



**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 $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ .<br>Средство измерений относительной влажности окружающей среды в диапазоне от 10% до 80% с абсолютной погрешностью не более $\pm 3\%$ . | Прибор контроля параметров воздушной среды Метеометр 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 $20^{\circ}\text{C}$ не более $4,3 \cdot 10^{-4}$ См/м; при $25^{\circ}\text{C}$ 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).

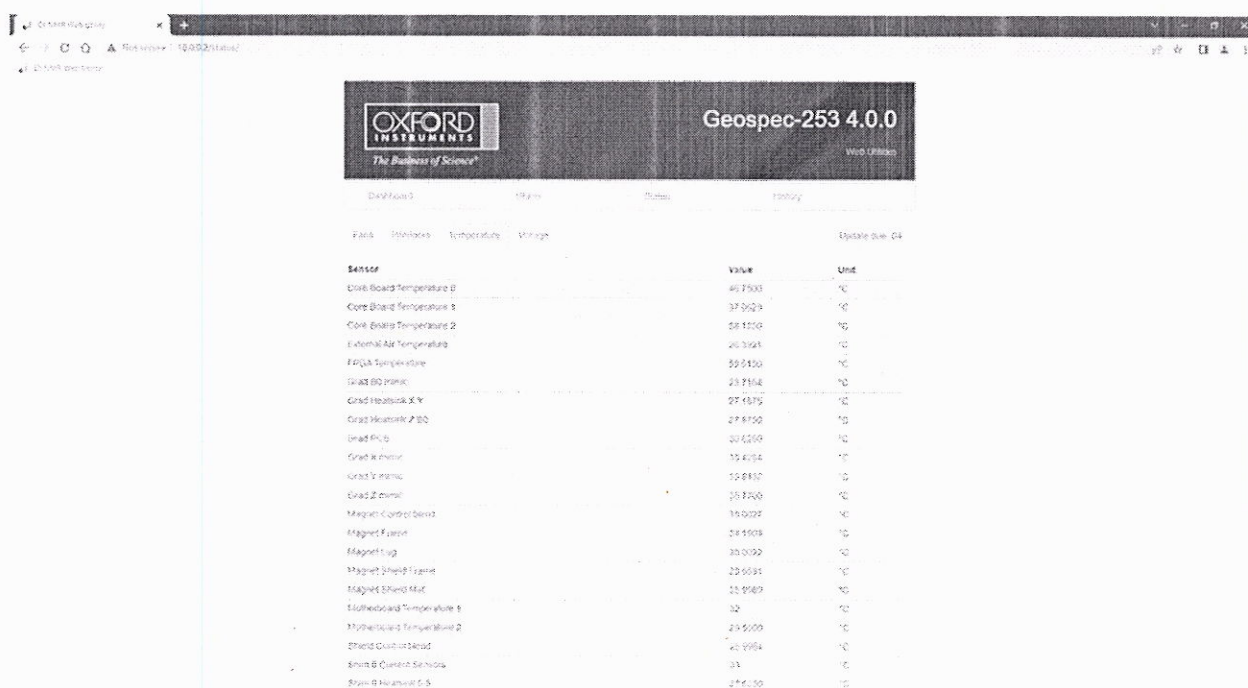


Рисунок 1. Окно «Status/Temperature» утилиты «OI NMR Web Utility»

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

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

### 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