

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Хромато-масс-спектрометры жидкостные LCMS-9030

Назначение средства измерений

Хромато-масс-спектрометры жидкостные LCMS-9030 (далее – хромато-масс-спектрометры) предназначены для количественного определения следовых количеств анализируемых веществ в сложных матрицах (метаболитов и лекарственных препаратов в биологических пробах), контроля качества и безопасности фармацевтических препаратов, пищевых продуктов, объектов окружающей среды, проведения криминалистических, допинговых исследований.

Описание средства измерений

Хромато-масс-спектрометры жидкостные LCMS-9030 состоят из высокоэффективного жидкостного хроматографа (LC-20 Prominence, Prominence, LC-30 NEXERA, Prominence-i, Nexera-i) и гибридного квадруполь/времяпролетного масс-спектрометрического детектора.

Объединение сверхбыстрого квадруполь (Q) с времяпролетным анализатором масс высокого разрешения (TOF) обеспечивает высокий уровень разрешения по массам и точное определение молекулярной массы.

Принцип действия жидкостных хромато-масс-спектрометров заключается в ионизации компонентов пробы, поступающей из хроматографа, последующем разделении ионов и их детектировании.

Проба, поступающая из жидкостного хроматографа, ионизируется при атмосферном давлении либо в режиме «электроспрей», либо в режиме химической ионизации при атмосферном давлении (источник APCI). В стандартном исполнении хромато-масс-спектрометры LCMS-9030 комплектуются источником ионизации «электроспрей» (ESI), масс-спектрометр может также оснащаться опционально источником химической ионизации при атмосферном давлении (APCI) и комбинированным источником ионизации DUIS. Применение комбинированного источника ионизации дает возможность одновременно ионизировать пробы в режимах «электроспрей» и «химическая ионизация».

Конструкция источников ионизации позволяет быстро заменить один источник на другой. На источниках ионизации всех типов (ESI, APCI, DUIS) можно установить систему ввода калибровочного стандарта (CDS). При этом используется отдельный ионизационный капилляр, который функционирует независимо от основного ионизационного капилляра. Благодаря этому калибровочный стандарт можно вводить в масс-спектрометр в любое время, при этом нет необходимости менять линии подачи растворов, и нет риска загрязнения основной аналитической линии.

Ионизированный образец через расположенную под углом 90° относительно распылителя линию десольватации (DL) вводится в первую вакуумную камеру, где фокусируется на кончике скиммера при помощи устройства Qarray с многостадийно расположенными высокочастотными направляющими для ионов. Задняя часть скиммера проходит через высокочастотные направляющие для ионов (мультиполи), расположенные во второй и третьей вакуумных камерах.

Затем ионы разделяются в соответствии с их отношением массы к заряду (m/z) при помощи квадрупольного фильтра масс с префильтром и соударительной ячейкой. Накопление ионов в ячейке соударительной диссоциации, синхронизированное с короткими циклами измерений, обеспечивает высокий уровень чувствительности масс-спектрометрического детектора. Далее ионы разделяются при помощи времяпролетного (TOF) анализатора в соответствии с их отношением массы к заряду (m/z), а затем регистрируются детектором. Времяпролетный анализатор имеет функцию точного контроля температуры за счет чего снижается необходимость в частой калибровке масс-спектрометра.

Сигналы с детектора обрабатываются программой обработки данных LabSolutions LCMS.

Масс-спектрометр комплектуется двумя турбомолекулярными насосами. Турбомолекулярный насос с тремя входами откачивает три секции квадрупольного масс-спектрометра, а турбомолекулярный насос с одним входом откачивает секцию времяпролетного (TOF) анализатора. Все вакуумные насосы управляются программой LabSolutions LCMS.

Жидкостный хроматограф комплектуется насосом для подачи подвижной фазы серии LC-40 (модификации LC-40D, LC-40B XR, LC-40D XR, LC-40B X3, LC-40D X3, LC-40D XS), устройством ввода пробы, термостатом для аналитических колонок. Дополнительно хромато-масс-спектрометр LCMS-9030 может комплектоваться спектрофотометрическим детектором SPD-20A/SPD-20AV или диодно-матричным SPD-M20A/SPD-M30A.

Программное обеспечение LabSolutions LCMS позволяет управлять всеми режимами работы жидкостного хроматографа и масс-спектрометра, включая режимы измерений MS, MRM и MS/MS. Для режимов MRM и MS/MS, пользователь имеет возможность полностью настраивать параметры измерений.

Общий вид хромато-масс-спектрометров жидкостных LCMS-9030 приведен на рис.1.
Пломбирование хромато-масс-спектрометров не предусмотрено.



Рисунок 1 - Общий вид хромато-масс-спектрометра жидкостного LCMS-9030

Программное обеспечение

Уровень защиты встроенного программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений в соответствии с Р 50.2.077-2014 – «высокий».

Влияние программного обеспечения хромато-масс-спектрометров жидкостных LCMS-9030 учтено при нормировании метрологических характеристик.

Таблица 1 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSolutions
Номер версии (идентификационный номер ПО)	не ниже 5.95
Цифровой идентификатор ПО	-
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	-

Метрологические и технические характеристики

Таблица 2 – Метрологические характеристики хромато-масс-спектрометров жидкостных LCMS-9030

Наименование характеристики	Значение
Диапазон массовых чисел, а.е.м.:	
- квадрупольный анализатор масс	от 10 до 2000
- времяпролетный анализатор масс	от 10 до 40000
Чувствительность (отношение сигнал/шум), не менее:	
- при дозировании 1 пг резерпина в режиме «электроспрей», положительная ионизация, режим MS/MS	3000 : 1
- при дозировании 1 пг левомецетина в режиме «электроспрей», отрицательная ионизация, режим MS/MS	3000 : 1
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала (электроспрей, положительная ионизация при дозировании 5 пг резерпина или 10 пг левомецетина, отрицательная ионизация), %:	
- по площади пика	7
- по времени удерживания	1

Таблица 3 – Метрологические характеристики спектрофотометрических детекторов на диодной матрице SPD-M20A/SPD-M30A

Наименование характеристики	Значение
Диапазон длин волн, нм:	
- детектор SPD-M20A	от 190 до 800
- детектор SPD-M30A	от 190 до 700
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (250 нм, пост. времени 2 с, вода 1 мл/мин), е.о.п, не более:	
- детектор SPD-M20A	$5 \cdot 10^{-5}$
- детектор SPD-M30A	$4 \cdot 10^{-6}$
Дрейф нулевого сигнала (250 нм, пост. времени 2 с, вода 1мл/мин), е.о.п/ч, не более:	
- детектор SPD-M20A	$2 \cdot 10^{-3}$
- детектор SPD-M30A	$5 \cdot 10^{-4}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором SPD-M20A/SPD-M30A при автоматическом дозировании 10 мкл контрольного раствора кофеина (10 мг/дм^3), %:	
- по площади и высоте пика	
- детектор SPD-M20A	1,5
- детектор SPD-M30A	1
- по времени удерживания	
- детектор SPD-M20A	1
- детектор SPD-M30A	0,5
Предел детектирования по кофеину, г/см ³	
- детектор SPD-M20A	$3 \cdot 10^{-9}$
- детектор SPD-M30A	$2 \cdot 10^{-9}$

Таблица 4 – Метрологические характеристики спектрофотометрических детекторов SPD-20A/SPD-20AV

Наименование характеристики	Значение
Диапазон длин волн, нм: - детектор SPD-20A	от 190 до 700
- детектор SPD-20AV	от 190 до 900
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (250 нм, пост. времени 2 с, вода 1мл/мин), е.о.п, не более: - детектор SPD-20A/SPD-20AV	$1 \cdot 10^{-5}$
Дрейф нулевого сигнала е.о.п/ч при 250 нм, не более: - детектор SPD-20A/SPD-20AV	$2 \cdot 10^{-4}$
Предел детектирования по кофеину, г/см ³	$3 \cdot 10^{-9}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа с детектором SPD-20A/SPD-20AV при автоматическом дозировании 10 мкл контрольного раствора кофеина (10 мг/дм ³), %: - по площади и высоте пика	1,5
- по времени удерживания	1

Таблица 5 – Основные технические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Напряжение электрического питания: - напряжение переменного тока, В	230
- частота переменного тока, Гц	50
Условия эксплуатации: - температура окружающей среды, °С	от +18 до +28
- относительная влажность (без конденсации), %	от 20 до 70
Примечание – Потребляемая мощность, габаритные размеры и масса в зависимости от комплектации.	

Знак утверждения типа

наносится на лицевую панель прибора и (или) руководство по эксплуатации в виде штампа.

Комплектность средства измерений

Таблица 6 – Комплектность средства измерений

Наименование	Обозначение	Количество
Хромато-масс-спектрометр жидкостный	LCMS-9030	1 шт.
Высокоэффективные жидкостные хроматографы	LC-20 Prominence, Prominence, LC-30NEXERA, Prominence-i, Nexera-i	по заказу
Спектрофотометрические детекторы	SPD-20A/SPD-20AV	по заказу
Спектрофотометрические детекторы на диодной матрице	SPD-M20A/SPD-M30A	по заказу
Насосы	серии LC-40 (модификации LC-40D, LC-40B XR, LC-40D XR, LC-40B X3, LC-40D X3, LC-40D XS)	по заказу

Продолжение таблицы 6

Наименование	Обозначение	Количество
Колонки хроматографические	Shim-pack VP-ODS (150 мм x 2,0 мм, 5 мкм), Shim-pack XR-ODSII (50 мм x 2,0 мм) Shim-pack XR-ODSII (50 мм x 2,0 мм),	1 шт. (по заказу)
Руководство по эксплуатации	-	1 экз.
Методика поверки	МП 205-07-2020	1 экз.

Поверка

осуществляется по документу МП 205-07-2020 «Хромато-масс-спектрометры жидкостные LCMS-9030. Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМС» 26 марта 2020 г.

Основные средства поверки:

- ГСО 10165-2012 состава левомецитина.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

Знак поверки наносят на боковую поверхность хромато-масс-спектрометра в виде наклейки.

Сведения о методиках (методах) измерений

отсутствуют, измерения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений выполняют по аттестованным методикам.

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к хромато-масс-спектрометрам жидкостным LCMS-9030

Техническая документация фирмы-изготовителя «SHIMADZU CORPORATION», Япония

Изготовители

Фирма «SHIMADZU CORPORATION», Япония

Адрес: 1, Nishinokyo Kuwabara-cho, Nakagyo-ku, Kyoto, 604-8511, Japan

Web-сайт: www.shimadzu.ru

Фирма «SHIMADZU U.S.A. MANUFACTURING, INC.», США

Адрес: 900 SE 4th Ave., Canby, Oregon 97013 U.S.A

Web-сайт: www.shimadzu.ru

Заявитель

Фирма «SHIMADZU EUROPA GmbH», Германия

Адрес: Albert-Hahn-Strasse 6-10, D-47269 Duisburg F.R.G.

Web-сайт: www.shimadzu.ru

Испытательный центр

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы»

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 09.02.2018 г.

Заместитель

Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

А.В. Кулешов

М.п.

« ____ » _____ 2020 г.