

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

«15» апреля 2019 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

ЯМР-релаксометры the minispec серий mq-one, mq, LF

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 21-251-2019

г. Екатеринбург

2019 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ и.о. зав. лаб. 251, к.х.н. Собина Е.П.
3. УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в апреле 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Операции поверки	4
4	Средства поверки	5
5	Требования к квалификации поверителя	5
6	Требования безопасности	5
7	Условия поверки	5
8	Подготовка к поверке	5
9	Проведение поверки.....	5
9.1	Внешний осмотр	5
9.2	Опробование.....	5
9.3	Проверка метрологических характеристик	6
10	Оформление результатов поверки.....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	11

Дата введения в действие: «__» _____ 2019 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на ЯМР-релаксометры the minispec серий mq-one, mq, LF (далее – ЯМР-релаксометры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка ЯМР-релаксометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

ГОСТ OIML R 76 1–2011 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»;

ГОСТ 12525-85 Цетан эталонный. Технические условия;

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 г. №328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке» с изменениями, вносимыми Приказом Минпромторга РФ № 5329 от 28.12.2018 г. «О внесении изменений в приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 2 июля 2015 г. № 1815».

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	9.3	-	-
3.1 Проверка предела обнаружения	9.3.1	да	да
3.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли компонентов	9.3.2	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка ЯМР-релаксометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, ЯМР-релаксометр бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При поверке ЯМР-релаксометра применяют следующие средства поверки:

- Весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ = 220 г (ФИФ № 44573-10);
- Весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ = 1100 г (ФИФ № 20325-06);
- Цетан эталонный по ГОСТ 12525-85, массовая доля гексадекана не менее 98 %.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды, а также напряжения и частоты переменного тока с диапазонами измерений охватывающими условия по п. 7.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, цетан эталонный должен иметь действующий паспорт.

4.4 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик, поверяемых ЯМР-релаксометров с требуемой точностью.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке ЯМР-релаксометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на ЯМР-релаксометр.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 №328н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности, указанные в РЭ ЯМР-релаксометра.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25
- относительная влажность, %, не более 80 (без конденсации)
- напряжение переменного тока, В от (100±11) до (220±22)
- частота переменного тока, Гц 50/60

7.2 ЯМР-релаксометр должен быть установлен вдали от источников магнитных и электрических полей.

8 Подготовка к поверке

8.1 ЯМР-релаксометр подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Средства измерений, используемые при поверке, подготовить в соответствии с их РЭ, цетан эталонный - в соответствии с паспортом.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений ЯМР-релаксометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ (кроме расходных материалов);
- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить ЯМР-релаксометр и проверить работоспособность органов управления и регулировки ЯМР-релаксометра в соответствии с РЭ.

9.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО ЯМР-релаксометра.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении ЯМР-релаксометра, запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран

монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования. ПО должно соответствовать приведенным в таблице 2 идентификационным данным.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение для серии	
	mq	mq-one, LF
Идентификационное наименование ПО	the minispec	minispec Plus
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже 3.0.0 Rev 0	не ниже 4.0.1
Цифровой идентификатор ПО	-	

9.3 Проверка метрологических характеристик

Проверку метрологических характеристик проводят при помощи средств измерений и цетана эталонного по п. 4.1.

Примечание – При приготовлении проб следует избегать попадания цетана эталонного (далее - цетана) на стенки емкости для измерений выше максимального уровня заполнения (см. Приложении А).

Рекомендуется применять весы с НПВ = 220 г при приготовлении проб, для которых суммарная масса емкости для измерений и цетана при максимальном уровне заполнения емкости не превышает 200 г. Для проб, у которых суммарная масса емкости для измерений и цетана при максимальном уровне заполнения емкости превышает 200 г, рекомендуется применять весы с НПВ = 1100 г.

9.3.1 Определение предела обнаружения

9.3.1.1 Взвешивают чистую пустую емкость для измерений (пробирку, флакон или банку в зависимости от модели ЯМР-релаксометра) из комплекта поставки ЯМР-релаксометра, фиксируют массу емкости.

Цетаном заполняют емкость для измерений до уровня, указанного в Приложении А настоящей методики. Взвешивают емкость с цетаном, фиксируют массу. Рассчитывают массу цетана, соответствующую рекомендованной максимальной высоте заполнения емкости, по формуле

$$m_{\text{макс}} = m_{v+C16} - m_v, \quad (1)$$

где $m_{\text{макс}}$ – масса цетана, соответствующая рекомендованной максимальной высоте заполнения емкости для измерений, г;

m_{v+C16} – масса емкости для измерений, заполненной цетаном, г;

m_v – масса пустой емкости для измерений, г.

9.3.1.2 Рассчитывают массы цетана, соответствующие частичному заполнению емкости для измерений, по формуле

$$m_i = n_i \cdot m_{\text{макс}}, \quad (2)$$

где m_i – масса цетана, соответствующая i -му частичному заполнению емкости для измерений, г;

n_i – i -ая доля заполнения, равная (0,20±0,10), (0,5±0,10), (0,8±0,10) и 1,0.

9.3.1.3 Исходя из значений m_i , готовят пробы цетана для градуировки ЯМР-релаксометра, соответствующие частичному заполнению емкости для измерений, по аналогии с процедурой по п. 9.3.1.1. Фиксируют действительные значения массы цетана m_j , г. Рассчитывают массовые доли цетана в пробах по формуле

$$w_j = \frac{m_j \cdot A}{m_{\text{макс}}}, \quad (3)$$

где w_j – массовая доля цетана в j -ой пробе, г;

A – паспортное значение массовой доли основного вещества в цетане, г.

9.3.1.4 Пробы термостатируются в течение 10 мин при температуре магнита ЯМР-релаксометра. Проводят настройку датчика ЯМР-релаксометра по пробе, в которой высота заполнения емкости для измерений соответствует максимальной рекомендованной по Приложению А.

9.3.1.5 Для каждой пробы, приготовленной по пп. 9.3.1.2-9.3.1.3, проводят измерения сигнала ЯМР-релаксометра не менее трех раз. Строят градуировочную зависимость сигнала ЯМР-релаксометра от массовой доли цетана в пробе, которая описывается линейным уравнением

$$S = a \cdot w + b, \quad (4)$$

где

$$a = \frac{n \cdot \sum_{j=1}^n (w_j \cdot S_j) - \sum_{j=1}^n w_j \cdot \sum_{j=1}^n S_j}{n \cdot \sum_{j=1}^n w_j^2 - (\sum_{j=1}^n w_j)^2}, \quad (5)$$

$$b = \frac{\sum_{j=1}^n w_j^2 \cdot \sum_{j=1}^n S_j - \sum_{j=1}^n w_j \cdot \sum_{j=1}^n (S_j \cdot w_j)}{n \cdot \sum_{j=1}^n w_j^2 - (\sum_{j=1}^n w_j)^2}, \quad (6)$$

где S_j – сигнала ЯМР-релаксометра j -ой пробы, %;

n – количество измерений.

9.3.1.6 В ячейку ЯМР-релаксометра помещают пустую емкость для измерений и проводят измерения массовой доли цетана не менее 10 раз. Рассчитывают предел обнаружения ПО, %, в соответствии с 3σ -критерием по формуле

$$\text{ПО} = 3 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^m (w_k - \bar{w}_k)^2}{m - 1}}, \quad (7)$$

где w_k – k -ый результат измерения массовой доли цетана в пустой емкости для измерений, %;

\bar{w}_k – среднеарифметическое результатов измерений массовой доли цетана в пустой емкости для измерений, %;

m – количество измерений.

ЯМР-релаксометры считаются прошедшими процедуру поверки, если значения предела обнаружения не превышают значений, указанных в таблицах 3-5.

Таблица 3 – Метрологические характеристики ЯМР-релаксометров the minispec серии mq-one

Наименование характеристики	Значения для модели						
	mq-one Hydrogen Analyzer	mq-one Polymer Analyzer	mq-one Seed Analyzer	mq-one Seed Analyzer XL	mq-one SFC Analyzer	mq-one Spin Finish Analyzer	mq-one Fat Analyzer
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>
Предел обнаружения, %, не более ¹⁾	0,1	0,5	0,1		0,5	0,1	
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли компонентов, %	1,0						
¹⁾ Значение нормировано для цетана (гексадекана).							

Таблица 4 – Метрологические характеристики ЯМР-релаксометров the minispec серии mq

Наименование характеристики	Значения для модели				
	mq7.5 NMR Analyzer	mq10 NMR Analyzer	mq20 NMR Analyzer	mq40 NMR Analyzer	mq60 NMR Analyzer
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>
Предел обнаружения, %, не более ¹⁾	0,1			0,5	
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли компонентов, %	1,0				
¹⁾ Значение нормировано для цетана (гексадекана).					

Таблица 5 – Метрологические характеристики ЯМР-релаксометров the minispec серии LF

Наименование характеристики	Значения для модели			
	LF50	LF65	LF90II	LF110
<i>l</i>	2	3	4	5
Предел обнаружения, %, не более ¹⁾	0,1			
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли компонентов, %	1,0			
¹⁾ Значение нормировано для цетана (гексадекана).				

9.3.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли компонентов

Проводят не менее пяти измерений массовой доли цетана в пробе, доля заполнения ячейки ЯМР-релаксометра в которой составляет (0,5±0,10). Рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонения результатов измерений массовой доли цетана S_r , %, по формуле

$$S_r = \frac{100}{\bar{w}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (w_j - \bar{w}_j)^2}{n - 1}}, \quad (8)$$

где w_j – j -ый результат измерения массовой доли цетана в пробе, %;

\bar{w}_j – среднеарифметическое результатов измерений массовой доли цетана в пробе, %;

n – количество измерений.

ЯМР-релаксометры считаются прошедшими процедуру поверки, если значения относительного среднего квадратического отклонения результата измерений массовой доли цетана не превышают значений, указанных в таблицах 3-5.


10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения Б.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на переднюю панель ЯМР-релаксометра.

10.3 При отрицательных результатах поверки ЯМР-релаксометр признают непригодным к применению, выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик:

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.  Е.П. Собина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Рекомендованная максимальная высота заполнения емкостей для измерений
ЯМР-релаксометров the minispec серий mq-one, mq, LF

Таблица А.1 – Рекомендованная максимальная высота заполнения емкостей для измерений ЯМР-релаксометров the minispec серии серий mq-one, mq, LF в зависимости от датчика

Серия	Модель	Датчик	Рекомендованная максимальная высота заполнения емкости, мм	Применение вставки ¹⁾
1	2	3	4	5
mq-one	mq-one Hydrogen Analyzer	H20-18-25A1	35	-
	mq-one Polymer Analyzer	H20-10-25RV	10	вставка
	mq-one Seed Analyzer	H10-40- 50AD1	35	-
	mq-one Seed Analyzer XL	H7.5-51- 62AD1	55	-
	mq-one SFC Analyzer	H20-10-20R	10	вставка
	mq-one Spin Finish Analyzer	H20-18-25A1	45	-
	mq-one Fat Analyzer	H20-18-25A1	35	-
mq	mq60 NMR Analyzer	H60-7.5-10BA(V)	7	-
	mq40 NMR Analyzer	H40-10-15BA	15	-
		H40-7.5-15BAV	7	-
	mq20 NMR Analyzer	H20-10-25(33) R(V)	10	вставка
		H20-10-25(33) AVGX	15	-
		H20-10-25(33) RVGX	10	вставка
		H20-18-25A1(M)	45	-
		H20-18-33BAV	20	-
mq10 NMR Analyzer	H10-40-50AD1(M)	35	-	
mq7.5 NMR Analyzer	H7.5-51-62AD1	55	-	
LF	LF50	H7.5-51-62AD1(O)	55	-
	LF65	H6.2-65-100ADO	140 ²⁾	-
	LF90II	H-6.2-60-90A	150 ²⁾	-
		H6.2-90-100ADO	180 ²⁾	-
	LF110	H-5.7-60-110A	150 ²⁾	-
		H5.7-110-120ADO	180 ²⁾	-

¹⁾ Под вставкой понимаются тефлоновые цилиндры из комплекта поставки ЯМР-релаксометров, устанавливаемые в измерительную ячейку СИ под емкости для измерений.

²⁾ Измерительная ячейка ЯМР-релаксометров the minispec серии LF моделей LF65, LF90II, LF110 ориентирована горизонтально. Для проведения поверки рекомендуется использовать банки для реактивов вместимостью не менее 100 см³ с винтовой крышкой и уплотнительным кольцом, которые помещаются в специальный контейнер для образцов (restrainer).

ПРИЛОЖЕНИЕ Б**(рекомендуемое)****ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ**

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

ЯМР-релаксометр the minispec серии _____ модель _____, зав. № _____

Документ на поверку:

МП 21-251-2019 «ГСИ. ЯМР-релаксометры the minispec серий mq-one, mq, LF. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °С _____
- относительная влажность, % _____
- напряжение переменного тока, В _____
- частота переменного тока, Гц _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б1 – Результаты проверки предела обнаружения

№	Результат измерения массовой доли цетана в пустой емкости для измерений, %	Рассчитанное значение предела обнаружения, %	Нормируемое значение предела обнаружения, %, не более
1.			
2.			
3.			
4.			
5.			
6.			
7.			
8.			
9.			
10.			

Таблица Б2 – Результаты проверки относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли компонентов

№	Результат измерения массовой доли цетана в пробе, %	Относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений массовой доли цетана, %	Нормируемое значение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли компонентов, %
1.			1,0
2.			
3.			
4.			
5.			

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Поверитель _____
Подпись
(Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____