



НИЦПВ

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО

«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПО ИЗУЧЕНИЮ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ И ВАКУУМА»

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

АО «НИЦПВ»



_____ Д.М.Михайлюк

«26» апреля 2023 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

ЯМР-релаксометр GeoSpec 2/53

Методика поверки

МП 32/БД/22-2022

Москва

2023

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на ЯМР-релаксометр GeoSpec 2/53 (далее – ЯМР-релаксометр) фирмы Oxford Instruments Industrial Analysis (Великобритания), заводской номер №GEO-53-1002, и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость измеряемых значений величин через весы неавтоматического действия 1 класса точности по ГОСТ OIMLR 76-1-2011 к ГЭТ 3-2020, согласно Государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622.

Поверка ЯМР-релаксометра выполняется методом прямых измерений с использованием весов, как средств измерений, в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений массы. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования согласно п.10.3 данной методики.

2. ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки.

Наименование операций	Раздел	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Внешний осмотр	7	да	да
2. Подготовка к поверке и опробование	8	да	да
3. Проверка программного обеспечения	9	да	да
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.	10		
4.1 Проверка диапазона измерений массовой доли флюида в исследуемой пробе	10.1	да	да
4.2 Определение абсолютной погрешности измерений массовой доли флюида в исследуемой пробе	10.2	да	да
4.3 Подтверждение соответствия ЯМР-релаксометра метрологическим требованиям	10.3	да	да

2.2. Проведение поверки не в полном объеме не предусмотрено.

3. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки применяются средства поверки, вспомогательное оборудование и химические реактивы, указанные в таблицах 2 и 3.

Таблица 2 – Средства поверки, используемые при поверке

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.6	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от $+15^{\circ}\text{C}$ до $+30^{\circ}\text{C}$ с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Средство измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне от 10% до 80% с абсолютной погрешностью не более $\pm 3\%$.	Прибор контроля параметров воздушной среды Метеомер МЭС-200А, рег. №27468-04.
п. 10	Весы неавтоматического действия 1 класса точности по ГОСТ OIMLR 76-1-2011 с ценой деления 0,1 мг.	Весы HR-150AZG, рег. №74163-19 – далее ПО-1.

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

Обозначение вспомогательного оборудования в методике поверки	Наименование и тип вспомогательного оборудования	Основные технические характеристики вспомогательного оборудования.	Номер пункта по методике поверки
ВО-1	Шприц	Рабочий объем 20 мл	10
ВО-2	Стаканчик для взвешивания типа СВ по ГОСТ 25336-82 (бюкс с притертой крышкой)	Номинальный объем 20 мл (СВ 24/10, КШ 24/10)	10
-	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018 - далее «дистиллированная вода»	Вода дистиллированная с удельной электрической проводимостью: при 20°C не более $4,3 \cdot 10^{-4}$ См/м; при 25°C не более $5,1 \cdot 10^{-4}$ См/м.	10

3.2. Допускается использование других средств поверки, по характеристикам, не уступающим указанным.

4. ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные Федеральным законом от 28.12.2013 № 426-ФЗ «О специальной оценке условий труда», а также введенными приказом Минэнерго РФ от 12.08.2022г. №811 «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии».

5. ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

5.1 Операции поверки проводятся юридическими лицами и индивидуальными предпринимателями, аккредитованными в установленном порядке.

5.2. К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы с ЯМР-релаксометрами;
- прошедшие обучение и имеющие удостоверение поверителя;
- изучившие руководство по эксплуатации ЯМР-релаксометра и методику его поверки.

6. ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от +19 до +25;
- относительная влажность воздуха, % от 10 до 80;

7. ВНЕШНИЙ ОСМОТР ЯМР-РЕЛАКСОМЕТРА

7.1. При внешнем осмотре установить:

- соответствие комплектности (без запасных частей и инструмента), указанной в руководстве по эксплуатации ЯМР-релаксометра;
- надёжность крепления соединительных элементов;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики ЯМР-релаксометра;
- наличие заводского номера и товарного знака фирмы-изготовителя.

8. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ ЯМР-РЕЛАКСОМЕТРА

8.1. Подготовку ЯМР-релаксометра к работе провести в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.2. Перед проведением поверки ЯМР-релаксометр должен быть выдержан во включенном состоянии не менее 12 часов.

8.3. До начала поверки дистиллированная вода по п.3.1 должна быть выдержана в помещении, где проводится поверка, не менее 2 часов.

8.4. В соответствии с руководством по эксплуатации убедиться в наличии связи между управляющей ПЭВМ и ЯМР-релаксометром.

8.5. Запустить утилиту мониторинга и сбора технической информации «OI NMR Web Utility».

8.6. В окне Status/Temperature приведена средняя температура магнита Magnet Lug в градусах Цельсия (Рисунок 1).

Sensor	Value	Unit
Core Board Temperature 0	40.7503	°C
Core Board Temperature 1	37.0029	°C
Core Board Temperature 2	38.1110	°C
External Air Temperature	26.3228	°C
FPGA Temperature	50.0100	°C
Magnet B0 (mK)	28.7316	°C
Coax Heatsink X-Y	27.1319	°C
Coax Heatsink Z (K)	27.8150	°C
Coax Pin 0	30.0209	°C
Coax Pin 1	35.4014	°C
Coax Pin 2	30.8137	°C
Coax Pin 3	30.8200	°C
Magnet Control Board	35.0027	°C
Magnet Fan 0	34.1508	°C
Magnet Lug	28.8137	°C
Magnet Shield Frame	22.0035	°C
Magnet Shield Mat	11.0107	°C
Shield Board Temperature 1	32	°C
Shield Board Temperature 2	23.5009	°C
Shield Shield Board	40.9984	°C
Spin B Channel Sensor	33	°C
Spin B Channel S/S	27.6150	°C

Рисунок 1. Окно «Status/Temperature» утилиты «OI NMR Web Utility»

8.7. ЯМР-релаксометр считается прошедшим операцию поверки по п. 8 с положительным результатом, если отсутствует уведомление цветовой индикацией пункта Magnet Lug об отклонениях температуры от штатной.

9. ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

9.1. Для идентификации программного обеспечения ЯМР-релаксометра необходимо:

- запустить программу выполнения ЯМР-измерений GIT Systems;
- в пункте меню Help/About считать идентификационные данные ПО.

9.2 ЯМР-релаксометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 -Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	GIT Systems
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	9.5.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1. Проверка диапазона измерений массовой доли флюида в исследуемой пробе

10.1.1. Используя весы (ПО-1) и шприц (ВО-1), залить в ёмкость ВО-2 дистиллированную воду массой $(0,3 \pm 0,1)$ г, что соответствует нижней границе диапазона измерений. Убедиться в наличии ЯМР-сигнала для подтверждения возможности измерений на нижней границе диапазона измерений.

10.1.2. Используя весы (ПО-1) и шприц (ВО-1), залить в ёмкость ВО-2 дистиллированную воду массой $(14,9 \pm 0,1)$ г, что соответствует верхней границе диапазона измерений. Убедиться в наличии ЯМР-сигнала для подтверждения возможности измерений на верхней границе диапазона измерений.

10.2. Определение абсолютной погрешности измерений массовой доли флюида в исследуемой пробе

10.2.1. Используя весы (ПО-1) и шприц (ВО-1), залить в ёмкость ВО-2 дистиллированную воду массой $(0,5 \pm 0,1)$ г, зарегистрировать по показаниям весов значение массы воды m_1 (в граммах) с точностью не хуже, чем до 3-го знака после запятой. Поместить пробу в ЯМР-релаксометр и провести три измерения объемного содержания воды, зарегистрировать полученный результат Total NMR Volume (в мл) как $(V_{NMR})_{1,j}$, где $j=1, \dots, N$, $N=3$ – число ЯМР-измерений пробы.

10.2.2. Используя весы (ПО-1) и шприц (ВО-1), залить в ёмкость ВО-2 дистиллированную воду массой $(7,5 \pm 0,1)$ г, зарегистрировать по показаниям весов значение массы воды m_2 (в граммах) с точностью не хуже, чем до 3-го знака после запятой. Поместить пробу в ЯМР-релаксометр и провести три измерения объемного

содержания воды, зарегистрировать полученный результат Total NMR Volume (в мл) как $(V_{NMR})_{2,j}$, где $j=1, \dots, N$, $N=3$ – число ЯМР-измерений пробы.

10.2.3. Используя весы (ПО-1) и шприц (ВО-1), залить в ёмкость ВО-2 дистиллированную воду массой $(14,5 \pm 0,1)$ г, зарегистрировать по показаниям весов значение массы воды m_3 (в граммах) с точностью не хуже, чем до 3-го знака после запятой. Поместить пробу в ЯМР-релаксометр и провести три измерения объемного содержания воды, зарегистрировать полученный результат Total NMR Volume (в мл) как $(V_{NMR})_{3,j}$, где $j=1, \dots, N$, $N=3$ – число ЯМР-измерений пробы.

10.2.4. Рассчитать соответствующие массовые доли (выраженные в %) по формуле

$$w_i = \frac{m_i}{m_{\text{макс}}} \times 100$$

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

10.2.5. Определить коэффициенты линейной регрессии вида $V_{NMR} = a^* \cdot w + b^*$ по формулам

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

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

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

10.2.6 Рассчитать массовые доли (выраженные в %), определенные методом ЯМР, по формуле

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

10.2.7. Определить абсолютную погрешность измерений (по модулю, выраженную в %) массовой доли воды в исследуемой пробе для каждого измерения по формуле

$$\Delta_{i,j} = \left| (w_{NMR})_{i,j} - w_i \right|$$

10.3. Подтверждение соответствия ЯМР-релаксометра метрологическим требованиям

10.3.1. Результаты проверки диапазона измерений массовой доли воды в исследуемой пробе считать положительными, если выполнены требования п.п.10.1.1 и

10.1.2. При этом диапазоном измерений массовой доли воды следует считать диапазон от 1 до 100%

10.3.2. Результаты определения абсолютной погрешности измерений массовой доли воды в исследуемой пробе считать положительными, если для всех значений $\Delta_{i,j}$, определенных по п.10.2.7, выполнено условие

$$\Delta_{i,j} \leq 0,01 \cdot w_i + 1$$

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1. Результаты поверки оформляются протоколом, который хранится в организации, проводившей поверку.

11.2. ЯМР-релаксометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают годным к применению. Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Свидетельство о поверке оформляется в соответствии с требованиями нормативных актов федеральных органов исполнительной власти. Знак поверки наносится в виде наклейки или оттиска поверительного клейма на свидетельство о поверке ЯМР-релаксометра.

11.3. При отрицательных результатах ЯМР-релаксометр запрещают к применению и выдают извещение о непригодности, оформленное в соответствии с требованиями действующего законодательства. Сведения об отрицательных результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела АО «НИЦПВ»,
кандидат физ.-мат. наук



В.Б. Митюхляев