

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»



Медведевских С.В.

" 15 " 04 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Релаксометры iTMR-10

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 18-251-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

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

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПЕРСОНАЛА	5
6	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
7	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....	5
8	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
9	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
10	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	13
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	15

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на релаксометры iTMR-10 (далее – релаксометры), выпускаемые Обществом с ограниченной ответственностью «Магнитные системы и технологии» (ООО «Магнитные системы и технологии»), Россия. Релаксометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

Поверка релаксометров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – один 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 26450.1-85 «Породы горные. Метод определения коэффициента открытой пористости жидкостенасыщением»;
- ГОСТ 6709-72 «Вода дистиллированная. Технические условия» (с Изменениями № 1, 2);
- 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, утвержденными Приказом Минпромторга России от 28 декабря 2018 г. №5329;
- Приказ Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

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
1 Внешний осмотр	9.2	да	да
2 Опробование	9.3	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	9.4	да	да
3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений открытой пористости	9.4.1	да	да
3.2 Проверка диапазона измерений открытой пористости	9.4.2	да	нет
3.3 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений времени спин-спиновой релаксации воды	9.4.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, релаксометр бракуется и выполняются операции по п. 10.3.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют ГСО 11116-2018/ГСО 11119-2018 стандартные образцы открытой пористости горных пород (имитаторы) (набор ОПГП СО УНИИМ), интервал аттестованных значений от 3 до 50 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ в интервале допускаемых аттестованных значений от 3,00 до 10,00 % $\pm 0,30$ %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$ в интервале допускаемых аттестованных значений от 10,00 до 50,00 % $\pm 0,40$ %.

4.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.3 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры, относительной влажности окружающей среды и атмосферного давления с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 7.

4.4 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

4.5 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования к квалификации персонала

5.1 К проведению работ по поверке релаксометров допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в установленном порядке в качестве поверителя, имеющие опыт работы с релаксометрами, изучившие руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на релаксометры и настоящую методику поверки.

5.2 Представитель заказчика поверки, выполняющий измерения на релаксометре (оператор), должен обладать навыками работы с компьютером и релаксометром.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

7 Условия поверки и подготовки к ней

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С	от +20 до +30
- относительная влажность, %	не более 80
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7

8 Подготовка к поверке

8.1 Перед проведением поверки релаксометр необходимо подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Стандартные образцы открытой пористости горных пород, используемые при поверке, необходимо подготовить в соответствии с ГОСТ 26450.1-85.

9 Проведение поверки

Проведение поверки производится с помощью функции программного обеспечения (далее – ПО) «Поверка», включающего в себя последовательность операций, указанных в таблице 1, и предоставлением протокола поверки, автоматически формируемого по форме, указанной в Приложении А.

В главном окне ПО в меню «Сервис» выбирают команду «Поверка». Появляется окно вида «мастер» с кнопкой «Далее», позволяющей переходить между операциями поверки. На каждой операции ПО релаксометра проводит обработку данных и выводит результаты в соответствующие поля автоматически. Допускается повторять все или некоторые вычисления вручную согласно приводимым ниже формулам (1) - (4), получая результаты измерений открытой пористости и времени релаксации согласно РЭ. При проведении поверки допускается выполнение отдельных этапов алгоритма оператором релаксометра или представителем производителя.

Для проведения поверки допускается направить необходимые стандартные образцы заказчику поверки для выполнения операций по п.9.4. При этом поверитель может контролировать процедуру поверки через клиент-серверное ПО по типу удаленного рабочего стола или через системы видеосвязи в режиме реального времени. Для оформления результатов поверитель может запросить сведения о поверке средств измерений, применяемых для поверки и обязан проверить правильность внесения сведений в ПО релаксометра при выполнении поверки.

9.1 Оценка условий проведения поверки

Оценку условий проведения поверки в соответствии с п.7.1 проводят с помощью средств измерений по п. 4.3. Измеренные значения условий и сведения о применяемых средствах измерений заносят в появившееся окно «Условия поверки», как показано на рисунке 1, и нажимают кнопку «Далее», чтобы перейти к следующей операции.

Условия поверки

Измерьте и введите значения, укажите используемые приборы.

Условия	Измерено	Допускается
Температура воздуха, °С	26	от +20 до +30
Относительная влажность, %	24	не более 80
Атмосферное давление, кПа	97	от 84 до 106,7

Приборы

Название средств измерения с номерами свидетельств о поверке

термогигрометр ИВА-6А-КП-Д зав. №374Е, свидетельство о поверке № 1808-03293 действительно до 28.05.2019 г.

Далее Отмена

Рисунок 1 – Окно «Условия поверки»

9.2 Внешний осмотр

При внешнем осмотре необходимо установить отсутствие видимых повреждений корпуса и внешних разъемов релаксометра.

Результаты внешнего осмотра отмечают в окне «Внешний осмотр», как показано на рисунке 2, нажимают кнопку «Далее», чтобы перейти к следующей операции.

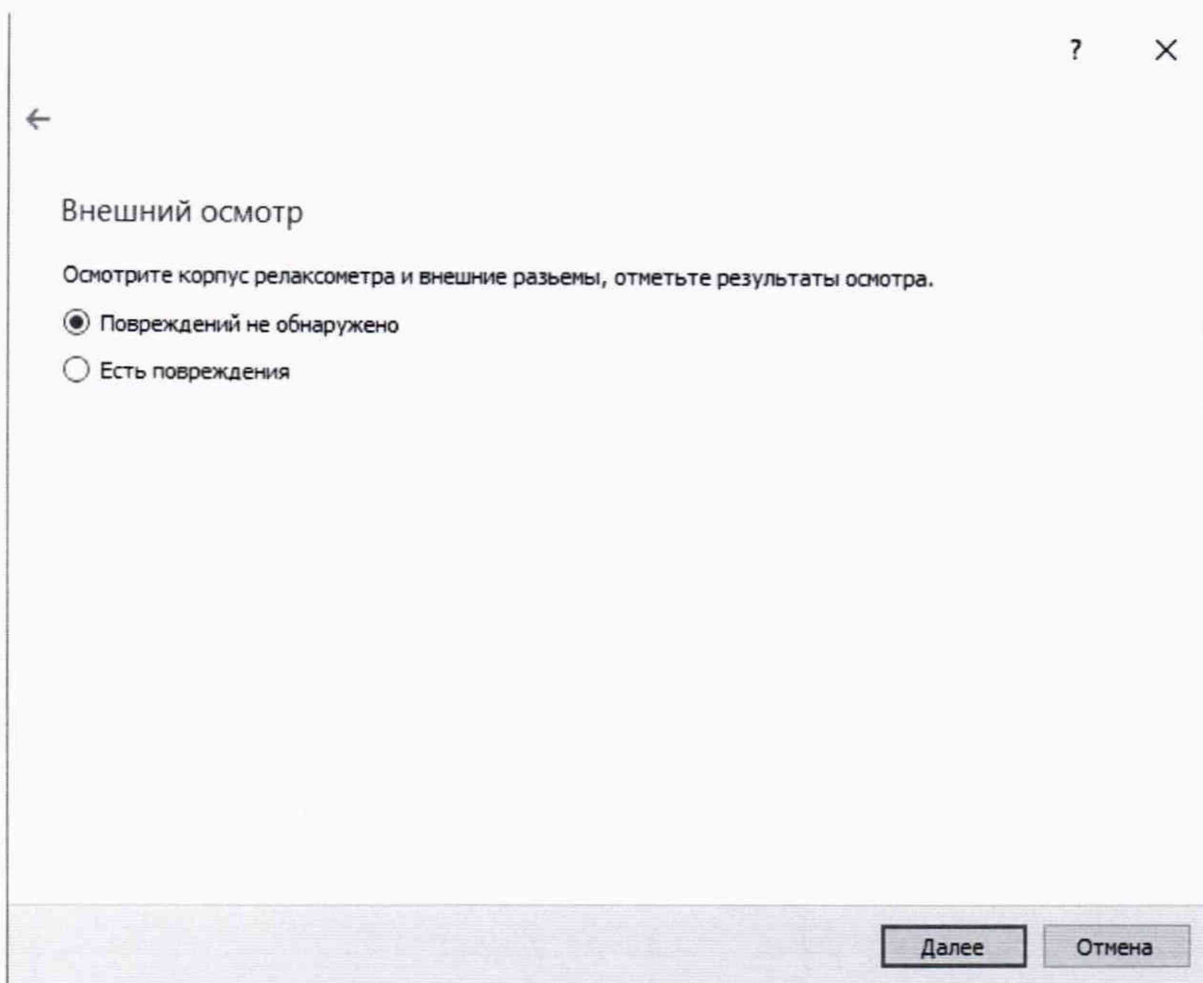


Рисунок 2 – Окно «Внешний осмотр»

9.3 Опробование

9.3.1 Проверку работоспособности органов управления и регулировки релаксометра осуществляют при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

9.3.2 Проводят проверку идентификационных данных ПО релаксометра. Номер версии ПО проверяют следующим образом: в меню ПО релаксометра выбирают раскрывающиеся меню «Справка» и выбирают команду «О программе», в результате на экране отобразится наименование и номер версии ПО. Номер версии ПО должен соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Relax NMR
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0
Цифровой идентификатор ПО	-

9.3.3 В окне «Опробование» вносят наименование и номер версии ПО, как показано на рисунке 3, нажимают кнопку «Далее», чтобы перейти к следующей операции.

←

Тестирование

Введите идентификационные данные программного обеспечения (ПО).

Идентификационные данные

	Введено	Значение
Наименование ПО	Relax NMR	Relax NMR
Номер версии ПО	1.0	не ниже 1.0
Цифровой идентификатор ПО	<отсутствует>	<отсутствует>

Далее Отмена

Рисунок 3 – Окно «Тестирование»

9.4 Проверка метрологических характеристик

9.4.1 Проверка абсолютной погрешности измерений открытой пористости

9.4.1.1 В окне «Измерение калибровочного образца» выполняют заданный порядок действий, как показано на рисунке 4: устанавливают в держатель калибровочный образец, входящий в комплект релаксометра, проводят калибровку релаксометра, нажимают кнопку «Начать». После завершения калибровки нажимают кнопку «Далее», переходят в окно «Проверка абсолютной погрешности измерений открытой пористости».

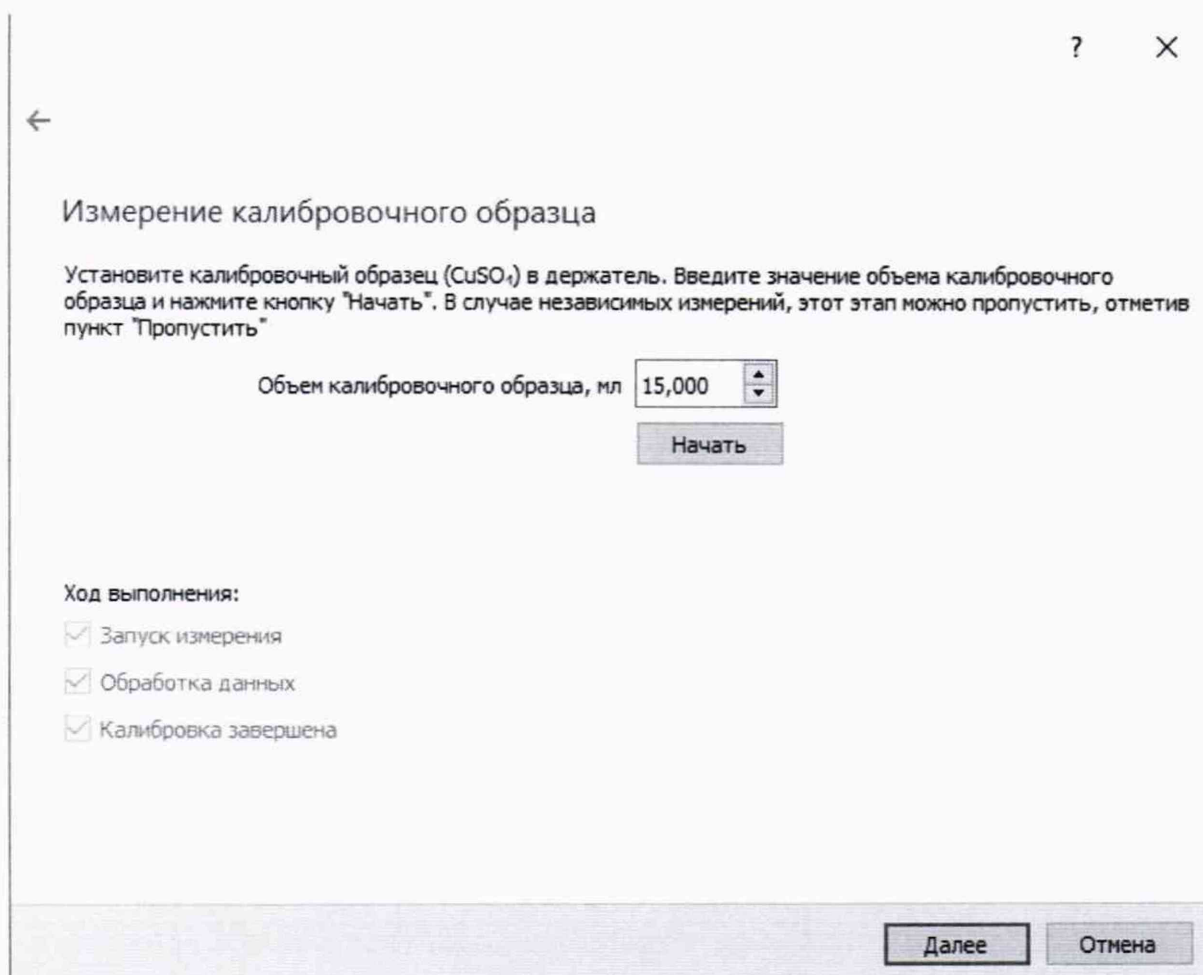


Рисунок 4 – Окно «Измерение калибровочного образца»

9.4.1.2 В окне «Проверка абсолютной погрешности измерений открытой пористости» выполняют заданный порядок действий, как показано на рисунке 5: устанавливают предварительно насыщенный водой по п.8.2 стандартный образец из комплекта ГСО 11116-2018/ ГСО 11119-2018 в держатель, вводят номер образца, аттестованное значение открытой пористости и габаритные размеры образца, указанные в паспорте. Проводят не менее трех измерений открытой пористости (V_{ij}).

9.4.1.3 Проверку абсолютной погрешности измерений открытой пористости проводят с использованием не менее трех образцов из комплекта ГСО 11116-2018/ГСО 11119-2018 с аттестованными значениями открытой пористости в различных точках, равномерно распределенных по диапазону измерений открытой пористости от 3 до 50 % включ.

9.4.1.4 По результатам измерений ПО релаксометра рассчитывается среднее арифметическое значение (\bar{V}_i) открытой пористости каждого i -ого образца из комплекта ГСО 11116-2018/ГСО 11119-2018 и значение абсолютной погрешности измерений открытой пористости (Δ_{Vi}) по формулам:

$$\bar{V}_i = \frac{\sum V_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$\Delta_{Vi} = \bar{V}_i - A_{Vi}, \quad (2)$$

где V_{ij} – результат j -го измерения открытой пористости в i -ом стандартном образце из набора ГСО 11116-2018/ГСО 11119-2018, %;

n – число измерений i -го стандартного образца из набора ГСО 11116-2018/ГСО 11119-2018, $n=3$;

A_{Vi} – аттестованное значение открытой пористости i -го стандартного образца из набора ГСО 11116-2018/ГСО 11119-2018, %.

? X



Проверка абсолютной погрешности измерений открытой пористости (1/3)

Установите стандартный образец в держатель. Введите необходимые данные и нажмите кнопку "Начать".

Стандартный образец		Измерение	
№	11116-2018	№	Измеренное V , %
A_V , %	4,81	1	4,64
Длина, мм	29,87	2	4,72
Диаметр, мм	30,09	3	4,71
$\Delta_V \text{ max}$, %	0,16	\bar{V} , %:	4.69
		Δ_V , %:	-0.12
			Начать

Номер, аттестованное значение открытой пористости (A_V), длина, диаметр и границы абсолютной погрешности аттестованного значения ($\Delta_V \text{ max}$) указаны в паспорте стандартного образца. V - измеренное среднее арифметическое значение открытой пористости; Δ_V - значение абсолютной погрешности измерений открытой пористости. В случае независимых измерений введите измеренные значения V и отметьте пункт "Измерение проведено".

Далее	Отмена
-------	--------

Рисунок 5 – Окно «Проверка абсолютной погрешности измерений открытой пористости»

9.4.1.5 Среднее арифметическое значение открытой пористости и значение абсолютной погрешности измерений открытой пористости выводятся в окне «Проверка абсолютной погрешности измерений открытой пористости», как показано на рисунке 5.

9.4.1.6 После завершения измерений первого стандартного образца и нажатии кнопки «Далее» ПО предлагает установить следующий образец в держатель, ввести номер, аттестованное значение открытой пористости и габаритные размеры образца, указанные в паспорте стандартного образца. ПО релаксометра позволяет провести проверку абсолютной погрешности измерений открытой пористости с использованием трех образцов из набора ГСО 11116-2018/ГСО 11119-2018 с аттестованными значениями открытой пористости, близкими к началу, середине и концу диапазона от 3 до 50 %.

9.4.1.7 Полученные значения абсолютной погрешности измерений открытой пористости должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

9.4.1.8 В случае, если какое-либо из полученных значений абсолютной погрешности измерений открытой пористости не удовлетворяет требованиям таблицы 3, следует устранить возможные причины, повторить калибровку релаксометра и измерение открытой пористости.

Нажимают кнопку «Далее», чтобы перейти к следующей операции.

9.4.2 Проверка диапазона измерений открытой пористости

9.4.2.1 Проверку диапазона измерений открытой пористости проводят одновременно с определением абсолютной погрешности по п. 9.4.1 настоящей методики поверки.

9.4.2.2 В случае, если полученные по формуле (2), значения погрешностей удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 3, ПО релаксометра автоматически принимает диапазон измерений открытой пористости, указанный в таблице 3, и вносит данные в протокол поверки, как показано в Приложении А.

9.4.3 Проверка относительного среднего квадратического отклонения (далее – ОСКО) результатов измерений времени спин-спиновой релаксации воды

9.4.3.1 Проверку ОСКО проводят с использованием дистиллированной воды по п.4.2, помещенной в стеклянную или полипропиленовую пробирку объемом (5 – 10) см³.

9.4.3.2 В окне «Проверка ОСКО времени релаксации T_2 воды» выполняют заданный порядок действий, как показано на рисунке 6: устанавливают пробирку с водой в держатель, нажимают кнопку «Начать», проводят не менее трех измерений времени релаксации (T_{2i}).

Проверка ОСКО времени релаксации T_2 воды

Установите образец с водой в держатель и нажмите кнопку "Начать"

Контрольные значения	
Диапазон времен, мс	1800 - 2800
S_r max, %	3

Измерение	
№	Измеренное T_2
1	2518,00
2	2506,00
3	2465,00
\bar{T}_{2r} , мс	2496
S_{r,T_2} , %	1.11

Начать

S_r max - предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) результатов измерений времени спин-спиновой релаксации (T_2); \bar{T}_{2r} - среднее арифметическое значение; S_{r,T_2} - ОСКО результатов измерений T_2

Далее Отмена

Рисунок 6 – Окно «Проверка ОСКО»

9.4.3.3 По результатам измерений ПО релаксометра рассчитывается ОСКО результатов измерений времени спин-спиновой релаксации воды ($S_{r,T_2,i}$) по формуле

$$S_{rT_{2i}} = \frac{100}{\overline{T_{2i}}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_{2i} - \overline{T_{2i}})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где $\overline{T_{2i}}$ - среднее арифметическое значение времени релаксации воды, мс;

n – число измерений времени релаксации воды, $n=3$;

Среднее арифметическое значение времени релаксации воды ($\overline{T_{2i}}$) рассчитывается ПО релаксометра по формуле

$$\overline{T_{2i}} = \frac{\sum T_{2i}}{n}. \quad (4)$$

9.4.3.4 Результат ОСКО выводится в окне «Проверка ОСКО времени релаксации T_2 воды», как показано на рисунке 6.

9.4.3.5 Полученные значения ОСКО результатов измерений времени спин-спиновой релаксации воды должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

9.4.3.6 В случае, если какое-либо из полученных значений ОСКО результатов измерений времени спин-спиновой релаксации воды не удовлетворяет требованиям таблицы 3, следует устранить возможные причины, повторить измерение.

9.4.3.7 Нажимают кнопку «Далее». При этом ПО релаксометра предлагает сохранить файл протокола поверки в не редактируемом виде в формате «pdf».

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений открытой пористости, %	от 3 до 50
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений открытой пористости, %	$\pm 0,8$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений времени спин-спиновой релаксации воды*, %	3
*Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72	

10 Оформление результатов поверки

10.1 Протокол проведения поверки формируется автоматически в ходе проведения поверки по форме Приложения А настоящей методики поверки и представляет собой не редактируемый файл в формате «pdf».

10.2 При положительных результатах поверки релаксометр признают пригодным к применению и выдают свидетельство о поверке согласно Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 с изменениями утвержденными Приказом Минпромторга России от 28 декабря 2018 г. №5329. Знак поверки наносится на лицевую часть релаксометра.

10.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности согласно Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 с изменениями утвержденными

Приказом Минпромторга России от 28 декабря 2018 г. №5329 с указанием причин. Релаксометр к применению не допускают.

Разработчик:

И. о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ»



Собина Е.П.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА-ПРИМЕР ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

Средство измерений: Релаксометр iTMR-10, зав № 2

Документ на поверку: МП 18-251-2019 «ГСИ. Релаксометры iTMR-10. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

- термогигрометр ИВА-6А-КП-Д зав.№374Е, свидетельство о поверке № 1808-03293 действительно до 28.05.2019 г.

- ГСО 11116-2018/ГСО 11119-2018 стандартные образцы открытой пористости горных пород (имитаторы) (набор ОПГП СО УНИИМ), срок годности до 31.05.2023 г.

Условия проведения поверки	Требуется	Измерено	Соответствие
Температура окружающей среды, °С	от +20 до +30	25	да
Относительная влажность, %	не более 80	60	да
Атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7	100	да

Результаты внешнего осмотра: соответствует требованиям МП 18-251-2019.

Результаты опробования:

Идентификационные данные (признаки)	Требуется	Проверено	Соответствие
Идентификационное наименование ПО	Relax NMR	Relax NMR	да
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0	1.0	да
Цифровой идентификатор	-	-	-

Проверка метрологических характеристик:

Проверка абсолютной погрешности измерений открытой пористости

(V_{ij} – результат j-го измерения открытой пористости в i-ом стандартном образце %; A_{Vi} – аттестованное значение открытой пористости i-го стандартного образца, %; \bar{V}_i – среднее арифметическое значение результата измерений открытой пористости i-го стандартного образца, %; Δ_{Vi} – значение абсолютной погрешности измерений открытой пористости i-го стандартного образца, %; $\Delta_{V_{max}}$ – пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений открытой пористости, %)

Номер СО в наборе	A_{Vi} , %	Габаритные размеры образца, мм		V_{ij} , %	\bar{V}_i , %	Δ_{Vi} , %	$\Delta_{V_{max}}$, %	Соответствие
		Длина	Диаметр					
11116-2018	4,81	29,87	30,09	4,64	4,69	-0,12	± 0,8	да
				4,72				
				4,71				
11118-2018	29,64	29,98	30,28	28,80	28,94	-0,70	± 0,8	да
				29,12				
				28,91				
11119-2019	43,36	29,31	29,36	42,32	42,70	-0,66	± 0,8	да
				43,20				
				42,58				

Проверка диапазона измерений открытой пористости

Наименование характеристики	Полученные значения	Соответствие
Диапазон измерений открытой пористости, %	от 3 до 50	да

Проверка ОСКО результатов измерений времени спин-спиновой релаксации воды

(T_{2i} - результат измерений времени спин-спиновой релаксации воды, мс; $\overline{T_{2i}}$ - среднее арифметическое значение времени релаксации воды, мс; $S_{rT_{2i}}$ - ОСКО результатов измерений времени спин-спиновой релаксации воды, %; $S_{rT_{2i}} \max$ - Предел допускаемого ОСКО результатов измерений времени спин-спиновой релаксации воды)

T_{2i} , мс	$\overline{T_{2i}}$, мс	$S_{rT_{2i}}$, %	$S_{rT_{2i}} \max$, %	Соответствие
2518	2496	1,1	3	да
2506				
2465				

Результат проведения поверки:

Годен / Не годен

(нужное подчеркнуть)

Выдано

Свидетельство о поверке / Извещение о непригодности

(нужное подчеркнуть)

от « ____ » _____ 20__ г., № _____

Поверитель

(Ф.И.О.)

(подпись)

Организация, проводившая поверку _____