

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Хроматографы жидкостные Waters HPLC

Назначение средства измерений

Хроматографы жидкостные Waters HPLC (далее – хроматографы) предназначены для измерений концентрации широкого спектра органических и неорганических веществ.

Описание средства измерений

Жидкостный хроматограф Waters HPLC включает шестнадцать детекторов, изократические и градиентные насосы, автосамплер и систему обработки данных.

Спектрофотометрический детектор Waters 490 (W490) предназначен для рутинных анализов веществ, имеющих поглощение в диапазоне 190-600 нм. Программирование длины волны в зависимости от времени удерживания компонентов позволяет устанавливать для каждого из них оптимальную по чувствительности детектора длину волны.

В дополнение к этим функциональным возможностям детектор Waters 486 (W486) позволяет проводить сканирование по диапазону длин волн при остановленном потоке и, соответственно, записывать спектры компонентов. Двухволновой ультрафиолетовый детектор Waters 2489 (W2489) обладает высокой чувствительностью, требуемой для рутинных анализов. В составе детектора присутствуют эрбиевый фильтр для калибровки оптики, фильтр второго порядка для подавления нежелательных ультрафиолетовых гармоник при работе в видимой области.

Многоволновые детекторы на диодной матрице Waters 996 (W996), Waters 2996 (W2996), Waters 2998 (W2998) позволяют анализировать вещества на нескольких длинах волн одновременно, что дает возможность судить о чистоте вещества.

Детектор W2998, как и двухволновой детектор W2487, предназначен для работы, как в аналитическом, так и в препаративном режиме. Благодаря высокой чувствительности детектор обеспечивает определение следовых количеств веществ.

Квадрупольный масс-спектрометрический детектор MCD часто устанавливают последовательно с детектором на диодной матрице для идентификации веществ, что особенно важно при контроле качества лекарственных препаратов, пищевых продуктов и других сложных природных и синтетических объектов.

В состав программного обеспечения входит библиотека масс-спектров на 190000 веществ и 160000 структурных формул. Предусмотрен постоянный контроль всех режимных параметров.

Сканирующий флуориметрический детектор Waters 474 (W474) обладает высокой чувствительностью, благодаря уникальной оптической системе. Применяемая в качестве источника энергии возбуждения ксеноновая лампа мощностью 150 Вт дает стабильный поток света высокой интенсивности. Детектор может комплектоваться кварцевой кюветой объемом 5 мкл или 16 мкл. Специальные фильтры дают возможность работать в видимой области диапазона длин волн. Встроенный микропроцессор обеспечивает установку и контроль режимных параметров детектора и проведение самодиагностики. Флуориметрический детектор W474 широко применяется для анализа следовых количеств металлов, органических материалов, элементов в биологических объектах.

Многоволновой флуориметрический детектор Waters 2475 (W2475) работает в широком диапазоне длин волн. Гибкое программное обеспечение позволяет проводить оптимизацию режимных параметров, обеспечивающих требуемую чувствительность для конкретной аналитической задачи.

Дифференциальные рефрактометрические детекторы Waters 410 (W410), Waters 2410 (W2410), Waters 2414 (W2414) обладают высокой чувствительностью и стабильностью показаний благодаря термостатированию оптической системы. Управление работой детекторов осуществляется контроллером.

Электрохимические детекторы Waters 464 (W464) и Waters 2465 (W2465) работают в трех режимах. В режиме постоянного тока они обладают высокой чувствительностью, в частности, для катехоламинов на уровне пикограммов и таких ионов, как сульфид, цианид, йодид на уровне 10^{-6} %. В случае импульсного детектирования электрохимические детекторы позволяют анализировать углеводы на уровне наногаммов. Режим сканирования потенциала рабочего электрода эффективен для исследования возможности электрохимического детектирования анализируемых веществ и выбора потенциала оптимального по чувствительности и влиянию неанализируемых компонентов. Электрохимические детекторы W2465, W464 позволяют анализировать сложные объекты такие, как фармацевтические препараты, природные и сточные воды без предварительной пробоподготовки. Детекторы имеют встроенный микропроцессор для установки и программирования режимных параметров и проведения диагностики.

Кондуктометрический детектор Waters 432 (W432) можно использовать для работы как в одноклоночном варианте, так и в двухколоночном (вторая колонка - подавляющая).

Оригинальная конструкция ячейки (пять электродов) существенно уменьшает уровень шума, обусловленного возникновением емкостного сопротивления, что повышает чувствительность детектора и дает возможность анализировать неорганические ионы на уровне миллиардных долей. Благодаря наличию внутреннего термостата снижен дрейф базового сигнала. Малый объем ячейки (0,6 мкл) позволяет работать с микроколоночками.

Насосы изократические (Waters 610, Waters 510, Waters 515, Waters 1515) и градиентные (Waters 626, Waters 616, Waters 600, Waters 1525) управляются контроллерами, обеспечивающими стабильную подачу и программирование расхода элюента в диапазонах: 0,1-9,9 мл/мин (Waters 510, Waters 515, Waters 626, Waters 616, Waters 1515, Waters 1525); 0,1-20 мл/мин (Waters 610, Waters 600). Максимальное рабочее давление: 27 МПа (Waters 626); 34 МПа (Waters 616); 41 МПа (Waters 600, Waters 510, Waters 1515, Waters 1525).

Четырехкомпонентная градиентная система Waters 600E позволяет создавать до 11 градиентных профилей, относительная погрешность состава элюента не более 0,5% (при расходе 1 мл/мин).

Хроматограф комплектуют автоматическим дозатором Waters 717 на 96 проб.

Обработка результатов анализа может проводиться с помощью интегратора (за исключением детектора W996 и масс-спектрометрического детектора), а также с применением персонального компьютера. В составе программного обеспечения "Миллениум" широкий набор методов обработки и графического представления хроматограмм, методов градуировки и статистической обработки данных.



Рис. 1. Фотография внешнего вида абсорбционного детектора W2998.



Рис. 1. Фотография внешнего вида абсорбционного детектора W2489



Рис. 1. Фотография внешнего вида флуориметрического детектора W2475.



Рис. 1. Фотография внешнего вида электрохимического детектора W2465.



Рис. 1. Фотография внешнего вида кондуктометрического детектора W432.

Программное обеспечение

Идентификационные данные программного обеспечения.

Таблица 1

Наименование ПО	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
Waters Empower	Waters Empower	Empower 3 FR2 не ниже	–	–
Waters Breeze	Waters Breeze	Breeze 2 SP A не ниже	–	–

Уровень защиты ПО от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню:

– "С" – метрологически значимая часть ПО СИ и измеренные данные достаточно защищены с помощью специальных средств защиты от преднамеренных изменений в соответствии с МИ 3286-2010.

Влияние программного обеспечения хроматографов учтено при нормировании метрологических характеристик.

Метрологические и технические характеристики

Абсорбционные детекторы W486, W490, W996, W2996, W2998, W2487, W2489

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (сухая кювета, 254 нм, постоянная времени 1 с), е.о.п., не более

W486	$1 \cdot 10^{-5}$
W490	$1 \cdot 10^{-4}$
W996, W2996, W2998	$3 \cdot 10^{-5}$
W2487, W2489 (230 нм)	$1,0 \cdot 10^{-5}$

(одноволновой режим)

Дрейф нулевого сигнала (254 нм), е.о.п./ч, не более

W486	$1 \cdot 10^{-4}$
W490	$2,5 \cdot 10^{-4}$
W996, W2996, W2998	$1 \cdot 10^{-3}$
W2487, W2489 (230 нм)	$1 \cdot 10^{-4}$

Предел детектирования по антрацену (254 нм), г/см³, не более

W486	$1 \cdot 10^{-9}$
W490	$1 \cdot 10^{-8}$
W996, W2996, W2998	$2 \cdot 10^{-9}$
W2487, W2489	$1 \cdot 10^{-9}$

Диапазон длины волны, нм

W486, W490	от 190 до 600
W996, W2996, W2998	от 190 до 800
W2487, W2489	от 190 до 700

Погрешность установки длины волны, нм, не более:

W486, W490	± 2
W996, W2996, W2998, W2487, W2489	± 1

Ширина полосы, нм, не более:

W486	8
W490	4
W2487, W2489	5

Пределы допускаемой относительной погрешности от нелинейности (при 254 нм), %, не более:

W486 в диапазоне от 0,1 до 1,5 е.о.п.	± 5
W490 в диапазоне от 0,1 до 0,2 е.о.п.	± 5
W996, W2996, W2998 в диапазоне от 0,1 до 2 е.о.п.	± 5
W2487, W2489 (при 257 нм) в диапазоне от 0,1 до 2 е.о.п.	± 5

Габаритные размеры, мм:

W496	285x240x530
W490	240x290x530
W996, W2996	290x220x610
W2998	345x200x610
W2487, W2489	290x210x510

Масса, кг, не более

W486	13
W490, W996, W2996	15
W2998	12,6
W2487	10
W2489	9,3

Потребляемая мощность, Вт, не более

W486, W996, W2996	100
W490	150
W2487	145
W2998, W2489	185

Масс-спектрометрический детектор MCD

Диапазон масс, а.е.м.	от 10 до 1000
Разрешающая способность, на уровне 10% от высоты пика во всем диапазоне масс, а.е.м., не менее	1
Предел детектирования в режиме сканирования (190-200), а.е.м. при m/z 194 по кофеину, г, не более	$5 \cdot 10^{-9}$
Потребляемая мощность, кВт	3
Габаритные размеры, мм, не более	387x587x660
Масс, кг, не более	95

Флуориметрические детекторы W 474, W 2475

	W 474	W 2475
Диапазон длины волн, нм:		
возбуждения/эмиссии	от 200 до 700	от 200 до 900
Погрешность установки длины волны, нм, не более	± 2	± 3
Пределы случайной составляющей погрешности установки длины волны, нм, не более	± 0,3	± 0,25
Предел детектирования по антрацену, г/мл, не более	$2 \cdot 10^{-12}$	$1 \cdot 10^{-12}$
Потребляемая мощность, Вт	280 Вт	280 Вт
Габаритные размеры, мм, не более	300x150x460	285x210x505
Масса, кг, не более	19	14

Дифференциальные рефрактометрические детекторы W410, W2410, W 2414

	W 410, W 2410	W 2414
Диапазон коэффициента преломления, ед.рефр.	от 1,00 до 1,75	
Верхний предел диапазона измерения, отн.ед.рефр.:		
минимальный	$5,0 \cdot 10^{-8}$	$7,0 \cdot 10^{-9}$
максимальный	$5,0 \cdot 10^{-3}$	$5,0 \cdot 10^{-4}$
Диапазон скорости потока, мл/мин	0,03-10	0,1-10
Дрейф нулевого сигнала, ед.рефр./ч	$2,5 \cdot 10^{-7}$	$1,0 \cdot 10^{-7}$
	отн.ед.рефр./ч или 3 % полной шкалы/час (скорость потока метанола 1 мл/мин, температура термостата 35 °С, постоянная времени 1 с)	отн.ед.рефр./ч (скорость потока воды 1 мл/мин, постоянная времени 1 с)
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала	$2,0 \cdot 10^{-8}$	$3,0 \cdot 10^{-9}$
	отн.ед.рефр. или 1 % полной шкалы (скорость потока метанола 1 мл/мин, температура термостата 35 °С, постоянная времени 1 с)	отн.ед.рефр. или 1 % полной шкалы (скорость потока воды 1 мл/мин, постоянная времени 1 с)
Объем ячейки, мкл		10
Постоянная времени, с	0,2; 1; 3; 10	от 0 до 5
Потребляемая мощность, Вт		145 Вт
Габаритные размеры, мм, не более	285x240x480	285x210x510
Масса, кг, не более	18	12

Электрохимические детекторы W 2465, W 464

	W 2465	W 464
Диапазон изменений напряжения, мВ		от минус 2000 до плюс 2000
Диапазоны измерений тока, А	от $1 \cdot 10^{-11}$ – $2 \cdot 10^{-4}$ от $2 \cdot 10^{-8}$ до $2 \cdot 10^{-4}$ от $1 \cdot 10^{-8}$ до $5 \cdot 10^{-6}$	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $10 \cdot 10^{-1}$ от $1 \cdot 10^{-1}$ до 100
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (сухая кювета 5 мкл, постоянная времени 1 с, 1В), пА, не более	6	10
Постоянная времени, с	от 0,1 до 5	от 0,1 до 5
Скорость сканирования, мВ/с	от 1 до 100	от 1 до 100
Потребляемая мощность, Вт	200	200
Габаритные размеры, мм, не более	220x440x440	220x440x440
Масса, кг, не более	16,6	15

Кондуктометрический детектор W 432

Диапазон измерений электропроводности, мкСм/см	от 0 до 10000
Уровень шумов нулевого сигнала (1 мМ КСl, скорость потока элюента 1 мл/мин), не более, мкСм/см	0,005

Дрейф нулевого сигнала (1 мМ КСl, скорость потока элюента мл/мин), не более, мкСм/см ч	0,05
Потребляемая мощность, Вт	200
Габаритные размеры, мм, не более	29x24x53
Масса, кг, не более	8

Предел относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа, %

– времени удерживания:	
– детекторы W486, W490, W996, W2996, W2998, W2487, W2489, W474, W2475, W464, W2465, W410, W2410, W2414, W432	0,3
– детектор масс-спектрометрический MCD	2,0
– площади пика:	
– детекторы W486, W490, W996, W2996, W2998, W2487, W2489, W474, W2475, W464, W2465, W410, W2410, W2414, W432	1,0
– детектор масс-спектрометрический MCD	10

Пределы относительного изменения выходного сигнала хроматографа за 8 часов непрерывной работы, %

– времени удерживания:	
– детекторы W486, W490, W996, W2996, W2998, W2487, W2489, W474, W2475, W464, W2465, W410, W2410, W2414, W432	± 2,0
– детектор масс-спектрометрический MCD	± 10
– площади пика:	
– детекторы W486, W490, W996, W2996, W2998, W2487, W2489, W474, W2475, W464, W2465, W410, W2410, W2414, W432	± 2,0
– детектор масс-спектрометрический MCD	± 10

Условия эксплуатации:

- температура окружающей среды, оС	от 15 до 35
- диапазон температуры, °С: внутреннего термостата	от 30 до 50
термостата колонки	от температуры окружающей среды до 150°С
- относительная влажность окружающей среды, %	< 70%
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 107
- напряжение питания, В	100 – 240

Знак утверждения типа

наносится на лицевую панель прибора и эксплуатационную документацию типографским способом.

Комплектность средства измерений

Комплектность поставки хроматографа жидкостного Waters HPLC по технической документации фирмы "Waters Corporation", США, включающая:

- детекторы
 - абсорбционные детекторы W486, W490, W996, W2996, W2998, W2487, W2489;
 - детектор масс-спектрометрический MCD;
 - флуориметрические детекторы W474, W2475;
 - дифференциальные рефрактометрические детекторы W410, W2410, W2414;
 - электрохимические детекторы W464, W2465;
 - кондуктометрический детектор W432;

- насосы
 - изократические W610, W510, W515, W1515;
 - градиентные W626, W616, W600, W1525
 - дозатор W717;
 - градиентная система Waters 600E;
 - колонка;
 - имитатор кюветы для детектора W2465;
 - комплект ЗИП.
- Эксплуатационная документация.
Методика поверки.

Поверка

осуществляется по документу МП 15311-08 "Инструкция. Хроматографы жидкостные Waters HPLC. Методика поверки", разработанному и утвержденному ФГУП "ВНИИМС" в 2008 году и входящему в комплект технической документации.

При поверке применяют следующие средства поверки:

- ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле;
- ГСО 7355-97 состава фенола;
- ГСО 7813-2000 состава хлорид-ионов.

Сведения о методиках (методах) измерений

нет.

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к хроматографам жидкостным Waters HPLC

техническая документация фирмы "Waters Corporation", США.

Рекомендации по областям применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений

- осуществление ветеринарной деятельности;
- осуществление деятельности в области охраны окружающей среды;
- выполнение работ по оценке соответствия промышленной продукции и продукции других видов, а также иных объектов установленным законодательством Российской Федерации обязательным требованиям.

Изготовитель

Фирма "Waters Corporation", США.

Адрес: 34 Maple Street, Milford, Massachusetts 01757-3696 USA

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

Ф.В. Булыгин

М.п. " ____ " _____ 2013 г.