

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
(в редакции, утвержденной приказом Росстандарта № 1807 от 28.08.2017 г.)

Хроматографы жидкостные Prominence

Назначение средства измерений

Хроматографы жидкостные Prominence (далее - хроматографы) предназначены для количественного химического анализа органических и неорганических веществ.

Описание средства измерений

Хроматографы жидкостные Prominence представляют собой высокопроизводительные приборы. Хроматографы Prominence являются многовариантной системой, состоящей из отдельных блоков. Модель может комплектоваться различными устройствами для автоматизированной пробоподготовки, анализа с переключением колонок и использованием градиентного режима, дегазации подвижной фазы и рядом других блоков. Принцип действия прибора основан на разделении пробы на индивидуальные вещества при прохождении через аналитическую колонку с последующей регистрацией разделенных веществ детектором. Результат регистрации отображается в виде хроматограммы.

В состав хроматографов Prominence могут входить один или несколько насосов LC-20AD (XR, nano)/20AT/20AB/20ADsp, LC-20AP, LC-20Ai, автоинжекторы SIL-20A (XR), SIL-20AC (XR), SIL-20АНТ (UFLC), SIL-20АЧНТ (UFLC), SIL-20AC Pretreatment, Rack Changer II, SIL-20АНТ, SIL-20АЧНТ) или ручной дозатор, контроллеры CBM-20A, CBM-20Alite, термостаты колонок CTO-10ASVP, CTO-20A, CTO-20AC, CTO-30A, CTO-30AS, блоки дегазации DGU-20A3R/A5R, DGU-10B, один или несколько детекторов, коллектор фракций FRC-10A, клапаны переключения потоков FCV-11AL, FCV-11AL(S), FCV-13AL, FCV-12АН, FCV-12Ahi, FCV-14АН, FCV-14АНi, FCV-20АН2, FCV-20АН6, FCV-36АН, FCV-34АН, FCV-32АН, FCV-20АН6, FCV-130AL, FCV-200AL, FCV-230AL, система обработки данных и вывода результатов анализа "LabSolutions".

Хроматографы Prominence комплектуются детекторами: спектрофотометрическим на диодной матрице SPD-M30A, дифференциальным рефрактометрическим RID-20A, электрохимическими Decade Elite, Decade Lite, масс-спектрометрическими, образуя хромато-масс-спектрометры LCMS-8030, LCMS-8040, многоволновым детектором SPD-30AM.

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 максимальную чувствительность (соотношение S/N) в стандартной, микро- и капиллярной ВЭЖХ. Тип FlexCell характеризуется простотой замены рабочего электрода. Тип SenCell - ячейка для следовых определений. Рабочий объем ячейки SenCell регулируется в диапазоне от 0 до 300 нл. Все ячейки могут комплектоваться рабочими и сравнительными электродами различных типов.

Рефрактометрический детектор RID-20A имеет функцию двойного температурного контроля оптической системы, благодаря чему уменьшено время выхода на режим и минимизирован дрейф базовой линии. Конструкция детектора обеспечивает возможность работы в широком диапазоне скоростей потока подвижной фазы: от аналитического режима до препаративного (расход подвижной фазы 150 мл/мин).

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.

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.

Насосы серии LC-20 дают возможность с высокой точностью создавать стабильные потоки подвижной фазы. Использование новых материалов позволило увеличить срок их службы.

Специальные материалы, использованные при изготовлении автоинжектора SIL-20A, значительно уменьшают эффект памяти даже при анализе проб, активно сорбируемых поверхностью обычных материалов. Конструкция автоинжектора обеспечивает смешение пробы максимум с 3 реагентами, что позволяет осуществлять автоматическое введение внутреннего стандарта, а также проведение предколоночных реакций. При необходимости автоинжектор SIL-20A и устройство Rack Changer II для замены планшетов в автодозаторе могут оснащаться устройством охлаждения образцов.

Термостат колонок СТО-20A обеспечивает воспроизводимость поддержания температурного режима. Возможно проведение анализа при программировании температуры колонок. Термостат СТО-20АС снабжен устройством охлаждения, что позволяет проводить анализ при температурах ниже комнатной. В термостат можно устанавливать до 6 колонок и до двух кранов переключателей. Это дает возможность проводить автоматическую смену колонок в зависимости от решаемых аналитических задач.

Хроматограф может использоваться для изократического и градиентного разделения. Возможно разделение в режиме градиента низкого давления и в режиме градиента высокого давления.

Общий вид хроматографа жидкостного Prominence представлен на рисунке 1.

Пломбирование хроматографа жидкостного Prominence отсутствует.



Рисунок 1 - Фотография общего вида хроматографа жидкостного Prominence

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
Другие идентификационные данные (если имеются)	-

Метрологические и технические характеристики

Таблица 3 - Метрологические характеристики хроматографа жидкостного Prominence 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 относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором SPD-M30A при автоматическом дозировании 10 мкл контрольного раствора кофеина (10 мг/дм ³) - по площади и высоте пиков	1
- 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, % - по площади (высоте) пиков	±2
Предел детектирования по кофеину, г/см ³	2·10 ⁻⁹

Таблица 3.2 - Рефрактометрический детектор RID-20A

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений, ед.рефр.	(от 0,01 до 500)·10 ⁻⁶
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, ед. рефр., не более (вода, пост.времени 3 с, температура окружающей среды +25 °С)	1·10 ⁻⁷
Дрейф нулевого сигнала, ед. рефр./ч, не более	5·10 ⁻⁷
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 ³) или антрацена (100 мг/дм ³), %: - по площади и высоте пиков	2
- по времени удерживания	0,5
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с детектором RID-20A за 8 часов непрерывной работы при автоматическом дозировании, %: - по площади (высоте) пиков	±2
Предел детектирования по глюкозе, г/см ³	2·10 ⁻⁶
Предел детектирования по антрацену, г/см ³	3·10 ⁻⁶
Предел детектирования по кофеину, г/см ³	1·10 ⁻⁶

Таблица 3.3 - Электрохимические детекторы Decade Elite, Decade Lite

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

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемого 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 ³	5·10 ⁻¹⁰

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 ионизации при дозировании 1 пг резерпина:	
LCMS-8030	200: 1
LCMS-8040	1000:1
Предел допускаемого 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 ⁻⁶
Дрейф нулевого сигнала (250 нм, постоянная времени 2 с, вода, 1 мл/мин), е.о.п./ч, не более	5·10 ⁻⁴
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 ³	2·10 ⁻¹⁰

Таблица 4 - Основные технические характеристики анализаторов кислорода

Наименование характеристики	Значение
Параметры электрического питания: - напряжение питание постоянного тока, В	230
- частота переменного тока, Гц	50±1
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 или техническую документацию в виде штампа.

Комплектность средства измерений

Таблица 5 - Комплектность средства измерений

Наименование	Обозначение	Количество
Хроматографы жидкостные Prominence		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-20A, SIL-20AC, SIL-20AHT, SIL-20AHT, SIL-20AHT UFLC, SIL-20AHT UFLC, SIL-20AXR, SIL-20ACXR, SIL-20AC Pretreatment		
Насосы: LC-20AD, LC-20AT, LC-20AB, LC-20ADSP, LC-20AP, LC-20ADXR, LC-20Ai		
Термостаты колонок: CTO-20A, CTO-20AC, CTO-10ASVP, CTO-30A, CTO-30AS.		
Блоки дегазации: DGU-20A3R/A5R, DGU-10B		
Коллектор фракций FRC-10A		
Клапаны: LPGE Valve, FCV-11AL, FCV-11AL(S), FCV-13AL, FCV-12AH, FCV-12Ahi, FCV-14AH, FCV-14AHi, FCV-20AH2, FCV-20AH6, FCV-36AH, FCV-34AH, FCV-32AH, FCV-20AH6, FCV-130AL, FCV-200AL, FCV-230AL		
Поддон для растворителей Reservoir tray		
Устройство для замены планшетов Rack Changer II		
Программное обеспечение "LabSolutions"		1 компл.
Комплект ЗИП		1 компл.
Руководство по эксплуатации (на русском языке)		1 экз.
Методика поверки	МП 63431-16 с изменением № 1	1 экз.

Поверка

осуществляется по документу МП 63431-16 "Хроматографы жидкостные Prominence. 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 Prominence

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

Web-сайт: 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.