

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Хроматографы жидкостные Dionex UltiMate 3000

Назначение средства измерений

Хроматографы жидкостные Dionex UltiMate 3000 (далее – хроматографы) предназначены для измерений содержания широкого спектра компонентов в пробах веществ и материалов, растворах, продуктах питания, почвах и других объектах анализа.

Описание средства измерений

Хроматографы жидкостные Dionex UltiMate 3000 комплектуются градиентными (HPG, LPG, DGP, NCS, NCP) или изократическими (ISO) насосами высокого давления, одним или несколькими детекторами: спектрофотометрическим, диодноматричным, флуориметрическим, рефрактометрическим, электрохимическим, детектором заряженного аэрозоля, персональным компьютером с программным обеспечением Dionex Chromeleon™. В состав хроматографов могут входить термостаты колонок, автосамплеры WPS, ACC (с термостатированием проб или без), ручные инжекторы.

Спектрофотометрический детектор VWD-3100 – одноканальный, с изменяемой длиной волны, детекторы VWD-3400RS, MWD-3000 и MWD-3000RS – многоканальные, позволяющие одновременно регистрировать сигнал на четырех, пяти и восьми длинах волн с возможностью их переключения во время хроматографирования.

Диодноматричные детекторы DAD-3000 и DAD-3000RS имеют высокое разрешение благодаря наличию 1024 фотодиодов.

Детекторы MWD-3000RS, VWD-3400RS и DAD-3000RS позволяют собирать данные с частотой до 200 Гц. Спектрофотометрические и диодноматричные детекторы могут комплектоваться монитором pH и электропроводности PCM-3000 для контроля формирования градиента по результатам измерений электропроводности и/или pH.

Флуориметрические сканирующие детекторы FLD 3100 (одноканальный) и FLD 3400RS (четырёхканальный) выпускаются с одним и двумя фотоумножителями (технология Dual-PTM). В качестве источника света используется ксеноновая лампа со временем работы около 20000 часов.

Детекторы заряженного аэрозоля Corona CAD, Corona ultra RS и Corona Veo являются универсальными детекторами и предназначены для определения нелетучих или слаболетучих соединений независимо от их химической структуры. Детекторы заряженного аэрозоля используются как взаимно дополняющие к масс-селективным и УФ/Вид детекторам. Расширенный линейный динамический диапазон и высокая чувствительность позволяют использовать эти детекторы в классической ВЭЖХ, ультра-ВЭЖХ и нано-поточковой ВЭЖХ.

Многоканальный (до 4 независимых каналов измерений) электрохимический детектор ECD 3000RS специально разработан для определения нейротрансмиттеров для фарм-диагностики, а также для селективного определения компонентов в сложных матрицах, таких как природные образцы. Электрохимический детектор Coulochem работает в постоянно-токовом, импульсном и сканирующих режимах, предназначен для рутинных анализов.

Рефрактометрические детекторы модели RI-101, RefractoMax 520 и RefractoMax 521, универсальные хроматографические детекторы, предназначены для измерений содержания широкого круга органических и неорганических веществ, в том числе на уровне низких концентраций (миллиграммов на литр).

Градиентные насосы выпускаются в нескольких исполнениях: бинарный HPG (градиент из 2 элюентов (либо 2 из 4)); квартернарный LPG (градиент из 4 элюентов); двойной DGP (два совмещённых независимых насоса с градиентом из 3 элюентов каждый). Каждый насос может комплектоваться встроенными или внешними дегазаторами элюента. Все насосы поставляются с системами автоматической промывки сальников плунжеров. Насосный блок NCS представляет собой двойной градиентный насос с термостатом колонок в одном корпусе. В составе двойного насоса имеется бинарный (HPG) насос для капиллярных или нано потоков (без сплиттера) и тернарный (LPG) микронасос для загрузки проб, предварительного концентрирования или 2D хроматографии. Насосный блок NCP представляет собой бинарный (HPG) насос для капиллярных или нано потоков (без сплиттера).

Для ввода пробы в хроматограф используют автосамплеры WPS и АСС или инжектор для ручного ввода образца. Автосамплер АСС оснащен встроенным термостатом колонок. Автосамплеры WPS могут обеспечивать фракционирование пробы после разделения с последующей инъекцией в ту же или другую колонку. Все автосамплеры комплектуются лотками для виал различной вместимости, плашек, пробирок "эппендорф". Конструкция автосамплеров обеспечивает полное или частичное заполнение петли (0,01 – 2500 мкл), термостатирование образцов (4 °С - 45 °С), автоматический сбор фракций с помощью коллектора в свободные виалы автосамплера и повторный ввод их в хроматографическую систему.

Хроматографы могут комплектоваться термостатами ТСС с встроенными кранами-переключателями (опция). В качестве нагревательного элемента в них используется элемент Пельтье. Термостаты могут вмещать до 12 колонок длиной до 300 мм (в зависимости от диаметра и длины). Для улучшения разделения компонентов проб в хроматографических колонках предусмотрено программирование режимов анализа, быстрый нагрев и охлаждение (на 30°С за 15 минут), предколоночный нагрев и постколоночное охлаждение элюента. Термостаты колонок выпускаются в трёх вариантах: стандартном, RSLC и Flow Manager™ и могут быть укомплектованы для переключения потоков и колонок шести и десятипортовыми двухпозиционными кранами- переключателями, а также семипортовыми шестипозиционными кранами для использования в автоматической процедуре подбора метода разделения (Automated Method Scouting).

Хроматографы могут выпускаться в препаративном, аналитическом, микро- и нано- вариантах. Для работы с биоматериалами предусмотрено исполнение узлов хроматографа из инертных (биосовместимых, не содержащих железных сплавов) материалов.

Хроматографы могут быть размещены в защитном кожухе "Integral" для эксплуатации в производственных условиях для он-лайн подключения и контроля технологических потоков. В этом случае используются дополнительные блоки: Блок селектора потоков SS и Блок пробоподготовки SP. Блок SS предназначен для отбора проб для анализа из нескольких технологических потоков (до 21). В состав блока входит от одного до трех многоходовых кранов, каждый кран обслуживает 7 потоков. Блок подготовки проб SP представляет собой отдельный модуль, выполняющий операции по подготовке проб перед хроматографическим анализом. Стандартные функции включают в себя выбор, подготовку и загрузку проб и стандартных образцов для анализа. Смешивание проб, разбавление, нагрев, контроль давления, расхода и мониторинг pH, предлагаются в качестве опций.

Управление всеми компонентами жидкостного хроматографа Dionex UltiMate 3000 осуществляется через установленное на IBM PC-совместимом компьютере специальное программное обеспечение "Dionex Chromeleon". Хроматографическое программное обеспечение с архитектурой клиент-сервер соответствует требованиям GLP и осуществляет полное управление хроматографической системой, сбор и обработку данных, автоматическую диагностику модулей, автоматические процедуры контроля, управление через USB-порт, локальную сеть или удаленный доступ (через интернет). Программное обеспечение, входящее в состав хроматографов, позволяет устанавливать и контролировать режимные параметры хроматографов, отслеживать выполнение анализа, обрабатывать полученные хроматографические данные.



Рис. 1. Детектор спектрофотометрический WVD 3100 и WVD 3400RS.



Рис. 2. Детектор спектрофотометрический MWD 3000 (RS) или на диодной матрице DAD 3000 (RS).



Рис. 3. Детектор флуориметрический FLD 3100 и FLD 3400RS.



Рис. 4. Детектор рефрактометрический RI-101.



Рис. 5. Детектор рефрактометрический модель RefractoMax 520 и RefractoMax 521.



Рис. 6. Детектор заряженного аэрозоля Corona CAD.



Рис. 7 Детектор заряженного аэрозоля Corona ultra RS и Corona Veo.



Рис. 8 Детектор электрохимический Coulchem.



Рис. 9 Детектор электрохимический ECD-3000RS.



Рис.10.1 Общий вид защитного кожуха для установки хроматографа Ultimate 3000 в систему "Integral".



Рис.10.2 Расположение хроматографа Ultimate 3000 в защитном кожухе системы "Integral".

Программное обеспечение

Идентификационные данные программного обеспечения приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
Chromeleon	Chromeleon 6.8	6.8	-	-
Chromeleon	Chromeleon версия не ниже 7.1	Не ниже 7.1	-	-

Уровень защиты ПО от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню: "А" – метрологически значимая часть ПО СИ и измеренные данные достаточно защищены с помощью специальных средств защиты от преднамеренных изменений в соответствии с МИ 3286-2010.

Влияние программного обеспечения хроматографов учтено при нормировании метрологических характеристик.

Метрологические и технические характеристики

Детекторы спектрофотометрические VWD-3100, VWD-3400RS

Диапазон длин волн, нм	от 190 до 900
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (254 нм, скорость подачи элюента (воды) 1 мл/мин, постоянная времени 1 с) е.о.п., не более	$5 \cdot 10^{-5}$
Дрейф нулевого сигнала после прогрева (254 нм, скорость подачи элюента (воды) 1 мл/мин, постоянная времени 1 с), е.о.п./час, не более	$3 \cdot 10^{-4}$
Предел детектирования по антрацену, г/см ³ , не более	$1 \cdot 10^{-9}$
Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения параметров выходного сигнала хроматографа со спектрофотометрическим детектором, %, не более:	
при автоматическом дозировании	
– площади пика	1
– времени удерживания	1
при ручном дозировании	
– площади пика	2
– времени удерживания	1,5
Пределы допускаемых значений относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа со спектрофотометрическим детектором, %, не более	
при автоматическом дозировании	
– площади пика	± 2
– времени удерживания	± 2
при ручном дозировании	
– площади пика	± 3
– времени удерживания	± 2
Потребляемая мощность, Вт, не более	150
Габаритные размеры, мм, не более	160x420x510
Масса, кг, не более	14,8

Детекторы спектрофотометрические многоволновые MWD-3000, MWD-3000RS

Диапазон длин волн, нм	от 190 до 800
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (254 нм, скорость подачи элюента (воды) 1 мл/мин, постоянная времени 2 с) е.о.п., не более	$1 \cdot 10^{-4}$
Дрейф нулевого сигнала после прогрева (254 нм, скорость подачи элюента (воды) 1 мл/мин, постоянная времени 2 с), е.о.п./час, не более	$1 \cdot 10^{-3}$
Предел детектирования по антрацену, г/см ³ , не более	$2 \cdot 10^{-9}$
Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения параметров выходного сигнала хроматографа с многоволновым спектрофотометрическим детектором, %, не более:	
при автоматическом дозировании	
– площади пика	1
– времени удерживания	1
при ручном дозировании	
– площади пика	2
– времени удерживания	1,5
Пределы допускаемых значений относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа с многоволновым спектрофотометрическим детектором, %, не более:	

при автоматическом дозировании	
– площади пика	± 2
– времени удерживания	± 2
при ручном дозировании	
– площади пика	± 3
– времени удерживания	± 2
Потребляемая мощность, Вт, не более	150
Габаритные размеры, мм, не более	190x420x510
Масса, кг, не более	18,3

Детекторы на диодной матрице DAD-3000, DAD-3000RS

Диапазон длин волн, нм	от 190 до 800
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (254 нм, скорость подачи элюента (воды) 1 мл/мин, постоянная времени 2 с) е.о.п., не более	$1 \cdot 10^{-4}$
Дрейф нулевого сигнала после прогрева (254 нм, скорость подачи элюента (воды) 1 мл/мин, постоянная времени 2 с), е.о.п./час, не более	$1 \cdot 10^{-3}$
Предел детектирования по антрацену, г/см ³ , не более	$2 \cdot 10^{-9}$
Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения параметров выходного сигнала хроматографа с детектором на диодной матрице, %, не более:	
при автоматическом дозировании	
– площади пика	1
– времени удерживания	1
при ручном дозировании	
– площади пика	2
– времени удерживания	1,5
Пределы допускаемых значений относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа с детектором на диодной матрице, %, не более:	
при автоматическом дозировании	
– площади пика	± 2
– времени удерживания	± 2
при ручном дозировании	
– площади пика	± 3
– времени удерживания	± 2
Потребляемая мощность, Вт, не более	150
Габаритные размеры, мм, не более	190x420x510
Масса, кг, не более	18,3

Детекторы рефрактометрические модели RI-101, RefractoMax 520, RefractoMax 521

Диапазон измерений показателя преломления	от 1,00 до 1,75
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (постоянная времени 2 с), ед.рефр, не более	$2,5 \cdot 10^{-9}$
Дрейф нулевого сигнала, ед.рефр./час	$2 \cdot 10^{-7}$
Предел детектирования по глицерину, г/см ³ , не боле	$1 \cdot 10^{-6}$
Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения параметров выходного сигнала хроматографа с рефрактометрическим детектором, %, не более:	
при автоматическом дозировании	

– площади пика	2
– времени удерживания	1
при ручном дозировании	
– площади пика	3
– времени удерживания	1,5
Пределы допускаемых значений относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа с рефрактометрическим детектором, %, не более:	
при автоматическом дозировании	
– площади пика	± 5
– времени удерживания	± 2
Потребляемая мощность, В·А, не более	120
Габаритные размеры, мм, не более;	
- модели 520, 521	150x260x450
- модель RI-101	260x200x400
Масса, кг, не более:	
- модели 520, 521	12
- модель RI-101	12

Детекторы флуориметрические FLD-3100, FLD-3400RS

Диапазон длины волны возбуждения/эмиссии, нм (при установке второго ФЭУ (Dual-PTM))	от 200 до 630(880)/ от 220 до 650(900)
Соотношение сигнал : шум Рамановского спектра рассеяния воды, не менее	550:1
Предел детектирования по антрацену, г/см ³ , не более	1·10 ⁻¹²
Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения параметров выходного сигнала хроматографа с флуориметрическим детектором, %, не более:	
при автоматическом дозировании	
– площади пика	2
– времени удерживания	1
при ручном дозировании	
– площади пика	4
– времени удерживания	1,5
Пределы допускаемых значений относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа с флуориметрическим детектором, %, не более:	
при автоматическом дозировании	
– площади пика	± 2
– времени удерживания	± 1
при ручном дозировании	
– площади пика	± 4
– времени удерживания	± 1,5
Потребляемая мощность, Вт	150
Габаритные размеры, мм, не более	160x420x520
Масса, кг, не более	18

Детекторы заряженного аэрозоля Corona CAD, Corona ultra RS, Corona Veo

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (скорость подачи элюента (вода или метанол/вода 20/80) 1 мл/мин) А, не более	1·10 ⁻¹²
--	---------------------

Предел детектирования по глюкозе, г/см ³ , не более	1·10 ⁻⁷
Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения параметров выходного сигнала хроматографа с детектором заряженного аэрозоля, %, не более:	
при автоматическом дозировании	
– площади пика	5
– времени удерживания	1
Пределы допускаемых значений относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа с детектором заряженного аэрозоля, %, не более:	
при автоматическом дозировании	
– площади пика	± 6
– времени удерживания	± 1,5
Потребляемая мощность, Вт, не более	500
Габаритные размеры, мм, не более:	
- Corona CAD	520x230x286
- Corona Ultra RS	430x360x200
- Corona Veo	229x445x559
Масса, кг, не более	12,3

Детекторы электрохимические ECD-3000RS, Coulochem

	ECD-3000RS	Coulochem
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (скорость подачи элюента (воды) 1 мл/мин) (фильтр 2 с, постоянно-ковый режим) А, не более	0,75·10 ⁻¹²	0,75·10 ⁻¹²
Дрейф нулевого сигнала (скорость подачи элюента (воды) 1 мл/мин) после прогрева, А/час, не более	50·10 ⁻¹²	100·10 ⁻¹²
Диапазон потенциалов, мВ	от минус 3300 до плюс 3300	от минус 2000 до плюс 2000
Предел детектирования по фенолу, г/см ³ , не более		5·10 ⁻⁸
Предел допускаемых значений относительного среднего квадратического отклонения параметров выходного сигнала хроматографа с электрохимическим детектором, %, не более:		
при автоматическом дозировании		
– площади пика		3
– времени удерживания		1
при ручном дозировании		
– площади пика		5
– времени удерживания		1,5
Пределы допускаемых значений относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа с электрохимическим детектором, %, не более:		
при автоматическом дозировании		
– площади пика		± 5
– высоты пика		± 2
при ручном дозировании		
– площади пика		± 8

– высоты пика		± 3
Потребляемая мощность, Вт, не более		100
Габаритные размеры, мм, не более	190x420x510	268x230x495
Масса, кг, не более	12,5	6,7

Условия эксплуатации (для хроматографа, предназначенного для эксплуатации в закрытых помещениях):

- температура окружающего воздуха, °С	от плюс 15 до плюс 40
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7
- относительная влажность воздуха, %	от 20 до 90
- напряжение питающей сети переменного тока, В	220 ± 33
- частота питающей сети, Гц	50 ± 1

Условия эксплуатации (для хроматографа, установленного в защитном корпусе):

- температура окружающего воздуха, °С	от плюс 4 до плюс 40 (плюс 50*)
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7
- относительная влажность воздуха, %	от 0 до 100 с конденсацией
- напряжение питающей сети переменного тока, В	220 ± 33
- частота питающей сети, Гц	50 ± 1

*В случае если в комплект защитного корпуса включен кондиционер.

Знак утвержденного типа

наносится на корпус прибора в виде наклейки и на титульный лист руководства по эксплуатации хроматографа методом компьютерной графики или типографским способом.

Комплектность средства измерений

Комплектность поставки хроматографов жидкостных Dionex UltiMate 3000 по технической документации фирмы "Thermo Fisher Scientific Inc.", включает:

- детекторы (по заказу):
 - спектрофотометрический VWD 3100 или VWD 3400RS;
 - спектрофотометрический многоволновой MWD 3000 или MWD 3000 RS;
 - на диодной матрице DAD-3000 или DAD-3000RS;
 - рефрактометрический модель RI-101, RefractoMax 520 или 521;
 - флуориметрический детектор FLD3100 или FLD 3400RS;
 - детектор заряженного аэрозоля Corona CAD или Corona ultra RS, или Corona Veo;
 - электрохимический детектор ECD-3000RS или Coulochem;
- монитор электропроводности и pH-PCM-3000 (по заказу);
- термостат колонок TCC-3000RS, TCC-3000SD (по заказу);
- автосамплер WPS 3000, ACC 3000 или ручной инжектор (по заказу);
- насосы: ISO, LPG, DGP, HPG, NCS, NCP (по заказу);
- защитный корпус Integral с корпусами для хроматографа АЕ и размещения жидкостей LE (по заказу);
 - блок управления потоками проб SS (по заказу);
 - блок автоматической подготовки проб SP (по заказу);
 - программное обеспечение Chromeleon;
 - руководство по эксплуатации;
 - методика поверки.

Поверка

осуществляется по документу МП 57678-14 "Инструкция. Хроматографы жидкостные Dionex UltiMate 3000. Методика поверки", разработанному и утвержденному ФГУП "ВНИИМС" 27 марта 2014 г. и входящему в комплект поставки.

Основные средства поверки:

- МСО 0390:2002 состава глюкозы;
- ГСО-8749-2006 состава антрацена в ацетонитриле;
- ГСО 7346-96 состава фенола.
- ГСО 10111-2012 массовой доли глицерина в водном растворе.

Сведения о методиках (методах) измерений

нет.

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к хроматографам жидкостным Dionex UltiMate 3000

техническая документация фирмы "Thermo Fisher Scientific", США, Германия, фирмы "Dionex Softron GmbH", Германия.

Рекомендации по областям применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений

- при осуществлении ветеринарной деятельности;
- при осуществлении деятельности в области охраны окружающей среды;
- при осуществлении производственного контроля за соблюдением установленных законодательством Российской Федерации требований промышленной безопасности к эксплуатации опасного производственного объекта;
- при выполнении работ по оценке соответствия промышленной продукции и продукции других видов, а также иных объектов установленным законодательством Российской Федерации обязательным требованиям;

Изготовитель

Фирма "Thermo Fisher Scientific (San Jose)", США

Адрес: 355 River Oaks Parkway

San Jose, CA 95134-1991, USA

Телефон: 1-408-965-6552, факс: 1-408-965-6552

Фирма "Dionex Softron GmbH", Германия

Адрес: Dornierstrasse 4, 82110 Germering, Germany

Телефон: +49-89-89468-0, факс: +49-89-89468-200

info@dionex-softron.de, www.dionex-softron.de

Заявитель

Московское представительство фирмы "Абакус Аналитические системы ГмбХ" (Германия), г. Москва.

Адрес: 127106, г. Москва, Гостиничный проезд, 4Б, офис 413.

Телефон: 495-726-55-40, факс: 495-726-55-41.

www.abacus-lab.ru

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

Ф.В. Булыгин

М.п. "___" _____ 2014 г.