

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Хроматографы жидкостные LC-30 NEXERA с детекторами SPD-M30A, RID-20A, Decade Elite, Decade Lite, LCMS-8030, LCMS-8040

Назначение средства измерений

Хроматографы жидкостные LC-30 NEXERA с детекторами SPD-M30A, RID-20A, Decade Elite, Decade Lite, LCMS-8030, LCMS-8040 (далее – хроматографы) предназначены для количественного химического анализа органических и неорганических веществ.

Описание средства измерений

Хроматографы жидкостные LC-30 NEXERA состоят из нескольких блоков, состав которых определяется конкретной аналитической задачей. Хроматографы могут комплектоваться детекторами: спектрофотометрическим на диодной матрице SPD-M30A, дифференциальным рефрактометрическим RID-20A, электрохимическими Decade Elite, Decade Lite и масс-спектрометрическими, образуя хромато-масс-спектрометры LCMS-8030 и LCMS-8040.

В состав хроматографов могут входить насосы LC-30AD, LC-30ADSF, LC-20ADXR, LC-20Ai, дегазаторы DGU-20A5R, DGU-20A3R, автоинжекторы SIL-30AC; SIL-30ACMP, ручной дозатор, блок автоматической смены планшетов Rack Changer II; контроллеры CBM-20A, CBM-20A lite, термостаты колонок CTO-30A, CTO-30AS, CTO-20A/20AC, один или несколько кранов переключения колонок FCV-12AH/FCV-12Ahi (inert Version)/FCV-14AH/FCV-14Ahi (inert Version)/FCV-20AH2/FCV-20AH6/FCV-3, 6AH/FCV-34AH/FCV-32AH/FCV nano, система on-line пробоподготовки методом сверхкритической флюидной экстракции SFE-30A, регулятор обратного давления SFC-30A в режиме сверхкритической флюидной хроматографии один или несколько детекторов, система обработки данных и вывода результатов анализа "LabSolutions".

Детектор SPD-M30A снабжен новой системой обработки хроматографических пиков i-PDeA, позволяющей идентифицировать и обрабатывать неразделенные пики и выделять пики примесей в основном веществе. Оптический модуль на основе 1024-элементной фотодиодной матрицы оптимизирован для использования с капиллярными проточными ячейками и позволяет получать спектральное разрешение в 1,4 нм. Детектор SPD-M30A для более значительного снижения шума снабжен высокопроизводительной дейтериевой лампой. Программное обеспечение детектора позволяет выбирать различные скорости сбора данных вплоть до 200 Гц.

Дифференциальный рефрактометрический детектор RID-20A снабжен функцией двойного температурного контроля оптической системы, благодаря чему уменьшено время выхода на режим и минимизирован дрейф нулевой линии. Конструкция детектора обеспечивает возможность работы в широком диапазоне скорости потока подвижной фазы: от аналитического режима до препаративного (расход подвижной фазы 150 мл/мин).

Детекторы LCMS-8030, LCMS-8040 представляют собой тройные квадрупольные тандемные масс-спектрометры, принцип действия которых заключается в ионизации компонентов пробы, поступающей из хроматографа, последующем их разделении и детектировании квадрупольными анализаторами масс. Технология UFsweeper® позволяет эффективно ускорять ионы в соударительной ячейке, что даёт возможность повысить эффективность соударительной диссоциации и обеспечить сверхбыстрое перемещение ионов во второй квадруполь без потерь.

Электрохимические детекторы Decade Elite, Decade Lite дают возможность контролировать до четырех проточных ячеек и реализовать режим четырехступенчатого изменения потенциала. Детекторы снабжены электронной системой подавления шумов, что обеспечивает низкий уровень предела детектирования. Доступны три конфигурации проточных ячеек.

Тип VT-03 обеспечивает максимальное значение отношения сигнал/шум в стандартной, микро- и капиллярной ВЭЖХ. Тип FlexCell характеризуется простотой замены рабочего электрода. Тип SenCell - ячейка для определения следовых количеств веществ. Рабочий объем ячейки SenCell регулируется в диапазоне от 0 до 300 нл. Все ячейки могут комплектоваться рабочими и сравнительными электродами различных типов.

Термостат колонок СТО-30А обеспечивает поддержание температуры с погрешностью $\pm 0,05$ °С в диапазоне от температуры, превышающей на 5 °С температуру окружающей среды, до 150 °С. Термостаты колонок СТО-30AS и СТО-20А, поддерживают температуру с погрешностью (0,05 - 0,1) °С в диапазоне от температуры, превышающей на 10 °С температуру окружающей среды, до 85 °С. Термостат колонок СТО-20АС поддерживает температуру с погрешностью $\pm 0,1$ °С в диапазоне от температуры ниже на 10 °С температуру окружающей среды до 85 °С. В термостат СТО-30А можно установить устройство предварительного подогрева и постколоночного охлаждения растворителя, что позволяет поддерживать температуру колонки при высокой скорости потока элюента.

Автоматический инжектор SIL-30АС предназначен для проведения рутинных анализов с малыми объемами инъекции и скоростями потоков. Благодаря прямому вводу пробы в подвижную фазу, малые объемы образца могут вводиться без потерь. При этом значительно уменьшается время, необходимое для отбора и ввода пробы. Для повышения производительности используется инжекционный насос. Автоинжектор комплектуется держателем 105 виал, вместимостью 1,5 мл каждая, в которые помещают анализируемые пробы. Виалы с реагентами и образцами хранятся в дополнительном холодильном блоке. Автоинжектор выполняет разбавление образцов, дозирование внутреннего стандарта и реагентов.

Входящие в состав хроматографов контроллеры СВМ-20А, СВМ-20А lite выполняют функции центрального блока, управляющего всеми элементами ВЭЖХ системы. Передача данных осуществляется по оптоволоконным кабелям.

Знак поверки наносится на левую или правую панель прибора в зависимости от расположения прибора в лаборатории.



Рисунок 1 - Фотография внешнего вида хроматографа жидкостного LC-30 NEXERA

Программное обеспечение

Идентификационные данные программного обеспечения приведены в таблицах 1-2.

Таблица 1

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Setup.exe
Номер версии (идентификационный номер ПО)	Ver. 5.71 SP1
Цифровой идентификатор ПО	04140252aeec25e3a2aa2 03591a8d4a961c372f29eb
Другие идентификационные данные (если имеются)	—

Таблица 2

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LSSAnalysis.exe
Номер версии (идентификационный номер ПО)	Ver. 5.73 SP1
Цифровой идентификатор ПО	0C673B0902E1700493D4 B3CD1E5C6C0B7DD49CD4
Другие идентификационные данные (если имеются)	–

Уровень защиты встроенного программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений в соответствии с Р 50.2.077-2014 - средний.

Влияние программного обеспечения хроматографов учтено при нормировании метрологических характеристик.

Метрологические и технические характеристики

Спектрофотометрический детектор на диодной матрице SPD-M30A

Диапазон длин волны, нм	от 190 до 700
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (250 нм, пост. времени 2 с, вода, 1 мл/мин), е.о.п, не более	$4 \cdot 10^{-6}$
Дрейф нулевого сигнала (250 нм, пост. времени 2 с, вода, 1 мл/мин), е.о.п./ч, не более	$5 \cdot 10^{-4}$
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором SPD-M30A при автоматическом дозировании 10 мкл контрольного раствора кофеина (10 мг/дм ³)	
- по площади и высоте пиков	1
- по времени удерживания	0,5
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детектором SPD- M30A за 8 часов непрерывной работы при автоматическом дозировании, %	
- по площади (высоте) пиков	± 2
Предел детектирования по кофеину, г/см ³	$2 \cdot 10^{-9}$

Рефрактометрический детектор RID-20A

Диапазон измерений, ед.рефр.	(от 0,01 до 500) · 10 ⁻⁶
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, ед. рефр., не более (вода, пост.времени 3 с, температура окружающей среды 25 °С)	$1 \cdot 10^{-7}$
Дрейф нулевого сигнала, ед. рефр./ч, не более	$5 \cdot 10^{-7}$
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором RID-20A при автоматическом дозировании 10 мкл контрольного раствора глюкозы (90 мг/дм ³) или антрацена (100 мг/дм ³), %:	
- по площади и высоте пиков	2
- по времени удерживания	0,5
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детектором RID-20A за 8 часов непрерывной работы по площади (высоте) пиков при автоматическом дозировании, %	± 2
Предел детектирования по глюкозе, г/см ³	$2 \cdot 10^{-6}$
Предел детектирования по антрацену, г/см ³	$3 \cdot 10^{-6}$
Предел детектирования по кофеину, г/см ³	$1 \cdot 10^{-6}$

Электрохимические детекторы Decade Elite, Decade Lite

Режим постоянного тока (DC mode):

- диапазон измерений, А от $10 \cdot 10^{-12}$ до $2 \cdot 10^{-4}$
- уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, А, не более (имитатор кюветы, $E_c + 800$ мВ, диапазон 100×10^{-12} А, температура 35 °С) $2 \cdot 10^{-12}$

Режим пульсации (Pulse mode):

- диапазон измерений, А от $10 \cdot 10^{-9}$ до $2 \cdot 10^{-4}$
- время пульсаций, с (от 100 до 2000) $\cdot 10^{-3}$

Режим сканирования (Scan mode):

- диапазон измерений, А от $10 \cdot 10^{-9}$ до $2 \cdot 10^{-4}$
- скорость сканирования, мВ/с от 1 до 100

Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа с детекторами

Decade Elite, Decade Lite, %:

- по площади и высоте пиков 3
- по времени удерживания 1

Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детекторами Decade Elite, Decade Lite за 8 часов непрерывной работы при автоматическом дозировании, %:

- по площади (высоте) пиков ± 3
- Предел детектирования по фенолу, г/см³ $5 \cdot 10^{-10}$

Масс-спектрометрические детекторы LCMS-8030, LCMS-8040

Диапазон массового числа, а.е.м. от 10 до 2000

Чувствительность (отношение сигнал/шум):

- в режиме "электроспрей" положительная ионизации при дозировании 1 пг резерпина:
- LCMS-8030 200: 1
- LCMS-8040 1000:1

Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа с масс-спектрометрическим детектором, %

- в режиме "электроспрей", положительная ионизация при дозировании 5 пг резерпина 7

Потребляемая мощность, габаритные размеры и масса в зависимости от комплектации хроматографа.

Условия эксплуатации:

- температура окружающей среды, °С от 18 до 28
- относительная влажность, % от 40 до 70
- электрическое питание, В 230

Знак утверждения типа

наносится на лицевую панель прибора и техническую документацию в виде штампа.

Комплектность средства измерений

Хроматографы жидкостные LC-30 NEXERA.
Спектрофотометрический детектор на диодной матрице SPD-M30A.
Рефрактометрический детектор RID-20A.
Электрохимические детекторы Decade Elite, Decade Lite.
Масс-спектрометрические детекторы LCMS-8030, LCMS-8040.
Насосы LC-30AD, LC-30ADSF, LC-20ADXR, LC-20Ai.
Автоинжекторы SIL-30AC, SIL-30ACMP.
Термостаты колонок CTO-30A, CTO-30AS, CTO-20A/20AC.
Контроллеры CBM-20A, CBM-20A lite.
Коллектор фракций FRC-10A.
Клапаны: FCV-12AH/FCV-12Ahi (inert Version), FCV-14AH/FCV-14AHi (inert version), FCV-20AH2/FCV-20AH6, FCV-32AH, FCV-36AH, FCV-34AH, FCV-nano.
Дегазаторы DGU-20A5R, DGU-20A3R.
Блок автоматической смены планшетов Rack Changer II.
Ручные инжекторы Rheodyne.
Система on-line пробоподготовки методом сверхкритической флюидной экстракции SFE-30A.
Регулятор обратного давления SFC-30A в режиме сверхкритической флюидной хроматографии.
Программное обеспечение "LabSolutions".
Комплект ЗИП.
Руководство по эксплуатации (на русском языке).
Методика поверки.

Поверка

осуществляется по документу МП 63487-16 "Хроматографы жидкостные LC-30 NEXERA с детекторами SPD-M30A, RID-20A, Decade Elite, Decade Lite, LCMS-8030, LCMS-8040. Методика поверки", утвержденному ФГУП "ВНИИМС" 18 ноября 2015 г.

Основные средства поверки:

- ГСО 8749-2006 состава антрацена в ацетонитриле;
- ГСО 7346-96 состава фенола;
- МСО 0389:2002 состава водного раствора глюкозы;
- резерпин фармакопейный ФС № 423267-96.

Сведения о методиках (методах) измерений

Таблица 3

Наименование методик	Кем аттестована	Свидетельство об аттестации МВИ	Регистрационный код МВИ
Биологически активные добавки, премиксы, корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методика выполнения измерений массовой доли водорастворимых витаминов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.	ФГУП "ВНИИМС им. Д.И. Менделеева"	№ 242/31-08 от 23.11.2004 г.	ФР.1.31.2015.20206

Продолжение таблицы 3

Наименование методик	Кем аттестована	Свидетельство об аттестации МВИ	Регистрационный код МВИ
Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методика выполнения измерений массовой доли аминокислот методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.	ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"	№ 242/40-07 от 23.11.2004 г.	ФР.1.31.2015.20207
Биологически активные добавки, премиксы, корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методика выполнения измерений массовой доли жирорастворимых витаминов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.	ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"	№ 242/121-08 от 29.12.2008 г.	ФР.1.31.2015.20208

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к хроматографам жидкостным LC-30 NEXERA с детекторами SPD-M30A, RID-20A, Decade Elite, Decade Lite, LCMS-8030, LCMS-8040

Техническая документация фирмы-изготовителя "SHIMADZU CORPORATION", Япония.

Техническая документация фирмы-изготовителя "SHIMADZU U.S.A. MANUFACTURING, INC.", США.

Изготовители

Фирма "SHIMADZU CORPORATION", Япония

Адрес: 1, Nishinokyo-Kuwabaracho, Nakagyo-ku, Kyoto, 604-8511, Japan

Фирма "SHIMADZU U.S.A. MANUFACTURING, INC.", США

Адрес: 1900 SE 4th Ave., Canby, Oregon 97013 U.S.A.

Заявитель

Фирма "Shimadzu Europa GmbH", Германия

Адрес: Albert-Hahn-Strasse 6-10, D-47269 Duisburg F.R.G.

Испытательный центр

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»)

Адрес: 119361, г. Москва, ул. Озерная, д.46

Тел./факс: (495)437-55-77 / 437-56-66; E-mail: office@vniims.ru, www.vniims.ru

Аттестат аккредитации ФГУП «ВНИИМС» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № 30004-13 от 26.07.2013 г.

Заместитель

Руководителя Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

С.С. Голубев

М.п.

« ____ » _____ 2016 г.