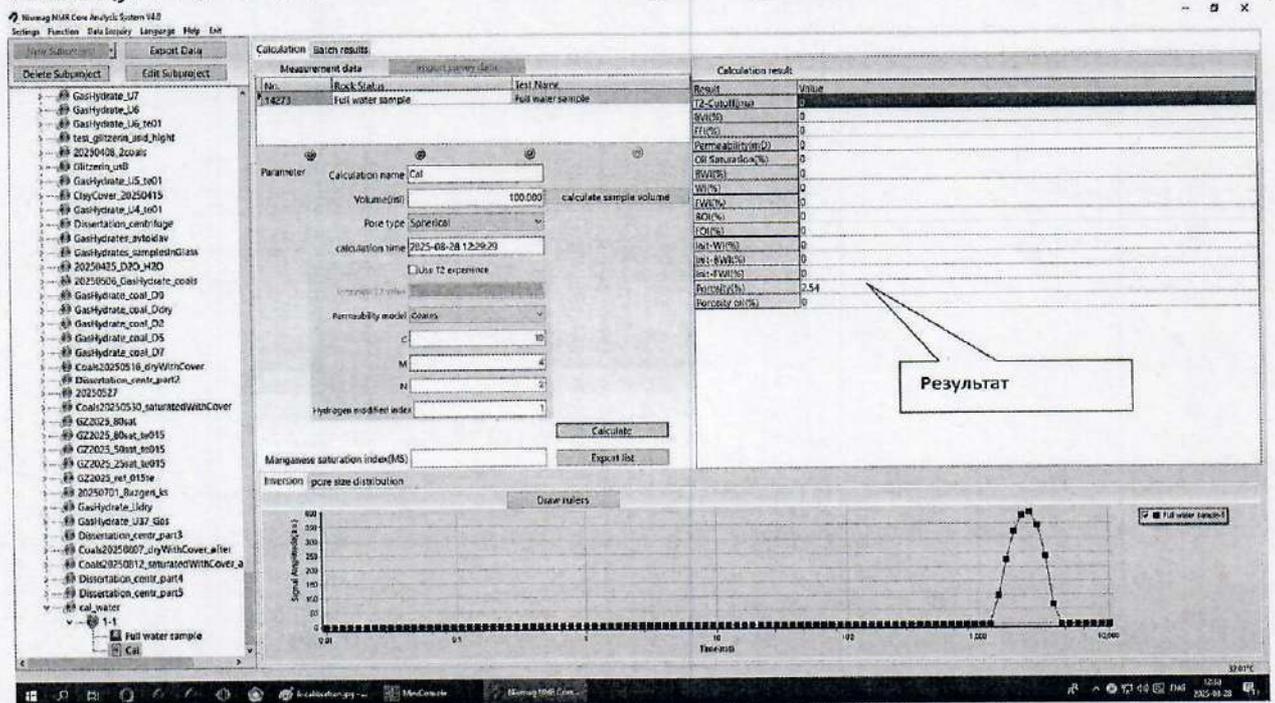


Рисунок 3 – Место отображения результата измерения в окне программы

10.1.2. Используя весы и шприц (ВО-1), залить в ёмкость (ВО-2) дистиллированную воду массой  $(7,5 \pm 0,75)$  г, зарегистрировать по показаниям весов значение массы воды  $m_2$  (в граммах)

с точностью не хуже, чем до 3-го знака после запятой. Поместить ВО-2 в цилиндр (ВО-3), далее ВО-3 поместить в приёмное отверстие анализатора и провести три измерения объёмного содержания воды, зарегистрировать полученный результат (в мл) как  $(V_{NMR})_{2,j}$ , где  $j=1, \dots, N$ ,  $N=3$  – число ЯМР-измерений пробы.

10.1.3. Используя весы и шприц (ВО-1), залить в ёмкость (ВО-2) дистиллированную воду массой  $(15,0 \pm 1,5)$  г, зарегистрировать по показаниям весов значение массы воды  $m_3$  (в граммах) с точностью не хуже, чем до 3-го знака после запятой. Поместить ВО-2 в цилиндр (ВО-3), далее ВО-3 поместить в приёмное отверстие анализатора и провести три измерения объёмного содержания воды, зарегистрировать полученный результат (в мл) как  $(V_{NMR})_{3,j}$ , где  $j=1, \dots, N$ ,  $N=3$  – число ЯМР-измерений пробы.

10.1.4. Рассчитать соответствующие массовые доли (выраженные в %) по формуле 1:

$$w_i = \frac{m_i}{m_{\max}} \times 100, \quad (1)$$

где  $m_{\max} = 15$  г,  $i = 1, \dots, 3$  – номер пробы.

10.1.5. Определить коэффициенты линейной регрессии вида  $V_{NMR} = a^* \cdot w + b^*$  по формулам 2 и 3:

$$a^* = \frac{3 \sum_{i=1}^3 w_i V_i - \left( \sum_{i=1}^3 w_i \right) \sum_{i=1}^3 V_i}{3 \sum_{i=1}^3 w_i^2 - \left( \sum_{i=1}^3 w_i \right)^2}, \quad (2)$$

$$b^* = \frac{1}{3} \left( \sum_{i=1}^3 V_i - a^* \sum_{i=1}^3 w_i \right), \quad (3)$$

где  $V_i = \frac{1}{3} \sum_{j=1}^3 (V_{NMR})_{i,j}$ .

10.1.6 Рассчитать массовые доли (выраженные в %), определенные методом ЯМР, по формуле 4:

$$(w_{NMR})_{i,j} = \frac{(V_{NMR})_{i,j} - b^*}{a^*}. \quad (4)$$

10.1.7. Определить относительную погрешность измерений массовой доли воды в исследуемой пробе для каждого измерения в % по формуле 5:

$$\delta_{i,j} = \frac{(w_{NMR})_{i,j} - w_i}{w_i} \cdot 100. \quad (5)$$

10.2 Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям

10.2.1. Результаты определения относительной погрешности измерений массовой доли воды для каждой пробы считать положительными, если величина относительной погрешности  $\delta_{i,j}$  не превышает  $\pm 10\%$ .

10.3 Проверка диапазона измерений массовой доли воды

Проверку диапазона измерений массовой доли воды провести одновременно с определением относительной погрешности измерений массовой доли воды по п. 10.1 (провести измерения массовой доли воды в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Диапазон измерений должен удовлетворять требованиям таблицы А.1.

**11 Оформление результатов поверки**

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

11.2 Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений выдаётся по заявлению владельца 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.

11.3 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказами Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 и от 28.08.2020 г. № 2906.

Инженер по метрологии ООО «ЦМС КарТест»



Косьяненко Е.С.

Приложение А  
(обязательное)  
к МП КРТ-08-2025

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли воды, %	от 0,1 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли воды, %	±10

Приложение Б  
(рекомендуемое)  
к МП КРТ-08-2025

Калибровка анализатора

В соответствии с руководством по эксплуатации выполните калибровку анализатора по четырём точкам –  $(1 \pm 0,1)$ ,  $(5 \pm 0,5)$  и  $(10 \pm 1)$  и  $(20 \pm 2)$  г дистиллированной воды. Во всех случаях в поле Porosity следует вводить реальное количество воды в пробе, а в поле Volume – 100 мл (см. рис. Б1).

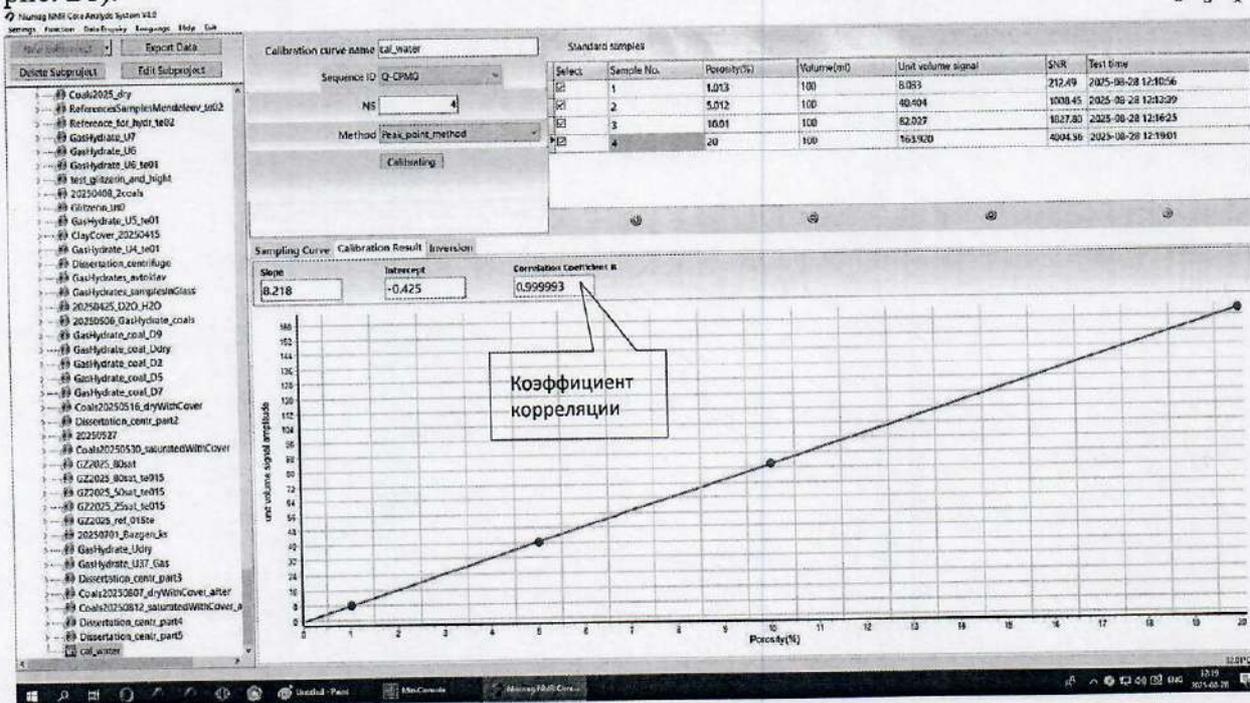


Рисунок Б1 – Кривая калибровки

После измерений последней пробы на дисплее появится кривая калибровки (рисунок Б1). Коэффициент корреляции должен быть не менее 0,999.