

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

ЯМР-релаксометры MQC (модификации MQC-23, MQC-5, MQC-F)

Назначение средства измерений

ЯМР-релаксометры MQC (модификации MQC-23, MQC-5, MQC-F) (далее – ЯМР-релаксометры) предназначены для измерений массовых долей веществ в жидких и твердых пробах.

Описание средства измерений

Принцип действия ЯМР-релаксометров основан на резонансном поглощении электромагнитной энергии веществом, обусловленном переориентацией магнитных моментов атомных ядер. Исследуемый образец помещается в постоянное магнитное поле и подвергается воздействию последовательности радиочастотных импульсов электромагнитного поля, параметры которой обеспечивают измерение параметров ЯМР-сигнала в различные моменты времени. Для жидких образцов регистрируют зависимость амплитуды сигнала спинного эха (эха Хана) или спада свободной индукции (далее – ССИ), для твердых образцов – сигнал ССИ или сигнал спинного эха, который появляется в результате воздействия на пробу импульсной последовательностью, содержащей два 90-градусных радиочастотных импульса, подаваемых с задержкой в несколько микросекунд. Аналитическим сигналом для измерений массовых долей веществ является среднее значение амплитуды соответствующего ЯМР-сигнала за определенный интервал времени (начальная точка данного интервала и его длительность выбирается в зависимости от образца). Зависимость величины аналитического сигнала от массовой доли веществ, содержащих ЯМР-активные ядра (^1H или ^{19}F), строится с использованием образцов, содержание в которых указанных веществ известно (метод внешнего стандарта).

С помощью полученной зависимости определяются:

- массовая доля веществ, содержащих ядра водорода ^1H в жидких и твердых пробах (модификации MQC-23, MQC-5);
- массовые доли веществ, содержащих ядра фтора ^{19}F , или массовые доли ядер фтора ^{19}F в жидких и твердых пробах (модификация MQC-F).

Конструктивно ЯМР-релаксометры представляют собой настольные автоматизированные приборы, состоящие из блока магнита с датчиком, имеющим цилиндрическую ячейку для исследуемой пробы, и блока электроники со встроенным персональным компьютером. Модификации MQC-23, MQC-5 отличаются размерами диаметра датчика для исследуемой пробы и величиной постоянного магнитного поля. Общий вид ЯМР- релаксометра показан на рисунке 1.



Рисунок 1. Общий вид ЯМР-релаксометра MQC.

Программное обеспечение

Управление ЯМР-релаксометрами осуществляется с помощью внешней ПЭВМ с использованием специализированного программного обеспечения (ПО).

Защита ПО от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «С» по МИ 3286-2010.

Идентификационные данные программного обеспечения представлены в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование ПО	Идентификационное наименование ПО	Номер версии ПО	Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО
Программа управления процессом измерений и обработки результатов измерений	RINMR	6.0.0.0	28B58C51E317676D21 7B72FEE7E4F66D5B6 68171E67DFEFB1BA3 2C44A8D3B6DD	по ГОСТ Р 34.11-94

Метрологические и технические характеристики

Метрологические и технические характеристики ЯМР-релаксометров приведены в Таблице 2.

Таблица 2.

Наименование характеристики	Значение		
	Модификации ЯМР-релаксометров		
	MQC-23	MQC-5	MQC-F
Рабочая частота, МГц	27,12	5,28	27,12
Диапазон измерений массовой доли компонентов, содержащих ядра ^1H , %	0,1÷100	1÷70	-
Диапазон измерений массовой доли атомов ^{19}F , млн $^{-1}$.	-	-	150÷3000
Диапазон измерений массовой доли компонентов, содержащих атомы ^{19}F , %	-	-	5÷100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли компонентов, содержащих ядра ^1H , %:			
в диапазоне массовых долей от 0,1 % до 0,5 %	±10	-	-
в диапазоне массовых долей от 0,5 % до 10 %	±3	-	-
в диапазоне массовых долей от 1 % до 10 %	-	±8	-
в диапазоне массовых долей от 10 % до 70 %	-	±2,5	-
в диапазоне массовых долей от 10 % до 100 %	±2,5	-	-
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли атомов ^{19}F , %	-	-	±10
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли компонентов, содержащих атомы ^{19}F , %	-	-	±2,5
Относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений массовой доли атомов ^{19}F в условиях повторяемости, не более, %.	-	-	2
Относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений массовой доли компонентов, содержащих атомы ^{19}F в условиях повторяемости, не более, %	-	-	2
Отношение сигнал/шум на ядрах ^1H на образце чистого октана, не менее:			
с использованием датчика диаметром 10 мм	150:1	-	-
с использованием датчика диаметром 18 мм	2500:1	-	-
с использованием датчика диаметром 26 мм	2500:1	-	-
с использованием датчика диаметром 40 мм	-	500:1	-
с использованием датчика диаметром 51 мм	-	500:1	-
Отношение сигнал/шум на ядрах ^{19}F на образце твердого CaF_2 , не менее	-	-	250:1
Условия эксплуатации:			
- температура окружающей среды, °С	от 15 до 30		
- скорость изменения температуры окружающей среды, °С/сутки, не более	3		
- относительная влажность воздуха, %	от 20 до 80		
напряжение питания от однофазной сети переменного тока частотой (50±1) Гц, В	от 220 до 240		

Знак утверждения типа

Знак утверждения типа наносится в виде наклейки на корпус ЯМР-релаксометра и титульный лист технической документации фирмы-изготовителя типографским способом.

Поверка

осуществляется по документу МП 57401-14 «ЯМР-релаксометры MQC (модификации MQC-23, MQC-5, MQC-F) фирмы Oxford Instruments Industrial Analysis, Великобритания. Методика поверки», утвержденному руководителем ГЦИ СИ ОАО «НИЦПВ» в феврале 2014 г.

Средства поверки: весы лабораторные класса точности I по ГОСТ Р 53228-2008 (предел взвешивания не менее 40 г, дискретность не более 0,01 мг; предел взвешивания не менее 120 г, дискретность не более 0,1 мг); весы лабораторные класса точности II по ГОСТ Р 53228-2008 (предел взвешивания не менее 320 г, дискретность не более 1 мг); колба мерная класса точности 1 с одной отметкой и пришлифованной пробкой на 250 см³ 2-250-1 по ГОСТ 1770-74; термометр лабораторный стеклянный частичного погружения I класса по ГОСТ 24498-90 (диапазон от 15 °C до 45 °C, цена деления 0,1 °C); шкаф сушильный (предел устанавливаемой температуры не менее 150°C); реактивы: n-октан product number 7481 (массовая доля основного компонента не менее 99 %) фирмы Sigma-Aldrich, США; хлороформ детерированный product number 151858 (атомная доля дейтерированных молекул не менее 99,96 %, массовая доля основного компонента не менее 99 %, массовая доля воды по Фишеру не более 0,01 %) фирмы Sigma-Aldrich, США; вода для лабораторного анализа степени чистоты 1 по ГОСТ 52501-2005; натрий фтористый ч.д.а. по ГОСТ 4463-76; кальций фтористый product number 449717 (массовая доля основного компонента не менее 99,99 %, массовая доля суммы примесей металлов не более 150 млн⁻¹) фирмы Sigma-Aldrich, США; легкое минеральное масло product number M3516 фирмы Sigma-Aldrich, США; фторопласт-4 марки С по ГОСТ 10007-80.

Сведения о методиках (методах) измерений

Руководство «MQC-23. Руководство оператора», разделы 4 и 5.

Руководство «MQC-5. Руководство оператора», разделы 4 и 5.

Руководство «MQC-F. Руководство оператора», разделы 4 и 5.

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к ЯМР-релаксометрам MQC (модификации MQC-23, MQC-5, MQC-F)

Техническая документация фирмы-изготовителя.

Рекомендации по областям применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений

Применяются вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Изготовитель

Фирма Oxford Instruments Industrial Analysis, Великобритания.
Адрес: Tubney Woods, Abingdon, Oxfordshire, OX13 5QX, United Kingdom.
Телефон: +44 1865 393 200. E-mail: industrial@oxinst.com

Заявитель

Закрытое акционерное общество «АВРОРА»
Юридический адрес: Россия, 117638, г. Москва, Криворожская ул, д. 25, кв. 92.
Фактический адрес: 119071, г. Москва, 2-й Донской пр-зд, д.10, стр. 4
Телефон: +7 495 258-83-05. E-mail: sales@avrora-lab.com

Испытательный центр

ГЦИ СИ ОАО «НИЦПВ»
Адрес: 119421, г. Москва, ул. Новаторов 40, корп. 1.
Тел. (495) 935-97-77, 935-97-66. Тел./Факс: 935-96-90. E-mail: fgupnicpv@mail.ru
Аттестат аккредитации ГЦИ СИ ОАО «НИЦПВ» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № 30036-10 от 10.06.2010 г.

Заместитель
Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

_____ Ф.В. Булыгин
М.п. «____» _____ 2014 г.