

Подлежит публикации
в открытой печати

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора ФГУП ВНИИМС
Руководитель ГЦИ СИ



В.Н. Яншин

М.В. Яншин

2002 г.

Хроматографы жидкостные/ионные
модели DX500/DX120

Внесены в Государственный реестр
средств измерений

Регистрационный N 15798-02

Взамен N _____

Выпускаются по технической документации фирмы "DIONEX", США.

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Хроматографы жидкостные/ионные модели DX500/DX120 (далее – хроматографы) предназначены для определения органических и неорганических веществ в питьевых поверхностных и сточных водах, лекарственных и биологических препаратах, пищевых продуктах и напитках, нефтепродуктах и может применяться в пищевой, фармакологической, нефтехимической и химической отраслях промышленности, биотехнологии, для контроля загрязнений окружающей среды и т.д.

ОПИСАНИЕ

Принцип действия хроматографов DX500/DX120 основан на разделении анализируемой смеси на составляющие компоненты в хроматографической колонке и последующем измерении их содержания детекторами: кондуктометрическим, электрохимическим и абсорбционным.

Хроматографы DX500IC/HPLC могут использоваться как для высокоэффективной жидкостной хроматографии, так и для ионной, хроматографы DX120 – для ионной.

В зависимости от назначения хроматографы комплектуют кондуктометрическим, электрохимическим и фотометрическим детекторами, изократическим и градиентным насосами, петлевым дозатором, автосамплером, аналитическими колонками. Возможна работа одновременно двух детекторов и двух аналитических колонок. В последнем случае применяют устройство автоматического переключения колонок, что дает возможность в ходе одного анализа определять как анионы, так и катионы или использовать два различных растворителя.

В режиме ионной хроматографии для повышения чувствительности анализов используют саморегенерирующуюся систему химического подавления электропроводности элюента.

Аналитические колонки и предколонки, система химического подавления, петлевой дозатор, измерительные ячейки, переключатель колонки размещены в термостате. Фирмой "DIONEX" разработаны три модели термостата, различающиеся функциональными возможностями. Простейшая модель LC-10 – пассивный термостат для работы с одноколоночным модулем. Две другие модели LC-20 и LC-30 предназначены для работы как с одной, так и с двумя колонками, обеспечивают поддержание температуры с погрешностью $0,1^{\circ}\text{C}$ в двух температурных диапазонах: от температуры, превышающей окружающую на 5°C до 40°C и до 80°C . Модель LC-30, кроме того, снабжена сигнализатором утечек и самовозгорающихся паров.

Кондуктометрический детектор CD-20 – управляемый микропроцессором высокочувствительный детектор. Кондуктометрическая ячейка присоединяется непосредственно к выходу блока химического подавления или колонки, что уменьшает мертвый объем. Для уменьшения влияния температуры на проводимость ячейка термостатируется при температурах 25°C – 45°C . Температура в указанном диапазоне устанавливается и поддерживается с погрешностью $0,01$ (при помощи специального устройства, размещенного внутри хроматографического модуля. Конструкция электрохимического детектора ED40 позволяет реализовать три типа детектирования: кондуктометрию, постоянно-токовую амперометрию (измерение тока электролиза) и интегральную амперометрию (измерение количества электричества за определенный период прохождения потенциальной волны).

В качестве рабочего электрода амперометрической ячейки могут применяться взаимозаменяемые электроды из платины, золота, серебра, стеклоуглерода, отличающиеся устойчивостью к анализируемым средам в условиях протекающих окислительно-восстановительных реакций. Сравнительным электродом является комбинированная система, состоящая из рН-электрода и хлорсеребряного электрода. Последний выполняет функции собственно сравнительного электрода. рН-электрод предназначен для измерения рН и сглаживания базовой линии при градиентном элюировании.

Фотометрический детектор AD-20 с переменной длиной волны в диапазоне (190–800) нм имеет стандартную измерительную ячейку (7,5 мкл), используемую с колонками диаметром 4 мм, и микроячейку (2,5 мкл), применяемую с микроколонками (диаметр 2 мм).

Источники света: дейтериевая лампа для УФ-области и вольфрамовая лампа для видимой части спектра.

Монохроматор – дифракционная решетка.

Все, входящие в состав хроматографа, модели имеют собственную клавиатуру и дисплей. Режимные параметры могут задаваться как при помощи клавиатуры, так и с внешнего компьютера. Для обработки хроматографической информации могут использоваться как интеграторы, так и система обработки данных Peak Net Chromatography Workstation.

Модель DX120 является ионным хроматографом, работающим в изократическом режиме. В состав хроматографа входят кондуктометрический детектор CD20, петлевой дозатор, изократический насос, саморегенерирующаяся система химического подавления, автоматическое устройство переключения колонок, микропроцессор. Хроматограф DX120IC может работать как с одной, так и с двумя колонками. Все элементы размещены в одном блоке. На передней панели хроматографа расположены дисплей и клавиатура при помощи которой можно задавать режимные параметры.

Ионный хроматограф DX120IC также, как и модель DX500 может работать с системой обработки данных PeakNet Chromatography Workstation или интегратором.

В комплект хроматографа DX500/DX120 дополнительно могут входить экстрактор моделей ASE300, ASE100, ASE200, которые предназначены для извлечения анализируемых веществ растворителями из твердых образцов пищевых продуктов, фармацевтических препаратов, почвы и т.д.

Экстрагирование с помощью модели ASE200 проводится при давлении до 20 МПа (ASE200), 10 МПа (ASE300 и ASE100) и температуре до 200°C, что позволяет существенно повысить скорость экстракции (12–18 мин.) в сравнении с такими устройствами, как сокслет (1–4 часа) или микроволновая печь (0,5–1 час).

Экстрактор ASE300 позволяет одновременно обрабатывать до 12 проб при вместимости ячеек (34÷100) мл. Экстрактор ASE200 вмещает до 24 проб при вместимости ячеек (1÷33) мл.

Упрощенная и управляемая вручную модель экстрактора ASE100 рассчитана на 1 пробу, вместимость ячейки может быть выбрана в диапазоне (10÷100) мл.

Управление работой экстракторов осуществляется с помощью встроенного микропроцессора. Процедура экстракции полностью автоматизирована. Предусмотрен контроль температуры, давления и утечки растворителя с выдачей сигнала тревоги и отключением системы в аварийной ситуации.

ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Модель DX500IC/HPLC Фотометрический детектор AD20

Диапазон длин волн, нм	190–800
Погрешность установки длины волны, нм	±1
Ширина полосы, нм	6
Диапазон оптической плотности, е.о.п.	0–2
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (при 254 нм), е.о.п., не более	$5 \cdot 10^{-5}$
Дрейф нулевого сигнала, е.о.л./час	$2 \cdot 10^{-4}$
Предел детектирования (по кофеину), г/дм ³ , не более	$5 \cdot 10^{-6}$
Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, %, не более	
по площади пиков	4
по высоте пиков	3
по времени удерживания	0,2
Относительное изменение выходного сигнала (площади пиков) за 8 часов непрерывной работы, %, не более	5
Время выхода на режим, мин, не более	60
Условия эксплуатации:	
– температура окружающей среды, °С	10–40
– относительная влажность, %	5–95

Потребляемая мощность, Вт, не более	150
Масса, кг, не более	4,5
Габаритные размеры, мм, не более	230x320x460

Модель DX500IC/HPLC
Электрохимический детектор ED40

Диапазоны:

– электрической проводимости, мкСм	0,01–3000
– постоянного тока, мкА	0,05–300
– количества электричества, мкК	0,05–210

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, не более, в режиме:

– кондуктометрии, См	$5 \cdot 10^{-9}$
– амперометрии, А	$4 \cdot 10^{-12}$

Дрейф нулевого сигнала, См/час $1 \cdot 10^{-8}$

Предел детектирования, г/дм³, не более, в режиме:

– кондуктометрии (NO ₃ ⁻)	$5 \cdot 10^{-6}$
– амперометрии (CN ⁻)	$5 \cdot 10^{-6}$

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, %, не более:

– по площади пиков	1,5
– по высоте	2,5
– по времени удерживания	0,2

Относительное изменение выходного сигнала (площади пиков) за 8 часов непрерывной работы, %, не более

3

Вместимость измерительной ячейки, мкл, в режиме:

– кондуктометрии	1,0
– амперометрии	0,5

Максимальное рабочее давление в измерительной ячейке, МПа, в режиме:

– кондуктометрии	2,0
– амперометрии	0,7

Потребляемая мощность, Вт, не более 40

Масса, кг, не более 8,5

Габаритные размеры, мм, не более 225x170x420

Условия эксплуатации:

– температура окружающей среды, °С	4-40
– относительная влажность, %	5-95

Модель DX500IC/HPLC
Кондуктометрический детектор CD20

Диапазон электрической проводимости, мкСм	0,01-3000
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, не более, См	$2 \cdot 10^{-9}$
Дрейф нулевого сигнала, См/час	$2 \cdot 10^{-8}$
Предел детектирования по нитрат-иону, г/дм ³ , не более	$5 \cdot 10^{-6}$
Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, %, не более	
– по площади пиков	1,5
– по высоте	2,5
– по времени удерживания	0,2
Относительное изменение выходного сигнала (площади пиков) за 8 часов непрерывной работы, %, не более	3
Измерительная ячейка:	
– вместимость, мкл	1,0
– максимальное рабочее давление, МПа	0,5
Потребляемая мощность, Вт, не более	40
Масса, кг, не более	8,5
Габаритные размеры, мм, не более	225x170x420
Условия эксплуатации:	
– температура окружающей среды, °С	4–40
– относительная влажность, %	5–95

Изократический IP20 и градиентный насосы

Диапазон изменения скорости потока элюента, см ³ /мин, для колонок диаметром:	
– 2 мм и 4 мм	0,01–2,5
– 4 мм и 9 мм	0,04–10,0
Максимальное рабочее давление, МПа	35
Габаритные размеры, мм, не более	335x225x420
Масса, кг, не более	17

Экстрактор ASE200

Максимальное давление насоса, Мра	20
Потребляемая мощность, Вт	500
Масса, кг	72
Габаритные размеры, мм	590x595x604

Экстрактор ASE300

Максимальное давление насоса, Мра	10
Потребляемая мощность, Вт	500
Масса, кг	75,2
Габаритные размеры, мм	59,4x58,8x60,4

Экстрактор ASE100

Максимальное давление при подаче элюента, МРа	10
Потребляемая мощность, Вт	500
Масса, кг	35
Габаритные размеры, мм	55x35,6x47,5

Модель DX120

Кондуктометрический детектор

Диапазон электрической проводимости кондуктометрического детектора, мкСм	0,01-1000
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, См	$2 \cdot 10^{-9}$
Дрейф нулевого сигнала, См/час	$2 \cdot 10^{-8}$
Предел детектирования по нитрат-иону, г/дм ³ , не более	$5 \cdot 10^{-6}$
Относительная среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, %	
– по площади пиков	0,5
– по высоте	1,5
– по времени удерживания	0,4
Относительное изменение выходного сигнала (площади пиков) за 8 часов непрерывной работы, %	3
Время выхода на режим, мин	10

Кондуктометрическая ячейка:	40
– вместимость, мкл	1,25
– максимальное давление, МПа	2,0
Насос:	
– диапазон скорости потока, см ³ /мин	0,5–4,5
– максимальное рабочее давление, МПа	28
Напряжение питания, В	230
Габаритные размеры, см	60x30x40
Масса, кг	30
Условия эксплуатации:	
– температура окружающей среды, °С	10-40
– относительная влажность, %	5-95

ЗНАК УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА

Знак утверждения типа наносится на лицевую панель прибора и эксплуатационную документацию

КОМПЛЕКТНОСТЬ

Хроматограф модель DX500IC/HPL

- Фотометрический детектор AD20
- Электрохимический детектор ED40
- Кондуктометрический детектор CD20
- Изократический IP20 и градиентный насосы
- Экстрактор ASE300
- Экстрактор ASE200
- Экстрактор ASE100

Хроматограф модель DX120

- кондуктометрический детектор

Комплект ЗИП.

Эксплуатационная документация.

Инструкция по поверке.

ПОВЕРКА

Поверка приборов производится в соответствии с инструкцией по поверке "Хроматографы жидкостные/ионные модели DX500/DX120, фирма "DIONEX", США. Методика поверки", разработанной и утвержденной ВНИИМС в 2002 г. и входящей в комплект технической документации.

При поверке применяют государственные стандартные образцы ГСО 6696–93, ГСО 6687–93.

Межповерочный интервал – 1 год.

НОРМАТИВНЫЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Техническая документация фирмы–изготовителя.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Хроматографы жидкостные/ионные модели DX500/DX120 соответствуют требованиям технической документации фирмы–изготовителя.

ИЗГОТОВИТЕЛЬ – фирма "DIONEX", США
Dionex Corporation
LPN 0767-03 15M 12/01, USA

Начальник отдела ВНИИМС



Ш.Р.Фаткудинова

Начальник сектора ВНИИМС



О.Л.Рутенберг