

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ

Генеральный директор
ОАО ФНТЦ «Инверсия»

Б.С.Пункевич

2009 г.



ЯМР-спектрометры AVANCE

"Bruker BioSpin GmbH", Германия

Методика поверки

нр. 16733-09

Москва-2009

Настоящая методика распространяется на ЯМР-спектрометры AVANCE (далее ЯМР-спектрометры) фирмы Bruker BioSpin GmbH (Германия) и устанавливает методику и средства их первичной поверки при ввозе на территорию РФ, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал - 2 года.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки выполняются следующие операции:

- внешний осмотр;
- опробование;
- определение погрешности измерений

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки применяют следующие 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.

2.2. Поверку ЯМР-спектрометра проводят в том диапазоне измерений, в котором его применяют.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении поверки необходимо соблюдать требования безопасности, предусмотренные "Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей", "Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей", и указаниями по технике безопасности, приведенными в эксплуатационной документации на средства поверки и поверяемые спектрометры

4. Условия поверки и подготовка к ней

4.1. При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

- | | |
|---|------------------|
| – температура окружающего воздуха | (21 ± 3) °C; |
| – относительная влажность не более | 80 %; |
| – скорость изменения температуры не более | 3 °C/час; |
| – напряжение питания переменного тока | 220 (+22/-33) В; |
| – частота питающей сети переменного тока | (50 ± 1) Гц. |

4.2. На периодическую поверку ЯМР-спектрометр предъявляют со свидетельством о предыдущей поверке и эксплуатационной документацией.

4.3. Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- выдержать спектрометры при температуре поверки в течение не менее 2 ч;
- подготовить спектрометры к работе в соответствии с требованиями эксплуатационной документации фирмы-изготовителя;
- подготовить к работе эталонные и вспомогательные средства поверки, указанные в разделе 2 настоящей Методики поверки, в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности (без запасных частей и инструмента), указанной в руководстве по эксплуатации;
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики прибора;
- наличие на ЯМР - спектрометре заводского номера, товарного знака фирмы изготовителя, обозначений переключателей, соединительных разъемов.

5.2. Опробование

Опробование осуществляют в соответствии с порядком, установленным в руководстве по эксплуатации.

5.3. Проверка метрологических характеристик

5.3.1. Тест на разрешающую способность

В соответствии с руководством по эксплуатации записывают спектр ядерного магнитного резонанса эталонного образца 3%-го раствора хлороформа в дейтерированном ацетоне при температуре образца 25 °C в режиме термостабилизации. Образец подвергается вращению с частотой 20 об./сек. После облучения образца ВЧ-единичным импульсом спад свободной индукции протонов образца подвергается Фурье-преобразованию и анализируется форма сигнала.

Для используемого образца ширина сигнала хлороформа должна быть не хуже 0,4 Гц на половине его высоты, не хуже 6 Гц на уровне 0,55% и не хуже 12 Гц на уровне 0,11% высоты сигнала.

Если условие не выполняется, измерения повторяют. Повторные результаты являются окончательными для принятия решения о результате поверки.

5.3.2. Тест на чувствительность

В соответствии с руководством по эксплуатации записывают спектр ядерного магнитного резонанса эталонного образца 0,1 % раствора этилбензола в хлороформе. После облучения образца единичным ВЧ-импульсом выполняют Фурье-преобразование спада свободной индукции протонов образца и вычисляют в автоматическом режиме отношение сигнал/шум для протонов CH₂-группы молекулы этилбензола. Его величина зависит от рабочей частоты спектрометра и применяемого датчика (Таблица 1). Измерение повторяется 3 раза, в каждом измерении величина отношения сигнал/шум должна быть не хуже заявленного значения.

Если условие не выполняется, измерение повторяют. Повторные результаты являются окончательными для принятия решения о результате поверки.

Таблица 1 - Значения отношения сигнал/шум в спектре ядерного магнитного резонанса на протонах для различных датчиков и рабочих частот спектрометра (эталонный образец: 0,1% раствора этилбензола в дейтерированном хлороформе)

Датчик (обозначение)	Рабочая частота спектрометра, МГц			
	300	400	500	600 +
Селективный (SEL)	190:1	500:1	720:	920:1
Инверсный широкополосный (BBI)	175:1	480:1	720:1	800:1
Инверсный тройного резонанса (TXI)	175:1	480:1	720:1	880:1

Двойной 13С / 1Н (DUL, DCH)	105:1	175:1	260:1	295:1
Широкополосный прямого наблюдения (ВВО, ВВФО)	105:1	175:1	260:1	295:1
Четырехядерный прямого наблюдения (QNP)	105:1	175:1	260:1	295:1
Инверсный четырехканальный 1Н / 31Р – 13С / 15Н (QXI)	-	-	600:1	640:1

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы, в котором указывается соответствие метрологических характеристик предъявляемым требованиям. Протокол хранится в организации, проводившей поверку.

6.2. Спектрометр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным к применению. Положительные результаты поверки оформляются соответствующей отметкой в эксплуатационной документации (при первичной поверке) и/или свидетельством о поверке установленной формы (при периодической поверке).

6.3. При отрицательных результатах поверки спектрометры к применению не допускают и направляют в ремонт. В эксплуатационной документации делают отметку о непригодности, выдают извещение о непригодности установленной формы и аннулируют свидетельство о поверке.

Главный метролог
ОАО ФНТЦ «Инверсия»

Н.В.Ильина