

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИ-
ЯТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

« 10 » 11 2021 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

ЯМР-спектрометр AVANCE NEO 700

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 63-251-2021**

Екатеринбург
2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки	4
4 Требования к условиям проведения поверки	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	6
8 Внешний осмотр средства измерений	6
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	6
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	6
11 Определение метрологических характеристик средства измерений	6
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
13 Оформление результатов поверки	7

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на ЯМР-спектрометр AVANCE NEO 700 (далее – ЯМР-спектрометр), изготовленный Bruker BioSpin AG, Швейцария. ЯМР-спектрометр подлежит первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка ЯМР-спектрометра должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость обеспечивается путем применения ГСО 7288-96 с установленной прослеживаемостью к ГЭТ 3-2008 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)».

1.3 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»;

Приказ Минпромторга РФ от 28.08.2020 № 2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения»;

Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

Приказ Минпромторга РФ от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр средства измерений	8	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
3 Проверка программного обеспечения	10	да	да
4 Определение метрологических характеристик	11	-	-
4.1 Проверка отношения сигнал: шум на	11.1	да	да

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
ядре ^1H , пределов относительного среднего квадратического отклонения отношения сигнал: шум на ядре ^1H			
4.2 Проверка разрешения на ядрах ^1H (ширина сигнала линии хлороформа)	11.2	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка ЯМР-спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, ЯМР-спектрометр бракуется и выполняются операции по п. 13.3.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 18 до +28
- относительная влажность, %, не более: 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке ЯМР-спектрометра допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на ЯМР-спектрометр и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
ГСО 7288-96 стандартный образец состава хлороформа	интервал допускаемых значений молярной доли хлороформа от 99,70 до 99,98 % включ., границы допускаемого значения абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,06$ %
дейтероацетон	атомная доля дейтерия не менее 99,7 %, массовая доля основного вещества не менее 99,9 %
термогигрометр	диапазон измерений температур от минус 20 до плюс 60 °С, $\Delta=\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности от 10 до 100 %, $\Delta=\pm 2,5$ %.

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

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида ЯМР-спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений ЯМР-спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и серийного номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность ЯМР-спектрометра.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре ЯМР-спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Перед проведением поверки ЯМР-спектрометр готовят к работе в соответствии с РЭ. Устанавливают следующие параметры эксперимента:

- 1) Угол возбуждения (отклонения): 90°;
- 2) Количество накоплений: 1 шт.;
- 3) Время задержки: 60 с.

9.2 При включении ЯМР-спектрометра должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.3 Готовят раствор хлороформа в дейтероацетоне с массовой долей 1 % в соответствии с приложением А настоящей методики поверки.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) ЯМР-спектрометра: вызывают позицию «Справка», пункт меню «About». Наименование и номер версии ПО должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО ЯМР-спектрометра

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TopSpin
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 4.1.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение отношения сигнал: шум на ядре ^1H , относительного среднего квадратического отклонения отношения сигнал: шум на ядре ^1H

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения отношения сигнал: шум на ядре ^1H проводят с использованием раствора хлороформа в дейтероацетоне по п. 9.3.

11.1.2 В соответствии с РЭ устанавливают ампулу с раствором по п. 9.3 в отверстие

для проб ЯМР-спектрометра. Проводят не менее трех измерений ЯМР-спектра. Для каждого спектра рассчитывают значение отношения сигнал: шум на ядре ^1H , X_i , с помощью ПО ЯМР-спектрометра.

11.2 Определение разрешения на ядрах ^1H

11.2.1 Определение разрешения на ядрах ^1H проводят с помощью ЯМР-спектров, полученных в п. 11.1. На каждом спектре проводят измерения ширины сигнала хлороформа на высоте 50 %, 0,55 % и 0,11 %, используя ПО ЯМР-спектрометра.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитывают значение относительного среднего квадратического отклонения отношения сигнал: шум на ядре ^1H , S_i , %, по формуле

$$S_i = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}, \quad (1)$$

где X_i – i -ое измеренное значение отношения сигнал: шум на ядре ^1H , Гц;

\bar{X} – среднее арифметическое значение результатов измерений отношения сигнал: шум на ядре ^1H , Гц, рассчитанное по формуле

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i. \quad (2)$$

12.2 Полученные значения отношения сигнал: шум на ядре ^1H и относительного среднего квадратического отклонения отношения сигнал: шум на ядре ^1H должны соответствовать требованиям таблицы 4. Полученные по п. 11.2 значения разрешения на ядрах ^1H должны соответствовать требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Разрешение на ядрах ^1H (ширина сигнала линии хлороформа) ¹⁾ , Гц, не более: - на 50 % высоты сигнала - на 0,55 % высоты сигнала - на 0,11 % высоты сигнала	2,0 20,0 30,0
Отношение сигнал: шум на ядре ^1H ¹⁾ , не менее	1000:1
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения отношения сигнал: шум на ядре ^1H ¹⁾ , %	5,0
¹⁾ - для раствора стандартного образца хлороформа (ГСО 7288-96) в дейтероацетоне с массовой долей 1%.	

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 При положительных результатах поверки ЯМР-спектрометр признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»,

или в соответствии с действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Нанесение знака поверки не ЯМР-спектрометр не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки ЯМР-спектрометр признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующими на момент проведения поверки нормативными актами в области обеспечения единства измерений.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

**Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**



Е.В. ВострокнUTOва