

Подлежит публикации
в открытой печати



СОГЛАСОВАНО

ДИ СИ ФГУП «ВНИИМС»

В.Н.Яншин

15 августа 2008 г.

| | |
|--|--|
| Хроматографы жидкостные Waters HPLC | Внесены в Государственный реестр средств измерений Регистрационный N <u>15311-08</u> Взамен N <u>15311-02</u> |
|--|--|

Выпускаются по технической документации фирмы "Waters Corporation", США

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Хроматографы жидкостные Waters HPLC (далее – хроматографы) предназначены для измерений широкого спектра органических и неорганических веществ и могут применяться для контроля качества пищевых продуктов, лекарственных препаратов, определения загрязнителей питьевых поверхностных и сточных вод, для анализа биологических объектов.

ОПИСАНИЕ

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 нанограммов. 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 двухклоночном (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 микроколонами.

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.

ОСНОВНЫЕ 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 | 190 – 600 |
| W996, W2996, W2998 | 190 – 800 |
| W2487, W2489 | 190 – 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 |

Относительная погрешность от нелинейности (при 254 нм), %, не более:

| | |
|--|---|
| W486 в диапазоне (0,1-1,5) е.о.п. | 5 |
| W490 в диапазоне (0,1-0,2) е.о.п. | 5 |
| W996, W2996, W2998 в диапазоне (0,1-2) е.о.п. | 5 |
| W2487, W2489 (при 257 нм) в диапазоне (0,1-2) 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 | 15 |
| W996, W2996 | 15 |
| W2998 | 12,6 |
| W2487 | 10 |
| W2489 | 9,3 |
| Потребляемая мощность, Вт, не более | |
| W486 | 100 |
| W490 | 150 |
| W996, W2996 | 100 |
| W2487 | 145 |
| W2998, W2489 | 185 |

Масс-спектрометрический детектор MCD

| | |
|---|-------------------|
| Диапазон масс, а.е.м. | 10 – 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 | $5 \cdot 10^{-9}$ |

Флуориметрические детекторы W 474, W 2475

| | W 474 | W 2475 |
|--|--------------------|--------------------|
| Диапазон длины волн, нм: | | |
| Возбуждения/эмиссии | 200 – 700 | 200 – 900 |
| Погрешность установки длины волны, нм, не более | ± 2 | ± 3 |
| Случайная составляющая погрешности установки длины волны, нм, не более | $\pm 0,3$ | $\pm 0,25$ |
| Предел детектирования по антрацену, г/мл, не более | $2 \cdot 10^{-12}$ | $1 \cdot 10^{-12}$ |
| 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. | 1,00 – 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 | $2,5 \cdot 10^{-7}$ отн.ед.рефр./ч или 3% полной шкалы/час (ско- рость потока ме- танола 1 мл/мин, температура тер- мостата 35°C, по- стоянная вре- мени 1 с) | $1,0 \cdot 10^{-7}$ отн.ед.рефр./ч (скорость потока воды 1 мл/мин, постоянная вре- мени 1 с) |
| Уровень флуктуационных шумов нулевого сиг- нала | $2,0 \cdot 10^{-8}$ отн.ед.рефр. или 1% полной шка- лы (скорость по- тока метанола 1 мл/мин, темпе- ратура термос- тата 35°C, пос- тоянная време- ни 1 с) | $3,0 \cdot 10^{-9}$ отн.ед.рефр. или 1% полной шкалы (скорость потока воды 1 мл/мин, постоянная вре- мени 1 с) |
| Объем ячейки, мкл | | 10 |
| Постоянная времени, с | 0,2; 1; 3; 10 | 0 – 5 |
| Диапазон температуры, °C: | | |
| внутреннего термостата | | 30–50 |
| термостата колонки | | от температуры окружающей среды до 150°C |
| Диапазон температуры, окружающей среды, °C | | 15–35 |
| 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 | | -2000 – +2000 |
| Диапазоны измерений тока, А | $1 \cdot 10^{-11} - 2 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-8} - 2 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-8} - 5 \cdot 10^{-6}$ | $1 \cdot 10^{-4} - 10 \cdot 10^{-1}$ $1 \cdot 10^{-1} - 100$ |
| Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (су- хая кювета 5 мкл, постоянная времени 1 с, 1В), пА, не более | 6 | 10 |

| | | |
|----------------------------------|-------------|-------------|
| Постоянная времени, с | 0,1 – 5 | 0,1 – 5 |
| Скорость сканирования, мВ/с | 1 – 100 | 1 – 100 |
| Габаритные размеры, мм, не более | 220x440x440 | 220x440x440 |
| Масса, кг, не более | 16,6 | 15 |

Кондуктометрический детектор W 432

| | |
|--|---------|
| Диапазон измерений электропроводности, мкСм/см | 0–10000 |
| 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 |
| 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 |

ЗНАК УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА

Знак утверждения типа наносится на лицевую панель прибора и эксплуатационную документацию.

КОМПЛЕКТНОСТЬ

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

Поверку прибора производят в соответствии с инструкцией по поверке "Инструкция. Хроматографы жидкостные Waters HPLC. Методика поверки", разработанной и утвержденной ФГУП «ВНИИМС» в 2008 году и входящей 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

Межповерочный интервал – 1 год.

НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ

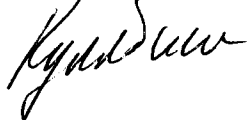
Техническая документация фирмы "Waters Corporation", США.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Тип хроматографов жидкостных Waters HPLC утвержден с техническими и метрологическими характеристиками, приведенными в настоящем описании, и метрологически обеспечен при выпуске из производства и в эксплуатации

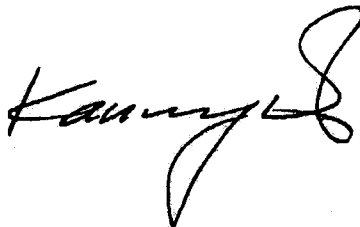
ИЗГОТОВИТЕЛЬ: Фирма "Waters Corporation", США.
34 Maple Street, Milford, Massachusetts 01757-3696 USA

Научный сотрудник



Е.В.Кулябина

Директор Московского
Представительства
фирмы "Waters Corporation"



В.Н. Капшуков