

## ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

### ЯМР-спектрометры AVANCE

#### Назначение средства измерений

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.

#### Описание средства измерений

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 23,5Тл.

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.

Программное обеспечение реализуется в операционных средах Windows и Linux. Оно позволяет задавать и контролировать режимы анализа, рассчитывать результаты измерений, вводить и выводить накопленную информацию и представлять ее в виде таблиц, графиков, спектров, тестовых файлов и т.д. По специальному заказу спектрометры дополнительно комплектуются библиотеками одно- и двумерных спектров ряда веществ, что позволяет проводить идентификацию исследуемых образцов.

### Программное обеспечение

Спектрометры ЯМР оснащены единым программным обеспечением TopSpin, которое управляет работой прибора и отображает, обрабатывает и хранит полученные данные.

Таблица -1. Идентификационные данные программного обеспечения.

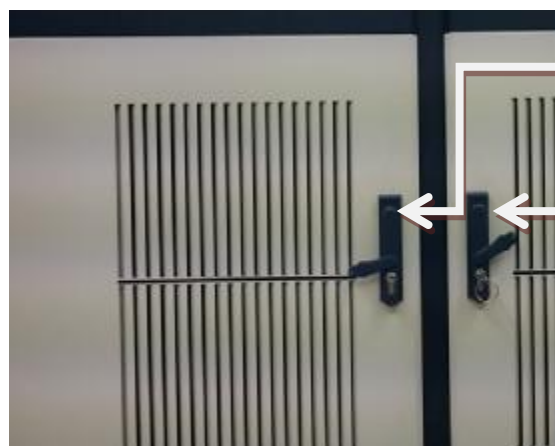
| Идентификационные данные (признаки)             | Значения  |   |
|---|---|---|
|   | для Windows   | для Linux   |
| Идентификационное наименование ПО               | TopSpin   | TopSpin   |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО       | 3.2 pl6 и выше  | 3.2 pl6 и выше                                      |
| Цифровой идентификатор ПО                       | d1b708620edca6b11b6f85fc8b8c4bb4<br>(для файла cpr.exe) | e30fdc25bfb5138563a472fe5cdc909f<br>(для файла cpr) |
| Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО | MD5   | MD5   |

Защита ПО от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «низкий» по Р 50.2.077-2014.

Влияние программного обеспечения спектрометров учтено при нормировании метрологических характеристик.

Внешний вид ЯМР-спектрометров AVANCE приведен на рис.1

Рис. 1. Внешний вид ЯМР-спектрометров AVANCE



Пломбирование

### Метрологические и технические характеристики

|  |  |
|--|--|
| Максимальная индукция магнитного поля (в зависимости от применяемого магнита), Тл  | 7,05...23,50                                     |
| Диаметр теплового 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 допустимой 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):<br>- типовой<br>- максимальный (при применении специализированного оборудования)                    | - 150... +150<br>-269... +1200                   |
| Погрешность установления температуры образцов, К   | $\pm 0,1$  |
| Напряжение питания переменного тока, В   | 220(+10/-15%)                                    |
| Потребляемая мощность (в зависимости от комплектации), кВА   | 1,2...6,5  |
| Габаритные размеры (зависят от комплектации)<br>- магнита, минимальные, см<br>- консоли с электроникой, см   | 72x72x192<br>45x71x91                            |
| Масса (в зависимости от спецификации), кг  | 420-8500   |
| Условия эксплуатации:<br>- температура, °C<br>- стабильность поддержания температуры, °C<br>а) в районе магнита<br>б) в районе консоли (управляющей электроники)<br>- влажность, % | 18...28<br><br>$\pm 1$<br>$\pm 2$<br>40...80 без |
| Условия транспортирования и хранения<br>- температура, °C<br>- влажность, %  | -20 40 °C<br>20...80 % без конд.                 |
| Срок службы, лет   | 8  |

## Знак утверждения типа

Знак утверждения типа наносится на титульный лист руководства по эксплуатации и на переднюю часть корпуса приборов.

## Комплектность средства измерений

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 спектрометра) | 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 микрофотографии                                | 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

Осуществляется по документу МП 16733-09 «ЯМР-спектрометры AVANCE. Методика поверки», утвержденному ГЦИ СИ ФГУП ГНТЦ «Инверсия» в декабре 2009 г.

Основные средства поверки:

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

## Сведения о методиках (методах) измерений

Сведения о методиках (методах) измерений изложены в документе «Спектрометр ЯМР AVANCE. Руководство пользователя»

## Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к ЯМР-спектрометрам AVANCE

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

Техническая документация компании «Bruker BioSpin GmbH», Германия.

**Рекомендации по областям применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений**

при выполнении работ по оценке соответствия продукции и иных объектов обязательным требованиям в соответствии с законодательством Российской Федерации о техническом регулировании.

**Изготовитель**

Компания "Bruker BioSpin GmbH", Германия.  
Адрес: Silberstreifen 4, D-76287, Rheinstetten,  
Тел.: +49(721)5161-0, факс: +49(720)5171-01

**Заявитель**

Общество с ограниченной ответственностью «Брукер» (ООО «Брукер»)  
Адрес: 119017, Москва, ул. Пятницкая д.50/2, стр.1.  
Тел.: +7(495) 517-92-84, факс: +7(495) 517-92-86.

**Испытательный центр**

ОАО ФНТЦ "Инверсия"  
107031, г. Москва, ул. Рождественка, 27,

Заместитель

Руководителя Федерального  
агентства по техническому  
регулированию и метрологии

С.С. Голубев

М.п. «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2015 г.