

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ  
(в редакции, утвержденной приказом Росстандарта № 1806 от 28.08.2017 г.)

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, многоволновым SPD-30AM, 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.

Многоволновой детектор SPD-30AM сочетает высокочувствительный многоволновый анализ с простотой использования стандартного УФ-детектора. SPD-30AM может применяться как в обычной ВЭЖХ, так и в UHPLC-анализе. Высокочувствительная ячейка (опция) имеет длину оптического пути 85 мм и способна обнаруживать следовые количества аналитов, которые трудно обнаружить стандартными детекторами UV/VIS. Применение проточной низкодисперсионной ячейки позволяет уменьшить дисперсию пика из-за уменьшения внутреннего диаметра трубки до 64 мкм. Оптимизированная по температуре оптическая система обеспечивает улучшенную базовую стабильность.

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.

Общий вид хроматографа жидкостного LC-30 NEXERA представлен на рисунке 1.

Пломбирование хроматографа жидкостного LC-30 NEXERA отсутствует.



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

### Программное обеспечение

Уровень защиты программного обеспечения "средний" в соответствии с Р 50.2.077-2014.

Влияние программного обеспечения хроматографов учтено при нормировании метрологических характеристик.

Таблица 1 - Идентификационные данные программного обеспечения

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 программного обеспечения

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

### Метрологические и технические характеристики

Таблица 3 - Метрологические характеристики хроматографа жидкостного LC-30 NEXERA с детекторами.

Таблица 3.1 - Спектрофотометрический детектор на диодной матрице SPD-M30A

Наименование характеристики	Значение
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	$5 \cdot 10^{-4}$

Наименование характеристики	Значение
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 <sup>3</sup> )	1
- по площади и высоте пиков	
- 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, %	±2
- по площади (высоте) пиков	
Предел детектирования по кофеину, г/см <sup>3</sup>	2·10 <sup>-9</sup>

Таблица 3.2 - Рефрактометрический детектор RID-20A

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений, ед.рефр.	от 0,01·10 <sup>-6</sup> до 500·10 <sup>-6</sup>
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, ед. рефр., не более (вода, пост.времени 3 с, температура окружающей среды 25 °С)	1·10 <sup>-7</sup>
Дрейф нулевого сигнала, ед. рефр./ч, не более	5·10 <sup>-7</sup>
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 <sup>3</sup> ) или антрацена (100 мг/дм <sup>3</sup> ), %:	2
- по площади и высоте пиков	
- 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 <sup>3</sup>	2·10 <sup>-6</sup>
Предел детектирования по антрацену, г/см <sup>3</sup>	3·10 <sup>-6</sup>
Предел детектирования по кофеину, г/см <sup>3</sup>	1·10 <sup>-6</sup>

Таблица 3.3 - Электрохимические детекторы Decade Elite, Decade Lite

Наименование характеристики	Значение
Режим постоянного тока (DC mode):	от 10·10 <sup>-12</sup> до 2·10 <sup>-4</sup>
- диапазон измерений, А	
- уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, А, не более (имитатор кюветы, E <sub>c</sub> +800 мВ, диапазон 100×10 <sup>-12</sup> А, температура 35 °С)	2·10 <sup>-12</sup>
Режим пульсации (Pulse mode):	от 10·10 <sup>-9</sup> до 2·10 <sup>-4</sup>
- диапазон измерений, А	
- время пульсаций, с	от 100·10 <sup>-3</sup> до 2000·10 <sup>-3</sup>
Режим сканирования (Scan mode):	от 10·10 <sup>-9</sup> до 2·10 <sup>-4</sup>
- диапазон измерений, А	
- скорость сканирования, мВ/с	от 1 до 100

Наименование характеристики	Значение
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/см <sup>3</sup>	5·10 <sup>-10</sup>

Таблица 3.4 - Масс-спектрометрические детекторы LCMS-8030, LCMS-8040

Наименование характеристики	Значение
Диапазон массового числа, а.е.м.	от 10 до 2000
Чувствительность (отношение сигнал/шум): - в режиме "электроспрей", положительная ионизация 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

Таблица 3.5 - Многоволновой детектор SPD-30AM

Наименование характеристики	Значение
Диапазон длин волны, нм	от 190 до 700
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (250 нм, постоянная времени 2 с, вода, 1 мл/мин) е.о.п, не более	4·10 <sup>-6</sup>
Дрейф нулевого сигнала (250 нм, постоянная времени 2 с, вода, 1 мл/мин), е.о.п./ч, не более	5·10 <sup>-4</sup>
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором SPD-30AM - по площади и высоте пиков	1
- по времени удерживания	0,5
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детектором SPD-30AM за 8 часов непрерывной работы, % - по площади (высоте) пиков	±2
Предел детектирования по кофеину, г/см <sup>3</sup>	2·10 <sup>-10</sup>

Таблица 4 - Основные технические характеристики анализаторов кислорода

Наименование характеристики	Значение
Параметры электрической питания: - напряжение питание постоянного тока, В	230
- частота переменного тока, Гц	50±1

Наименование характеристики	Значение
Условия эксплуатации: - температура окружающей среды, °С	от +18 до +28
- относительная влажность, %	от 40 до 70

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

### Знак утверждения типа

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

### Комплектность средства измерений

Таблица 5 - Комплектность средства измерений

Наименование	Обозначение	Количество
Хроматографы жидкостные LC-30 NEXERA		1 шт.
Спектрофотометрический детектор на диодной матрице SPD-M30A		по заказу
Рефрактометрический детектор RID-20A		по заказу
Электрохимические детекторы Decade Elite, Decade Lite		по заказу
Масс-спектрометрические детекторы LCMS-8030, LCMS-8040		по заказу
Многоволновой детектор SPD-30AM		по заказу
Автоинжекторы SIL-30AC, SIL-30ACMP		
Насосы LC-30AD, LC-30ADSF, LC-20ADXR, LC-20Ai		
Термостаты колонок CTO-30A, CTO-30AS, CTO-20A/20AC		
Дегазаторы DGU-20A5R, DGU-20A3R		
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		
Контроллеры CBM-20A, CBM-20A lite		
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"		1 компл.
Комплект ЗИП		1 компл.
Руководство по эксплуатации (на русском языке)		1 экз.
Методика поверки	МП 63487-16 с изменением № 1	1 экз.

### 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" с изменением № 1, утвержденному ФГУП "ВНИИМС" 22 мая 2017 г.

Основные средства поверки:

- ГСО 8749-2006 состава антрацена в ацетонитриле;
- ГСО 7346-96 состава фенола;
- МСО 0389:2002 состава водного раствора глюкозы;
- кофеин безводный по ФС 42-0249-07;
- резерпин фармакопейный ФС № 423267-96.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

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

### Сведения о методиках (методах) измерений

Таблица 6

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 "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"	№ 242/31-08 от 23.11.2004 г.	ФР.1.31.2015.20206
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, и масс-спектрометрическими 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](mailto:office@vniims.ru)

Web-сайт: [www.vniims.ru](http://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.

« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2017 г.