

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ГЦИ СИ,

генеральный директор
ОАО ФГУП «Инверсия»

Б.С.Пункевич

2009 г.



ЯМР-спектрометры AVANCE	Внесены в Государственный реестр средств измерений Регистрационный № <u>16733-09</u> Взамен № <u>16733-05</u>
-------------------------	---

Выпускаются по документации фирмы "Bruker BioSpin GmbH", Германия.

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

ЯМР-спектрометры AVANCE предназначены для проведения научных и аналитических (качественных и количественных) исследований сложных соединений, изучения строения и реакционной способности молекул. Форма и положение сигналов в спектрах позволяет определять изомерный состав, проводить конформационный анализ.

ЯМР-спектрометры применяются в лабораториях предприятий химической, фармацевтической, биохимической и других отраслях промышленности, а также в лабораториях научно-исследовательских институтов.

ОПИСАНИЕ

ЯМР-спектрометры представляют собой стационарные автоматизированные приборы.

Работа ЯМР-спектрометров основана на принципе ядерного магнитного резонанса. Сигналы ЯМР отображаются в виде спектра и анализируются по двум параметрам – частоте и интенсивности. Анализ частот дает качественную информацию о локальном окружении атома. Интегральная интенсивность сигнала дает количественную информацию о химической структуре.

Для работы ЯМР - спектрометров используются криогенные магнитные системы на основе сверхпроводящих магнитов с индукцией постоянного магнитного поля от 7,05 до 23,5 Тл.

Диаметры рабочих отверстий - 52/54/89мм. Выпускаемые приборы имеют рабочие частоты на ядрах водорода 300, 400, 500, 600, 700, 750, 800 и 900 МГц.

Управление процессом измерений осуществляется от внутреннего контроллера и РС-совместимого компьютера с помощью специального программного комплекса. Программируемым образом осуществляется настройка прибора, управление его

работой, обработка выходной информации, сохранение и печать результатов.

ЯМР-спектрометр состоит из следующих элементов:

- пульт управления, который включает в себя: основной компьютер, монитор, клавиатуру и виртуальную панель BSMS;
- консоль электронного оборудования;
- блок магнита, включающий также систему шиммирования (настройки однородности), предусилители (HPPR) и датчик.

С пульта управления оператором производится управление всеми функциями спектрометра.

Консоль выполнена в виде шкафа и содержит основное электронное оборудование современного цифрового спектрометра:

- систему контроля сбора данных (AQS), включающую синтезатор частоты, импульсный генератор; аналого-цифровой преобразователь;
- блок управления системой стабилизации магнитного поля (BSMS) и блок управления шиммирующей системой;
- устройство переменной температуры (VTU);
- различные усилители (радиочастотный усилитель, приемник).

Различные устройства блока *AQS* генерируют радиочастотные импульсы для возбуждения образца и позволяют получить, усилить и оцифровать сигналы ЯМР, которые излучает образец. Блоку *AQS* принадлежит полный контроль управления спектрометром в ходе исследований.

Управление блоком *BSMS* осуществляется с клавиатуры или при помощи программы.

Основная функция устройства *VTU* – изменение температуры образца в заданном режиме или поддержание постоянного значения температуры.

Основная функция *усилителей* (передатчиков) – принять входящий сигнал и усилить его количественно.

Сверхпроводящий магнит создает магнитное поле, необходимое для передачи ЯМР.

Магнит является чрезвычайно чувствительным к внешним вибрациям прибором. Для подавления таких нежелательных воздействий магнит оснащен демпферной системой.

Система шиммирования служит для создания высокой однородности магнитного поля.

Основная функция *предусилителя HPPR* состоит в усилении сигналов, посылаемых образцом и регистрируемых на выходе из датчика.

Датчик служит для передачи импульсов возбуждения к образцу, а также для приема излучаемого им сигнала.

Для помещения, извлечения и вращения анализируемого образца в ЯМР-спектрометре используется сжатый воздух.

Общая схема работы прибора выглядит таким образом:

При помощи пневматического лифта образец помещается в датчик. Управляющий компьютер генерирует команду для импульсного генератора, который вырабатывает радиочастотный сигнал определенной формы частоты. Этот сигнал подается на вход линейного усилителя, с выхода которого попадает на радиочастотный контур датчика. После импульса регистрируемый в колебательном контуре сигнал усиливается в предусилителе и передается на основной усилитель. Усиленный сигнал при помощи аналого-цифрового преобразователя преобразуется в цифровой вид и конвертируется в конечный вид, т.е. в спектр ядерного магнитного резонанса.

ЯМР - спектрометры могут комплектоваться в дополнение к базовым моделям широким набором дополнительных устройств и принадлежностей.

ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Максимальная индукция магнитного поля (в зависимости от применяемого магнита), Тл	7,05...23,50
Диаметр теплого отверстия (в зависимости от применяемого магнита), мм	52, 54, 89
Стабилизация магнитного поля	цифровая
Внешний диаметр ампул с образцами, мм	5,8 и 10
Количество независимых частотных каналов	2...8
Точность задания частоты радиочастотного сигнала, Гц	$\pm 0,001$
Точность задания фазы радиочастотного сигнала, град.	$\pm 0,05$
Детектирование сигнала	цифровое
Цифровое разрешение	16 бит / 1 МГц
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений химического сдвига сигнала	$\pm 0,2 \cdot 10^{-8}$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений интенсивности сигнала (пик кривых спектра), %	$\pm 0,3$
Соотношение сигнал:шум (в зависимости от применяемого датчика)	105:1 – 920:1
Диапазоны изменения температуры измеряемых образцов, (в градусах Цельсия, °C): - типовой - максимальный (при применении специализированного оборудования)	- 150... +150 -269... +1200
Погрешность установления температуры образцов, К	$\pm 0,1$
Напряжение питания переменного тока, В	220 (+10/-15%)
Потребляемая мощность (в зависимости от комплектации), кВт	1,2...6,5
Габаритные размеры (зависят от комплектации) - магнита, минимальные, см - консоли с электроникой, см	72x72x192 45x71x91
Масса (в зависимости от спецификации), кг	420-8500

Условия эксплуатации: - температура, °С - стабильность поддержания температуры, °С а) в районе магнита б) в районе консоли (управляющей электроники) - влажность, %	18...28 ±1 ±2 40...80 без конд.
Условия транспортирования и хранения: - температура, °С - влажность, %	-20 ... 40 °С 20 ... 80% без конд.
Срок службы, лет	8

ЗНАК УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА

Знак утверждения типа наносится на средство измерений и на титульный лист руководства по эксплуатации и на переднюю часть корпуса прибора.

КОМПЛЕКТНОСТЬ

Комплект поставки определяется заказом и отражается в спецификации.

Основной комплект включает:

НАИМЕНОВАНИЕ	ПРИМЕЧАНИЕ
ЯМР-спектрометр	
Сверхпроводящий магнит с принадлежностями	в том числе по отдельному заказу
Консоль (система управляющей электроники)	в том числе по отдельному заказу
Система охлаждения и термостатирования датчика	в том числе по отдельному заказу
Датчик ЯМР	в том числе по отдельному заказу
Система микротомографии	в том числе по отдельному заказу
Рабочая станция на основе персонального компьютера	в том числе по отдельному заказу
Программное обеспечение	в том числе по отдельному заказу
Комплект инструментов	в том числе по отдельному заказу
Комплект запасных частей	в том числе по отдельному заказу
Руководство по эксплуатации	
Методика поверки	

ПОВЕРКА

Поверка ЯМР-спектрометров AVANCE проводится в соответствии с документом «ЯМР-спектрометры AVANCE. Методика поверки», утвержденным ГЦИ СИ ОАО ФНТЦ «Инверсия» в декабре 2009 г.

Основные средства поверки:

- 1%-ный раствор хлороформа в дейтерированном ацетоне;
- 0,1%-ный раствор этилбензола в дейтерированном хлороформе;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104-2001;
- набор пипеток по ГОСТ 20292-74;
- колбы по ГОСТ 1770-74.

Межповерочный интервал - 2 года.

НОРМАТИВНЫЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

ГОСТ Р 52931-2008 «Приборы контроля и регулирования технологических процессов. Общие технические условия».

Техническая документация фирмы-изготовителя.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Тип ЯМР-спектрометров AVANCE утвержден с техническими и метрологическими характеристиками, приведенными в настоящем описании типа, метрологически обеспечен при выпуске из производства и в эксплуатации

ИЗГОТОВИТЕЛЬ:

“Bruker BioSpin GmbH»

Germany, Rheinstetten, D-76287, Silberstreifen

Телефон: 49-721-5161-0

Факс: 49-721-5171-01

ПРЕДСТАВИТЕЛЬ:

ООО «Брукер»

Москва, 119991, Ленинский проспект, 47, ИОХ РАН им. Зелинского

Телефон: 8-495-502-90-06

Факс: 8-495-502-90-07

Главный метролог

ОАО ФНТЦ «Иверсия»



Н.В.Ильина

Заместитель генерального директора,

Руководитель подразделения

ООО «Брукер»



М.И.Даштиев