

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Хроматографы жидкостные Waters

Назначение средства измерений

Хроматографы жидкостные Waters предназначены для количественного химического анализа широкого спектра органических и неорганических жидких образцов и материалов.

Описание средства измерений

Принцип действия хроматографов основан на разделении пробы на индивидуальные вещества при прохождении через аналитическую колонку с последующей регистрацией их детектором и выдачей хроматограммы.

Конструктивно хроматографы жидкостные Waters (далее - хроматографы) состоят из сепарационного модуля и одного или нескольких детекторов.

В состав сепарационного модуля входят аналитические колонки, изократический или градиентный (двухкомпонентный или четырехкомпонентный) насос, автоматический или ручной дозатор, система обработки данных.

Дополнительно в состав хроматографов могут быть включены встроенный дегазатор, устройство для обмыва плунжеров, термостат и нагреватель колонок, сканнер линейчатых кодов пробирок, переключатель колонок, система фильтрации образцов и другие устройства.

Спектрофотометрические детекторы Waters 2487 и Waters 2489 и диодно-матричные детекторы Waters 996, Waters 2996 и Waters 2998 относятся к абсорбционным детекторам, принцип действия которых основан на измерении степени поглощения анализируемым веществом светового потока.

В спектрофотометрических детекторах для анализа компонентов с различными значениями максимума поглощения в данном диапазоне, возможна регистрация хроматограмм одновременно на двух различных длинах волн. В составе детекторов присутствуют эрбиевый фильтр для калибровки оптики, фильтр второго порядка для подавления нежелательных ультрафиолетовых гармоник при работе в видимой области.

Диодно-матричные детекторы позволяют анализировать вещества на нескольких длинах волн одновременно, регистрировать спектры веществ.

В дифференциальном рефрактометрическом детекторе Waters 2414 применяется термостатирование оптической системы для сведения к минимуму влияния температуры.

Многоволновой флуориметрический детектор Waters 2475 работает в широком диапазоне длин волн.

Электрохимический детектор Waters 2465 работает в трех режимах. Режим постоянного тока позволяет измерять низкие концентрации катехоламинов, сульфид-, цианид- и йодид-ионов, режим импульсного детектирования - низкие концентрации углеводов, режим сканирования потенциала рабочего электрода эффективен для исследований возможности электрохимического детектирования различных анализируемых веществ благодаря подбору оптимального значения потенциала. Детектор имеет встроенный микропроцессор для установки и программирования режимных параметров и проведения диагностики.

Работа детектора испарительного светорассеяния Waters 2424 основана на распылении элюента, поступающего из жидкостного хроматографа, в виде образовавшихся капель в газовый поток, а затем испарении подвижной фазы из поступившего аэрозоля. Если образец менее летуч, чем подвижная фаза, он остается в газовом потоке как «сухая» частица и попадает в детектор. В детекторе частицы рассеивают световой поток. Интенсивность рассеянного света зависит от массы рассеиваемых частиц.

Кондуктометрические детекторы Waters 432 и Waters 2432 можно использовать как для работы в одноколоночном варианте, так и в двухколоночном (вторая колонка - подавляющая), детекторы оснащены термостатом. Особенности конструкции малообъемной ячейки с пятью электродами уменьшают влияние емкостного сопротивления на шум детектора и позволяют работать с микроколонками.

Детекторы Waters 2489, Waters 2998, Waters 2414, Waters 2475, Waters 2424 имеют две модификации Blue и Platinum, различающиеся по габаритным размерам, массе и цвету.

Хроматографы могут комплектоваться изократическими (Waters 610, Waters 510, Waters 515, Waters 1515) и градиентными (Waters 600, Waters 600E, Waters 616, Waters 626, Waters 1525, Waters 1525m Waters 1525EF, Waters 2525BGM, Waters 2545BGM, Waters 2535QGM, Waters 2545QGM, 2555QGM, Waters Acquity Arc QSM-R, Waters 2690, Waters 2695, Waters e2695, Waters 2790, Waters 2795, Waters e2795) насосами.

Насосы управляются контроллерами и программным обеспечением, обеспечивающими стабильную подачу элюента и программирование расхода элюента в диапазонах:

- от 0,1 до 9,9 мл/мин (Waters 510, Waters 515, Waters 616, Waters 626, Waters 1515, Waters 1525);
- от 0,1 до 20,0 мл/мин (Waters 600, Waters 600E, Waters 610);
- от 0,01 до 22,5 мл/мин (Waters 1525EF);
- от 0,01 до 10,0 мл/мин (Waters 2690, Waters 2695, Waters e2695, Waters 2790, Waters 2795, Waters e2795);

- от 0,001 до 5,0 мл/мин (Waters Acquity Arc QSM-R, Waters 1525m);
- от 0,1 до 150,0 мл/мин (Waters 2525BGM, Waters 2545BGM, Waters 2545QGM);
- от 0,1 до 50,0 мл/мин (Waters 2535QGM);
- от 0,1 до 300,0 мл/мин (Waters 2555QGM).

Максимальное рабочее давление:

- 17,2 МПа (Waters 2555QGM);
- 27 МПа (Waters 626);
- 34 МПа (Waters 616, Waters 1525EF, Waters 2525BGM, Waters 2545BGM, Waters 2545QGM, Waters 2690, Waters 2695, Waters e2695, Waters 2790, Waters 2795, Waters e2795);
- 41 МПа (Waters 510, Waters 600, Waters 600E, Waters 610, Waters 1515, Waters 1525, Waters 1525m Waters 2535QGM);
- 65 МПа (Waters Acquity Arc QSM-R).

Двухкомпонентные градиентные насосы (Waters 1525, Waters 1525m Waters 1525EF, Waters 2525BGM, Waters 2545BGM) и четырехкомпонентные градиентные насосы (Waters 600, Waters 600E, Waters 2535QGM, Waters 2545QGM, Waters 2555QGM, Waters 2690, Waters 2695, Waters e2695, Waters 2790, Waters 2795, Waters e2795, Waters Acquity Arc QSM-R) позволяют создавать до 11 градиентных профилей.

Хроматографы могут комплектоваться автоматическими дозаторами Waters 717plus, Waters 2707, Waters 2777, Waters 2747, Waters 2757, Waters 2467, Waters Acquity Arc FTN-R.

Общий вид детекторов представлен на рисунках 1 - 7.

Пломбирование хроматографов жидкостных Waters не предусмотрено.



а)



б)



в)

Рисунок 1 - Общий вид спектрофотометрических детекторов Waters 2487 (а), Waters 2489 Platinum (б) и Waters 2489 Blue (в)



а)



б)



в)



г)

Рисунок 2 - Общий вид диодно-матричных детекторов Waters 996 (а), Waters 2996 (б), Waters 2998 Platinum (в) и Waters 2998 Blue (г)



а)



б)

Рисунок 3 - Общий вид рефрактометрических детекторов Waters 2414 Platinum (а) и Waters 2414 Blue (б)



а)



б)

Рисунок 4 - Общий вид флуориметрических детекторов Waters 2475 Platinum (а) и Waters 2475 Blue (б)



Рисунок 5 - Общий вид электрохимического детектора Waters 2465



а)

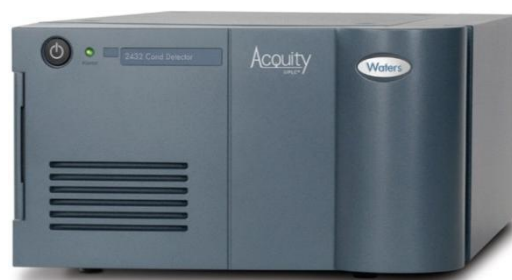


б)

Рисунок 6 - Общий вид детекторов испарительного светорассеяния Waters 2424 Platinum (а) и Waters 2424 Blue (б)



а)



б)

Рисунок 7 - Общий вид кондуктометрических детекторов Waters 432 (а), Waters 2432 (б)

Программное обеспечение

В хроматографах используется внешнее программное обеспечение. Обработка результатов анализа может проводиться с помощью интегратора или с применением персонального компьютера. В составе программных обеспечений Empower, Breeze и MassLynx имеется широкий набор функций и методов обработки данных.

Уровень защиты встроенного программного обеспечения «средний» в соответствии с Р 50.2.077-2014.

Таблица 1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Empower	
Идентификационное наименование ПО	Empower
Номер версии (идентификационный номер ПО)	не ниже Empower 1
Цифровой идентификатор ПО	-

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Breeze	
Идентификационное наименование ПО	Breeze
Номер версии (идентификационный номер ПО)	не ниже Breeze 2
Цифровой идентификатор ПО	-
MassLynx	
Идентификационное наименование ПО	MassLynx
Номер версии (идентификационный номер ПО)	не ниже 4.1
Цифровой идентификатор ПО	-

Метрологические и технические характеристики

Таблица 2 - Метрологические характеристики детекторов абсорбционных Waters 2487, Waters 2489, Waters 2489 Platinum и Waters 2489 Blue, Waters 996, Waters 2996, Waters 2998, Waters 2998 Platinum и Waters 2998 Blue

Наименование характеристики	Значение
Диапазон длины волны, нм Waters 2487, Waters 2489 Waters 996, Waters 2996, Waters 2998	от 190 до 700 от 190 до 800
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (одноволновой режим, скорость подачи элюента 1 мл/мин, 254 нм, постоянная времени 1 с), е.о.п., не более Waters 2487, Waters 2489 Waters 996, Waters 2996, Waters 2998	6×10^{-5} 8×10^{-5}
Дрейф нулевого сигнала (одноволновой режим, скорость подачи элюента 1 мл/мин, 254 нм, постоянная времени 1 с), е.о.п./ч, не более Waters 2487, Waters 2489 Waters 996, Waters 2996, Waters 2998	1×10^{-2} 1×10^{-2}
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 2487, Waters 2489, Waters 996, Waters 2996, Waters 2998 при автоматическом дозировании 20 мкл контрольного раствора антрацена (1 мг/дм^3), %: - по площади пика - по времени удерживания	1,5 1,0
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 2487, Waters 2489, Waters 996, Waters 2996, Waters 2998 за 8 часов непрерывной работы, %: - по площади пика - по времени удерживания	$\pm 2,0$ $\pm 2,0$
Предел детектирования по антрацену, г/см^3 , не более Waters 2487, Waters 2489 Waters 996, Waters 2996, Waters 2998	1×10^{-9} 2×10^{-9}

Таблица 3 - Метрологические характеристики детекторов рефрактометрических Waters 2414 Platinum и Waters 2414 Blue

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений показателя преломления, ед. рефр.	от 1,00 до 1,75
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (скорость подачи элюента 1 мл/мин, постоянная времени 1 с), ед. рефр., не более	2×10^{-8}

Наименование характеристики	Значение
Дрейф нулевого сигнала (скорость подачи элюента 1 мл/мин, постоянная времени 1 с), ед. рефр./ч, не более	1×10^{-5}
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 2414 при автоматическом дозировании 10 мкл контрольного раствора кофеина (2000 мг/дм^3), %: - по площади пика - по времени удерживания	1,5 1,0
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 2414 за 8 часов непрерывной работы, %: - по площади пика - по времени удерживания	$\pm 2,0$ $\pm 2,0$
Предел детектирования по кофеину, г/см^3 , не более	1×10^{-6}

Таблица 4 - Метрологические характеристики детекторов флуориметрических Waters 2475 Platinum и Waters 2475 Blue

Наименование характеристики	Значение
Диапазон длин волн возбуждения/эмиссии, нм	от 200 до 890/ от 210 до 900
Уровень флукуационных шумов нулевого сигнала (скорость подачи элюента 1 мл/мин, постоянная времени 1 с), мВ, не более	50
Дрейф нулевого сигнала (скорость подачи элюента 1 мл/мин, постоянная времени 1 с), мВ/ч, не более	100
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 2475 при автоматическом дозировании 10 мкл контрольного раствора антрацена ($0,1 \text{ мг/дм}^3$), %: - по площади пика - по времени удерживания	1,5 1,0
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 2475 за 8 часов непрерывной работы, %: - по площади пика - по времени удерживания	$\pm 2,0$ $\pm 2,0$
Предел детектирования по антрацену, г/см^3 , не более	1×10^{-11}

Таблица 5 - Метрологические характеристики детектора электрохимического Waters 2465

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений тока, А Режим DC Режим Pulse Режим Scan	от 1×10^{-11} до 2×10^{-4} от 1×10^{-8} до 2×10^{-4} от 1×10^{-8} до 2×10^{-4}
Уровень флукуационных шумов нулевого сигнала (режим DC, полярность +, потенциал 0,65 В, диапазон 500 нА, скорость потока элюента 1 мл/мин), нА, не более	1
Дрейф нулевого сигнала (режим DC, полярность +, потенциал 0,65 В, диапазон 500 нА, скорость потока элюента 1 мл/мин) нА/ч, не более	10

Наименование характеристики	Значение
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 2465 при автоматическом дозировании 20 мкл контрольного раствора ацетаминофена (0,1 мг/дм ³), %: - по площади пика - по времени удерживания	2,0 2,0
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 2465 за 8 часов непрерывной работы, %: - по площади пика - по времени удерживания	±5,0 ±3,0
Предел детектирования по ацетаминофену, г/см ³ , не более	5×10 ⁻¹¹

Таблица 6 - Метрологические характеристики детекторов испарительного светорассеяния Waters 2424 Platinum и Waters 2424 Blue

Наименование характеристики	Значение
Диапазон температур испарения пробы, °С	от комнатной до +100
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, ед. светорас., не более	1×10 ⁻¹
Дрейф нулевого сигнала, ед. светорас./ч, не более	1×10 ⁻³
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 2424 при автоматическом дозировании 10 мкл контрольного раствора ацетаминофена (250 мг/дм ³), %: - по площади пика - по времени удерживания	5,0 3,0
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 2424 за 8 часов непрерывной работы, %: - по площади пика - по времени удерживания	±5,0 ±3,0
Предел детектирования по ацетаминофену, г/см ³ , не более	1×10 ⁻⁶

Таблица 7 - Метрологические характеристики детекторов кондуктометрических Waters 432, Waters 2432

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений электропроводности, мкСм/см	от 0 до 10000
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, мкСм/см, не более	5×10 ⁻³
Дрейф нулевого сигнала, (мкСм/см)/ч, не более	4×10 ⁻¹
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 432, Waters 2432 при автоматическом дозировании 20 мкл контрольного раствора хлорид-иона (10 мг/дм ³), %: - по площади пика - по времени удерживания	2,0 2,0

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детектором Waters 432, Waters 2432 за 8 часов непрерывной работы, %:	
- по площади пика	±5,0
- по времени удерживания	±3,0
Предел детектирования по хлорид-иону, г/см ³ , не более	5×10 ⁻⁸

Таблица 8 - Основные технические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Потребляемая мощность, В×А, не более:	
- детекторы абсорбционные:	
Waters 2487	145
Waters 2489 Platinum, Waters 2998 Platinum	185
Waters 2489 Blue, Waters 2998 Blue	195
Waters 996, Waters 2996	100
- детекторы рефрактометрические Waters 2414 Platinum, Waters 2414 Blue	145
- детекторы флуориметрические Waters 2475 Platinum, Waters 2475 Blue	280
- детектор электрохимический Waters 2465	200
- детекторы испарительного светорассеяния Waters 2424 Platinum, Waters 2424 Blue	200
- детекторы кондуктометрические	
Waters 432	200
Waters 2432	160
Габаритные размеры и масса хроматографов зависят от комплектации приборов.	
Условия эксплуатации:	
- температура окружающей среды, °С	от +15 до +30
- относительная влажность, %	до 80

Знак утверждения типа

наносят на титульный лист Руководства по эксплуатации методом компьютерной графики и на лицевую панель прибора в виде наклейки.

Комплектность средства измерений

Таблица 9 - Комплектность хроматографа жидкостного Waters

Наименование	Обозначение	Количество
хроматограф жидкостный Waters:		
- сепарационный модуль (модели Waters 2690, Waters 2695, Waters 2790, Waters 2795 или Waters e2795);		по заказу
- абсорбционные детекторы Waters 2487, Waters 2489, Waters 996, Waters 2996, Waters 2998;		по заказу
- рефрактометрические детекторы Waters 2414;		по заказу
- флуориметрические детекторы Waters 2475;		по заказу
- электрохимические детекторы Waters 2465;		по заказу

Наименование	Обозначение	Количество
- детекторы испарительного светорассеяния Waters 2424;		по заказу
- кондуктометрические детекторы Waters 432, Waters 2432		по заказу
Руководство по эксплуатации		1 экз.
Методика поверки	МП 205-14-2016	1 экз.

Поверка

осуществляется по документу МП 205-14-2016 «Хроматографы жидкостные Waters. Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМС» 10 октября 2016 г.

Основные средства поверки:

- стандартные образцы состава раствора антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 200 мкг/см³ ГСО 8749-2006;
- стандартные образцы состава раствора иона хлорида в воде с массовой концентрацией 10 мкг/см³ ГСО 7436-98 (40А);
- кофеин безводный по фармакопейной статье ФС 42-0249-07;
- парацетамол (ацетаминофен, N-(4-гидроксифенил)ацетамид) по фармакопейной статье ФС 42-0268-07.

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

Знак поверки наносят на переднюю панель хроматографа.

Сведения о методиках (методах) измерений

приведены в эксплуатационном документе;

ГОСТ Р 53694-2009 «Продукция соковая. Определение 5-гидроксиметилфурфурола методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»;

ГОСТ Р 53152-2008 «Продукты пищевые. Определение содержания полициклических ароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»;

МУК 4.1.1478-03 «Определение фенола в атмосферном воздухе и воздушной среде жилых и общественных зданий методом высокоэффективной жидкостной хроматографии».

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к хроматографам жидкостным Waters

Техническая документация фирмы-изготовителя «Waters Corporation», США.

Изготовитель

Фирма «Waters Corporation», США

Адрес: 34 Maple Street, Milford, MA 01757, USA.

Заявитель

Московское представительство фирмы «Waters Ges.m.b.H.»

Адрес: 117871, г. Москва, ул. Миклухо-Маклая, д. 16/10

Тел./факс: (495) 727-44-90

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.

« ____ » _____ 2017 г.