

Подлежит публикации
в открытой печати

СОГЛАСОВАНО:

Директор ВНИИМС

А. И. Асташенков

1996 г.



Жидкостный хроматограф
Waters HPLC
("Waters", США)

Внесен в Государственный
реестр средств измерений
Регистрационный № 15311-96
Взамен №

Выпускается по документации фирмы "Waters", США

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Хроматограф жидкостный Waters HPLC предназначен для анализа широкого спектра веществ и может применяться для контроля качества пищевых продуктов, лекарственных препаратов, определения загрязнителей питьевых поверхностных и сточных вод, для анализа биологических объектов.

ОПИСАНИЕ

Жидкостный хроматограф включает восемь детекторов, изотермические и градиентные насосы, автосampler 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.

Многоволновой детектор на диодной матрице Waters 996 (W996) позволяет записывать хроматограммы в ходе анализа на нескольких длинах волн одновременно. Регистрация анализируемого компонента одновременно на двух длинах волн дает возможность судить о чистоте вещества. Максимальная чувствительность для каждого компонента достигается с помощью программируемого по времени изменения длины волн.

Масс-спектрометрический детектор (квадрупольный) 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 составе программного обеспечения – библиотека массспектров на 190000 веществ и 160000 структурных формул. Предусмотрен постоянный контроль всех существенных для проведения анализа режимных параметров.

Сканирующий флуоресцентный 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.

Флуоресцентный детектор широко применяется для анализа следовых количеств металлов органических материалов, элементов в биологических объектах.

Дифференциальный рефрактометрический детектор Waters 410 (W410) обладает высокой чувствительностью и стабильностью показаний благодаря термостатированию оптической системы. Управление работой детектора осуществляется контролером.

Электрохимический детектор Waters 464 (W464) работает в трех режимах. В режиме постоянного тока он обладает весьма высокой чувствительностью, в частности, для катехоламинов (на уровне pg) и таких ионов, как сульфид, цианид, ионид (на уровне ppg). В случае импульсного детектирования позволяет анализировать углеводы на уровне нг. Режим сканирования потенциала рабочего электрода эффективен для исследования возможности электрохимического детектирования анализируемых веществ и выбора потенциала оптимального по чувствительности и влиянию неанализируемых компонентов. Электрохимический детектор W464 позволяет анализировать сложные объекты такие, как фармацевтические препараты, природные и сточные воды без предварительной пробоподготовки. Детектор имеет встроенный микропроцессор для установки и программирования режимных параметров и проведения диагностики.

Высокочувствительный кондуктометрический детектор Waters 432 (W432) можно использовать для работы как в одноколоночном 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 ppg. Благодаря наличию внутреннего термостата снижен дрейф базового сигнала. Малый объем ячейки (0,6 мкл) позволяет работать с микроколонками.

ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЖИДКОСТНОГО
ХРОМАТОГРАФА WATERS HPLC С ДЕТЕКТОРАМИ:

Абсорбционные детекторы

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

W486	1 10 ⁻⁵
W490	1 10 ⁻⁴
W996	1,5 10 ⁻⁵

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

W486	1 10 ⁻⁴
W490	2,5 10 ⁻⁴
W996	1 10 ⁻³

Предел детектирования по антрацену,
254 нм, не более

W486	1 10 ⁻⁹
W490	1 10 ⁻⁸
W996	2 10 ⁻⁹

Диапазон длины волны, нм

W486, W490	190-600
W996	190-800

Погрешность установки длины волны,
нм, не более:

W486, W490	+2
W996	+1

Случайная составляющая погрешности
установки длины волны, нм, не более

W486	+0,25
W490	+0,05

Ширина полосы, нм, не более:

W486	8
W490	4

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 в диапазоне (0,1-2) е.о.п.	5

Габаритные размеры, мм:

W496	285x240x530
W490	240x290x530
W996	290x150x560

Масса, кг, не более

W486	13
W490	15
W996	15,5

Потребляемая мощность, Вт,
не более

W486	100
W490	150
W996	100

Масс-спектрометрический детектор

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	$5 \cdot 10^{-9}$

Флуориметрический детектор Waters 474

Диапазон длин волн, нм:	
возбуждения	200-690
эмиссии	210-700
Погрешность установки длины волны, нм, не более	+2
Случайная составляющая погрешности установки длины волны, нм, не более	+0,3
Предел детектирования по антрацену, г/мл, не более	$2 \cdot 10^{-12}$
Габаритные размеры, мм, не более	300x150x460
Масса, кг, не более	19

Дифференциальный рефрактометрический детектор
WATERS 410

Диапазон коэффициентов преломления, ед. рефр.	1,00-1,75
Диапазон измерения, ед. рефр.:	
минимальный	(5,0-5,0) 10^{-8}
максимальный	(1,0-5,0) 10^{-3}
Диапазон скоростей потока, мл/мин	0,03-10
Дрейф нулевого сигнала, ед. рефр./час	$2,5 \cdot 10^{-7}$ ед. рефр./час или 3% полной шкалы/час
(скорость потока метанола 5 мл/мин, температура тер- mostата 35 °C, постоянная времени 1 с), не более	
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (скорость потока метанола 1 мл/мин, температура тер- mostата 35 °C, постоянная времени 1 сек), не более	$2,0 \cdot 10^{-8}$ ед. рефр. или 1% полной шкалы
Объем ячейки, мкл	10
Линейный динамический диапазон, ед. рефракции	$5 \cdot 10^{-3} - 5 \cdot 10^{-8}$
Постоянная времени, с	0,2; 1; 3; 10
Диапазон температуры, °C: внутреннего термостата	30-50

термостата колонки	от температуры окружающей среды до 150°
Диапазон температуры, окружающей среды, °C	15-35
Размеры, мм, не более	285x240x480
Масса, кг, не более	18

Электрохимический детектор W464

Диапазон изменения напряжения, мВ	-2000 +2000
Диапазон измерения тока, А	1,10 ⁻⁴ -10 ¹⁰⁻¹ 1 10 ⁻¹ -100
Уровень флюктуационных шумов нулевого сигнала (сухая кювета 5 мкл, постоянная времени 1 с, 1В), пА,	10
не более	0,1-5
Постоянная времени, с	1-100
Скорость сканирования, мВ/с	1-100
Габаритные размеры, мм, не более	
Масса, кг, не более	

Кондуктометрический детектор Waters 432

Диапазон измерения электропроводности, мкСм/см	0-10000
Уровень шумов нулевого сигнала (1 мМ KCl, скорость потока элюента 1 мл/мин), не более, мкСм/см	0,005
Дрейф нулевого сигнала (1 мМ KCl, скорость потока элюента мл/мин), не более, мкСм/см час	0,05
Относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерения (%), не более,	
- времени удерживания (детекторы W484, W490, W996, W410, W464)	0,3
(масс-спектрометрический детектор)	2,0
- площади пика (детекторы W486, W490, W996, W410, W464)	1,0
(масс-спектрометрический детектор)	10

Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы(%), не более	
- времени удерживания (детекторы W486, W490, W996, W410, W464)	2,0
(масс-спектрометрический детектор)	10
- площади пика (детекторы W486, W490, W996, W410, W464)	2,0
(масс-спектрометрический детектор)	10

Насосы изократические (Waters 610 и Waters 510) и градиентные (Waters 626, Waters 616, Waters 600) управляются контроллерами, обеспечивающими стабильную подачу и программирование расхода элюента в диапазонах: 0,1-9,9 мл/мин (Waters 510, Waters 626, Waters 616); 0,1-20 мл/мин (Waters 610, Waters 600). Максимальное рабочее давление: 27 МПа (Waters 626); 34М па (Waters 616); 41 МПа (Waters 600, Waters 510). Общее число градиентных профилей – 11, погрешность состава элюента не более 0,5%. 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 компьютера (IBM). В составе программного обеспечения "Миллениум" широкий набор методов обработки и способ графического представления хроматограмм, методов градуировки и статистической обработки данных.

ЗНАК УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА

Знак утверждения типа может быть нанесен на лицевую панель прибора.

КОМПЛЕКТНОСТЬ

Комплектность поставки хроматографа жидкостного Waters HPLC по технической документации фирмы "Waters", США.

ПОВЕРКА

Проверка прибора производится в соответствии с методикой поверки, разработанной и утвержденной ВНИИМС.

При проверке применяют следующие стандартные образцы состава и аттестованные смеси веществ.

ГСО 5377-90 состава раствора антрацена в ацетонитриле.

Аттестованные смеси, относительная погрешность аттестации не более 10%:

- кофеин-метанол-вода, массовая концентрация кофеина 20 нг/мкл;

- изопропиловый спирт-метанол, массовая концентрация изопропилового спирта 10 нг/мкл;

- антрацен-метанол, массовая концентрация антрацена 20 нг/мкл;

- контрольный раствор УЭП по ГОСТ 22171-90;

- ацетаминофенон-буферный раствор-метанол, массовая концентрация ацетаминофенона 10 нг/мкл.

Межповерочный интервал - 1 год.

НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ

Техническая документация фирмы "Waters", США.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Хроматограф жидкостный Waters HPLC соответствует технической документации фирмы "Waters", США.

ИЗГОТОВИТЕЛЬ - фирма "Waters", США.

34 Maple Street, Milford, Massachusetts 01757-3696 USA

Начальник отдела

Ш. Р. Фаткудинова

Ведущий научный сотрудник

О. Л. Рутенберг