

ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-  
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» (ФГУП «УНИИМ»)  
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ  
И МЕТРОЛОГИИ



УТВЕРЖДАЮ

Директор  
ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**ЯМР-спектрометры Spinsolve**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 49-223-2019**

Екатеринбург  
2019

**Предисловие**

1 РАЗРАБОТАНА  
ФГУП “Уральский научно-исследовательский институт метрологии”  
(ФГУП “УНИИМ”)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ  
Собина А.В., Кузнецова М.Ф. (ФГУП «УНИИМ»)

3 УТВЕРЖДЕНА  
ФГУП “УНИИМ” 2019 г.

4 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

## Содержание

1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Операции поверки .....	1
4 Средства поверки .....	2
5 Требования безопасности .....	2
6 Условия поверки и подготовка к ней .....	2
7 Проведение поверки .....	2
8 Оформление результатов поверки .....	4
Приложение А (рекомендуемое) Форма протокола поверки .....	6

---

**Государственная система обеспечения единства измерений**  
**ЯМР-СПЕКТРОМЕТРЫ SPINSOLVE**  
**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

---

Дата введения 2019- -

### **1 Область применения**

Настоящая методика распространяется на ЯМР-спектрометры Spinsolve (далее по тексту – ЯМР-спектрометры), предназначенные для измерения параметров ЯМР-спектра веществ и материалов при проведении научных и аналитических исследований (качественных и количественных) в области химии, физики, биологии, материаловедения.

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок ЯМР-спектрометров.

Интервал между поверками – один год.

### **2 Нормативные ссылки**

В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.091-2012 Безопасность электрического оборудования для измерения, управления и лабораторного применения. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (с учетом Приказа Минпромторга РФ от 28 декабря 2018 г. № 5329 "О внесении изменений в приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815)

### **3 Операции поверки**

3.1 При проведении поверки ЯМР-спектрометра выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов по одному из пунктов таблицы 1 поверка прекращается, ЯМР-спектрометр бракуется.



Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2 Опробование	7.2	Да	Да
3 Определение разрешения на ядрах $^1\text{H}$ , соотношения сигнал/шум на ядрах $^1\text{H}$ , относительного среднего квадратического отклонения общего интегрального сигнала на ядрах $^1\text{H}$	7.3	Да	Да

#### 4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

4.1.1 Весы лабораторные электронные CP225D, наименьший предел взвешивания 0,001 г/ 80 г; наибольший предел взвешивания 80 г/ 220 г; пределы допускаемой погрешности: в диапазоне от 0,001 до 5 г включ.:  $\pm 0,00005$  г; в диапазоне св. 5 до 20 г включ.:  $\pm 0,00006$  г; в диапазоне св. 20 до 80 г включ.:  $\pm 0,00015$  г; в диапазоне св. 80 до 200 г включ.  $\pm 0,00050$  г; в диапазоне св. 200 до 220 г включ.  $\pm 0,00060$  г (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 25469-03).

4.1.2 Стандартный образец хлороформа (ГСО 7288-96), молярная доля хлороформа (99,70 – 99,98) %, границы допускаемого значения абсолютной погрешности аттестованного значения  $\text{CO} \pm 0,06$  % при доверительной вероятности 0,95.

4.1.3 Дейтероацетон, атомная доля дейтерия не менее 99,7 %, массовая доля основного вещества не менее 99,9 %.

4.1.4 Ампулы для ЯМР-спектроскопии с наружным диаметром 5 мм.

4.1.5 Термогигрометр электронный Center 313, диапазон измерений относительной влажности от 10 % до 100 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 2,5$  %; диапазон измерений температуры (минус 20 – 60) °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,7$  °С.

4.1.6 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, диапазон измерений от 80 до 106 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,2$  кПа.

4.1.7 Пипетка, дозатор или капельница для переноса жидкостей в ампулу.

4.1.8 Цилиндр для взвешивания ампулы для ЯМР-спектроскопии или другое устройство, обеспечивающее устойчивость ампулы на платформе весов.

4.2 Допускается применение других средств поверки с аналогичными метрологическими характеристиками.

#### 5 Требования безопасности

При проведении поверки ЯМР-спектрометра следует соблюдать требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.2.091, ГОСТ 20015.

#### 6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки ЯМР-спектрометра соблюдают следующие условия измерений:

- температура окружающего воздуха от 20 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха от 20 % до 85 %.

6.2 Перед проведением поверки следует проверить наличие «Руководства по эксплуатации» ЯМР-спектрометра.

6.3. Проводят подготовку ЯМР-спектрометра к измерениям в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

## 7 Проведение поверки

### 7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности поверяемого ЯМР-спектрометра требованиям, установленным в эксплуатационной документации (ЭД);
- отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность и метрологические характеристики поверяемого ЯМР-спектрометра.
- наличие заземления;
- наличие на передней и задней панелях обозначения, заводского номера и товарного знака фирмы-изготовителя, обозначений переключателей, соединительных разъемов.

### 7.2 Опробование

7.2.1 Процедура опробования включает в себя проверку работоспособности и проверку идентификационных данных программного обеспечения (ПО) поверяемого ЯМР-спектрометра.

7.2.2 Включают ЯМР-спектрометр, как указано в «Руководстве по эксплуатации». Проверяют, что все режимы работы, а также параметры, соответствующие заданному режиму, высвечиваются на мониторе управляющего компьютера ЯМР-спектрометра. Выбор необходимого режима измерений, а также выполнение команд, производят в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

7.2.3 Проводят проверку идентификационных данных ПО поверяемого ЯМР-спектрометра

Проверку идентификационных данных ПО поверяемого ЯМР-спектрометра проводят путем запуска программы Spinsolve и вывода на монитор управляющего компьютера ЯМР-спектрометра идентификационного наименования и номера версии ПО. Идентификационное наименование должно соответствовать указанному в таблице 2, номер версии ПО должен быть не ниже указанного в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационное наименование ПО	Spinsolve
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.15.4

### 7.3. Определение разрешения, соотношения сигнал/шум на ядрах $^1\text{H}$ , относительного среднего квадратического отклонения общего интегрального сигнала на ядрах $^1\text{H}$

7.3.1. Перед определением разрешения, соотношения сигнал/шум на ядрах  $^1\text{H}$ , относительного среднего квадратического отклонения общего интегрального сигнала на ядрах  $^1\text{H}$  необходимо выполнить процедуру автоматической коррекции «POWERSHIM». Для этого в соответствии с руководством по эксплуатации устанавливают ампулу с образцом с массовой долей  $\text{H}_2\text{O}$  10 % и массовой долей  $\text{D}_2\text{O}$  90 % (поставляется в комплекте с ЯМР-спектрометром) в отверстие для проб ЯМР-спектрометра и выполняют процедуру «POWERSHIM» согласно пункту «POWERSHIM» раздела «Автоматическая коррекция» руководства по эксплуатации.



7.3.2 Определение разрешения, соотношения сигнал/шум на ядрах  $^1\text{H}$ , относительного среднего квадратического отклонения общего интегрального сигнала на ядрах  $^1\text{H}$  проводят одновременно с использованием раствора хлороформа в дейтероацетоне с массовой долей 20 %, приготовленном из ГСО 7288-96 и дейтероацетона.

7.3.3 Для приготовления раствора навеску ГСО 7288-96 массой  $m_{\text{ГСО}}$ , г, взвешивают в предварительно взвешенной ампуле для ЯМР-спектрометрии. Ампулу взвешивают с использованием цилиндра или другого устройства, обеспечивающего устойчивость ампулы на платформе весов.

Массу навески ГСО 7288-96,  $m_{\text{ГСО}}$ , рассчитывают по формуле (1). Доводят массу содержимого ампулы до  $(0,500 \pm 0,005)$  г, добавляя по каплям дейтероацетон. Ампулу плотно закрывают, раствор перемешивают.

$$m_{\text{ГСО}} = \frac{0,1 \cdot 100}{A_{\text{ГСО}}}, \quad (1)$$

где  $A_{\text{ГСО}}$  – аттестованное значение массовой доли хлороформа в ГСО 7288-96, %.

Примечание – Аттестованное значение ГСО 7288-96 – молярная доля хлороформа. При расчете концентраций растворов, приготовленных из ГСО 7288-96, в соответствии с инструкцией по его применению, массовую долю хлороформа, в процентах, принимают равной значению молярной доли хлороформа по паспорту СО без учета сотых долей процента.

7.3.4 В соответствии с руководством по эксплуатации устанавливают ампулу с раствором, приготовленным по 7.3.3, в отверстие для проб ЯМР-спектрометра. Выдерживают ампулу с раствором в ЯМР-спектрометре в течение 2 минут перед проведением измерений.

В основном меню выбирают «System», затем «SHIM+», запускают измерения нажатием кнопки Start. При этом необходимо убедиться в том, что нет предупреждений о температурном режиме. В ходе проведения процесса измерений значения параметров разрешения («LINEWIDTH 50 %»), отношения сигнал/шум («(1 Hz LB) SNR») и общего интегрального сигнала на ядрах  $^1\text{H}$  («SIGNAL») отображаются на панели программного обеспечения в левой части экрана. По завершении измерения программа выдает соответствующее сообщение. Измерения проводят не менее пяти раз.

По результатам измерений общего интегрального сигнала на ядрах  $^1\text{H}$  рассчитывают относительное СКО по формуле

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

где  $X_{ij}$  -  $j$ -ое измеренное значение общего интегрального сигнала на ядрах  $^1\text{H}$ , отн. ед.;

$\bar{X}_i$  - среднее арифметическое значение результатов измерений общего интегрального сигнала на ядрах  $^1\text{H}$ , отн. ед.,

$$\bar{X}_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n X_{ij}. \quad (3)$$

Разрешение на ядрах  $^1\text{H}$  при каждом из трех измерений не должно превышать 0,6 Гц.

Отношение сигнал/шум на ядрах  $^1\text{H}$  при каждом из трех измерений должно быть не менее 5000:1. Относительное СКО общего интегрального сигнала на ядрах  $^1\text{H}$  не должно превышать 5 %.

## 8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А. Протокол поверки хранят до следующей поверки.

8.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке в соответствии с Приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (с учетом Приказа Минпромторга РФ от 28 декабря 2018 г. № 5329 «О внесении изменений в приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815»).

8.3 В случае отрицательных результатов поверки анализатор признают непригодным к применению и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (с учетом Приказа Минпромторга РФ от 28 декабря 2018 г. № 5329 «О внесении изменений в приказ Минпромторга РФ от 2 июля 2015 г. № 1815»).

Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»

А.В. Собина

Зам. зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ»

М.Ф. Кузнецова



**Приложение А**  
(рекомендуемое)

**Форма протокола поверки**

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № \_\_\_\_\_ от « \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Наименование и тип спектрометра \_\_\_\_\_  
 Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений \_\_\_\_\_  
 Зав. № \_\_\_\_\_ Дата выпуска \_\_\_\_\_  
 Принадлежит \_\_\_\_\_  
 Методика поверки МП 49-223-2019 «ГСИ. ЯМР-спектрометры Spinsolve. Методика поверки», ФГУП «УНИИМ», 2019 г.  
 Средства поверки \_\_\_\_\_  
 Условия поверки \_\_\_\_\_

**Результаты поверки**

1. Внешний осмотр \_\_\_\_\_
2. Опробование \_\_\_\_\_
3. Определение разрешения на ядрах  $^1\text{H}$

Разрешение на ядрах $^1\text{H}$ , Гц

Разрешение на ядрах  $^1\text{H}$  не превышает (превышает) 0,6 Гц.

4. Определение отношения сигнал/шум на ядрах  $^1\text{H}$

Отношение сигнал/шум на ядрах $^1\text{H}$

Отношение сигнал/шум на ядрах  $^1\text{H}$  не менее (менее) 5000:1.

5. Определение относительного СКО выходного сигнала

Номер измерения	Результаты измерений общего интегрального сигнала на ядрах $^1\text{H}$ , отн. ед
1	
2	
3	
4	
5	
Среднее арифметическое значение результатов измерений общего интегрального сигнала на ядрах $^1\text{H}$ , отн. ед.	
Относительное СКО общего интегрального сигнала на ядрах $^1\text{H}$ , %	

Заключение:

ЯМР-спектрометр Spinsolve годен (не годен) к применению.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_.

Срок действия свидетельства до \_\_\_\_\_.

Поверитель \_\_\_\_\_  
(Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_.