

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ИЦ ФГУП "ВНИИМС"

В.Н.Яншин



"27"

марта

2014 г.

ИНСТРУКЦИЯ

ХРОМАТОГРАФЫ ЖИДКОСТНЫЕ

Dionex UltiMate 3000

Методика поверки

Москва 2014 г.

Настоящая инструкция распространяется на хроматографы жидкостные Dionex UltiMate 3000 со спектрофотометрическими детекторами с переменной длиной волны VWD-3100, VWD-3400RS, со спектрофотометрическими детекторами многоволновыми MWD-3000, MWD-3000RS, с детекторами на диодной матрице DAD-3000, DAD-3000RS, рефрактометрическими детекторами RI-101, RefractoMax 520, 521, флуориметрическими детекторами FLD-3100, FLD-3400RS, детекторами заряженного аэрозоля Corona CAD, Corona ultra RS, Corona Veo, электрохимическими детекторами ECD-3000RS, Coulochem фирмы "Thermo Fisher Scientific (San Jose)", США, фирмой "Dionex Softron GmbH", Германия. (далее – хроматографы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методических указаний	Обязательное проведение операции	
		при эксплуатации	после ремонта
Внешний осмотр	4.1	да	да
Опробование – определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	4.2	да	да
	4.2.1	да	да
– определение дрейфа нулевого сигнала	4.2.2	да	да
– определение предела детектирования	4.2.3	да	да
– определение отношения сигнал/шум флуориметрического детектора для Рамановского спектра дистиллированной воды	4.2.4	да	да
Определение метрологических характеристик: – определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	4.3	да	да
	4.3.1 – 4.3.4	да	да
– определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	4.3.5 – 4.3.6	да	да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Контрольные вещества:

- ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле, 0,2 мг/см³;
- ГСО 7346-96 состава фенола в этаноле, 1 мг/см³;
- МСО 0390:2002 состава водного раствора глюкозы, 100,00 ммоль/дм³;
- ГСО 10111-2012 состава глицерина в воде с массовой долей 5%, комплект СТГ-1;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- вода деионизированная, ГОСТ 25661-83;

- капилляр РЕЕК, внутренний диаметр 0,25 мм, длиной 6 м;
- капилляр РЕЕК, вн. диаметр 0,075 мм, длиной 0,3 м;
- фитинг с ферулой 10-32, 1/4" - 4 шт.
- соединитель 10-32.

Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей инструкции.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	25 ± 5
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7
- относительная влажность воздуха, %	от 30 до 90
- напряжение переменного тока, В	220 ± 22
- частота сети, Гц	50 ± 1

3.2 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

3.2.1 Хроматографы готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

Устанавливают между инжектором и детектором регулятор давления (около 70 бар), состоящий из двух капилляров, соединенных вместе. В качестве регулятора давления можно использовать капилляры, входящие в набор для ОQ/PQ соответствующих детекторов. Устанавливают скорость потока подвижной фазы 1 мл/мин. Перед включением детекторов хроматографическую систему промывают подвижной фазой не менее 10 мин.

3.2.2 Источник света абсорбционных детекторов VWD-3100, VWD-3400RS, MWD-3000, MWD-3000RS, DAD-3000 и DAD-3000RS включают за 6 часов до начала поверки.

3.2.3 Флуориметрические детекторы FLD-3100 и FLD-3400RS включают за 30 мин до начала поверки.

3.2.4 Включают рефрактометрические детекторы модели RI-101, RefractoMax 520 и RefractoMax 521 и устанавливают требуемый режим, промывают рабочую и сравнительную ячейки за 1 час до начала поверки.

3.2.5 Детекторы заряженного аэрозоля включают в следующей последовательности: устанавливают значение давления потока газа 2,41 бара (35 psi ± 1); через 5 мин включают насос и промывают систему в течение 15 мин, не подсоединяя ее к детектору. Затем подсоединяют детектор к системе и дают поработать не менее часа перед процедурой поверки.

3.2.6 Включают электрохимические детекторы, устанавливают требуемый режим и дают проработать не менее часа.

3.2.7 Для приготовления подвижной фазы используют деионизированную воду. Подвижную фазу дегазируют.

3.3 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы, назначение и содержание анализируемых компонентов в которых приведены в таблице 2. Процедура приготовления контрольных растворов приведена в приложении 1.

Таблица 2

Контрольный раствор	Массовая концентрация мг/дм ³	Объем пробы, мкл	Элюент	Скорость потока элюента, см ³ /мин	Детектор, режим
Антрацен в ацетонитриле	1	20	Ацетонитрил : вода 4:1	1	Спектрофотометрический с переменной длиной волны VWD-3100, VWD-3400. Спектрофотометрический многоволновой MWD-3000, MWD-3000RS. Длина волны 254 нм, постоянная времени 1с. Диодноматричный детектор DAD-3000, DAD-3000RS. Длина волны 254 нм, постоянная времени 2 с.
Глицерин в воде	20	20	Ацетонитрил : вода 4:1	1	Рефрактометрические модели RI-101, RefractoMax 520, RefractoMax 521. Температура ячейки 35° С. Постоянная времени 1с
Антрацен в ацетонитриле	0,1	20	Ацетонитрил : вода 4:1	1	Флуориметрические FLD-3100, FLD-3400RS. Длина волны возбуждения 250 нм, длина волны испускания 400 нм, постоянная времени 2с.
Фенол в воде	0,5	20	Ацетонитрил : вода : фосфорная кислота 30:69,8: 0,2	1	Электрохимические ECD 3000RS, Coulochem Амперометрическая ячейка со стеклоглеродным (GC) электродом, E=500 mV, постоянная времени 5с.
Глюкоза в воде	20	20	Ацетонитрил : вода 1:4	1	Детекторы заряженного аэрозоля Corona CAD, Corona ultra RS, Corona Veo. Температура испарителя 35 °С, постоянная времени 5с.

4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие протечек жидкостного тракта хроматографа.

4.2 Опробование

При опробовании проводят определение уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования отношения сигнал/шум Рамановского спектра воды для флуориметрического детектора.

Для проверки шума и дрейфа электрохимических детекторов отсоединяют детектор от хроматографической системы и устанавливают на нем имитатор ячейки.

Для сбора данных используют OQ/PQ шаблоны ПО Chromeleon, входящего в комплект поставки хроматографа.

4.2.1 Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала определяют при условиях, указанных в таблице 3. Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала измеряют в динамическом режиме в течение 30 мин.

4.2.2 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (ΔX) принимают равным амплитуде (h) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд. Пример расчета значений шума и дрейфа приведен в приложении 2.

Таблица 3

	Детектор						
	Спектрофотометрический с переменной длиной волны VWD-3100, VWD-3400	Спектрофотометрический MWD-3000, MWD-3000RS, на диодной матрице DAD-3000, DAD-3000 RS	Рефрактометрический модель RI-101, RefractoMax 520, RefractoMax 521	Флуориметрический FLD-3100, FLD-3400RS	Заряженного аэрозоля Corona CAD, Corona ultra RS, Corona Veo	Электрoхимический ECD-3000RS, Coulochem	
Элюент	вода	вода	вода	вода	вода	Пустая ячейка (имитатор ячейки)*	
Скорость потока элюента, см ³ /мин	1	1	1 (температура ячейки 35 °C)	1	1	1	
Длина волны, нм	254	254	–	Возбужд 350 Эмиссии 400	–	–	
Постоянная времени, сек	1	2	1	2	5	5	
Температура испарительной трубки	–	–	–	–	35 °C	–	

* после определения значений шума и дрейфа устанавливаются стеклоглеродный(GC) электрод.

Полученные значения не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Детектор	Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (peak to peak)	Дрейф нулевого сигнала
Спектрофотометрический с переменной длиной волны VWD-3100, VWD-3400	$5 \cdot 10^{-5}$ е.о.п.	$3 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./час
На диодной матрице DAD-3000, DAD-3000 RS Спектрофотометрический MWD-3000, MWD-3000RS	$1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п.	$1 \cdot 10^{-3}$ е.о.п./час
Рефрактометрический модель RI-101, RefractoMax 520, RefractoMax 521	$5 \cdot 10^{-8}$ ед.рефр	$2,5 \cdot 10^{-6}$ ед.рефр./час
Заряженного аэрозоля Corona CAD, Corona ultra RS, Corona Veo	$1 \cdot 10^{-12}$ А	$1 \cdot 10^{-10}$ А/час
Электрохимический ECD-3000RS Coulochem	$2 \cdot 10^{-12}$ А $0,75 \cdot 10^{-12}$ А	$5 \cdot 10^{-11}$ А/час $1 \cdot 10^{-10}$ А/час

4.2.3 Определение предела детектирования

Определение предела детектирования и метрологических характеристик выполняют на хроматографе, укомплектованном соответствующим детектором с ячейкой и хроматографической колонкой.

Предел детектирования определяют с использованием контрольных веществ и условий, указанных в таблице 2.

В хроматограф вводят пробу контрольного вещества, определяют высоту и ширину пика на половине его высоты ($\mu_{0,5}$).

Предел детектирования рассчитывают по формуле

$$C_{\text{мин.}} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot G}{H \cdot \mu_{0,5} \cdot V},$$

где $G_{\text{мин.}}$ – количество контрольного вещества, г;

$$G = C \cdot V_{\text{доз.}},$$

где C – массовая концентрация контрольного вещества, г/дм³;
 $V_{\text{доз.}}$ – объем введенной пробы контрольного вещества, дм³;

V – скорость потока элюента, см³/мин;

$\mu_{0,5}$ – ширина пика на половине высоты, мин;

Δx – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, определенный до ввода контрольного вещества;

H – высота пика контрольного вещества;

ΔX и H – измеряют в мм, условных единицах, мВ, единицах шкалы, либо в единицах, указанных в таблице 4.

Полученные результаты не должны превышать приведенных ниже значений предела детектирования (таблица 5).

Таблица 5

Детектор	Предел детектирования
Спектрофотометрический с переменной длиной волны VWD-3100, VWD-3400RS	$1 \cdot 10^{-9}$ г/см ³ антрацена
На диодной матрице DAD-3000, DAD-3000RS	$2 \cdot 10^{-9}$ г/см ³ антрацена
Спектрофотометрический MWD-3000, MWD-3000RS	$2 \cdot 10^{-9}$ г/см ³ антрацена
Рефрактометрический модель RI-101, RefractoMax 520, RefractoMax 521	$1 \cdot 10^{-6}$ г/см ³ глицерина
Заряженного аэрозоля Corona CAD, Corona ultra RS, Corona Veo	$1 \cdot 10^{-7}$ г/см ³ глюкозы
Электрохимический ECD-3000RS, Coulochem	$5 \cdot 10^{-8}$ г/см ³ фенола

4.2.4 Определение сигнал/шум флуориметрического детектора для Рамановского спектра воды.

Отношение сигнал/шум флуориметрического детектора для Рамановского спектра рассеяния дистиллированной воды определяют при длине волны возбуждения 350 нм и эмиссии 397 нм.

Отключают колонку, заменяют водой подвижную фазу в системе ВЭЖХ, если подвижная фаза (ПФ) не смешивается с водой, то сначала заменяют ПФ промежуточным растворителем, который смешивается с ПФ и водой. Затем заменяют этот растворитель водой, промывают автосамплер (инжектор) и насос. Соединяют регулятор давления, инжектор и детектор при помощи капилляров и фитингов, входящих в комплект поставки.

Устанавливают скорость потока элюента 1 мл/мин или 0,25 мл/мин для микроячейки.

В ПО Chromeleon 7.X выбирают меню TOOLS, далее INSTRUMENT Qualification для флуориметрического детектора (FLD). После этого в программе создается последовательность операций: прогрев детектора и снятие Рамановского спектра воды. По окончании регистрации спектра генерируется отчет для хроматограммы FLuorescence_Det_SNR. Для получения отношения сигнал/шум используют отчет PQ_OQ_Report_XX, где XX версия шаблона (например, 8_4), и выбирают соответствующую страницу отчета FL_DET_SNR.

Для ПО Chromeleon 6.X проводят аналогичную процедуру, предварительно установив диск с шаблонами в дисковод компьютера.

Полученное значение отношения сигнал/шум должно быть не менее 550 : 1.

4.3 Определение метрологических характеристик

4.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения параметров выходного сигнала.

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим. Условия выполнения измерений должны соответствовать приведенным в разделе 3.

4.3.2 Контрольный раствор (табл.2.) вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходных сигналов (высот, площадей пиков и времен удерживания) и вычисляют их среднее арифметическое значение.

4.3.3 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}},$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания).

4.3.4 Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади и времени удерживания), %, не должны превышать данных, приведенных в таблице 6.

Таблица 6

Детектор	При автоматическом дозировании		При ручном дозировании	
	по площадям пиков	по времени удерживания	по площадям пиков	по времени удерживания
Спектрофотометрический с переменной длиной волны VWD-3100, VWD-3400RS	1	1	2	1,5
На диодной матрице DAD-3000, DAD-3000RS Спектрофотометрический MWD-3000, MWD-3000RS	1	1	2	1,5
Рефрактометрический модель RI-101, RefractoMax 520, RefractoMax 521	2	1	3	1,5
Флуориметрический FLD-3100, FLD-3400RS	2	1	4	1,5
Зараженного аэрозоля Corona CAD, Corona ultra RS, Corona Veo	5	1	8	1,5
Электрохимический ECD-3000RS, Coulochem	3	1	5	1,5

4.3.5 Определение относительного изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы.

Условия измерений аналогичны, описанным в разделе 3. Проводят операции, описанные в п.4.3.2. Через 8 часов непрерывной работы повторяют измерения по п.4.3.2.

Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{|\bar{X}_t - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100.$$

4.3.6 Значения относительного изменения выходных сигналов не должны превышать значений, приведенных в таблице 7.

Таблица 7

Детектор	При автоматическом дозировании		При ручном дозировании	
	по площадям пиков	по времени удерживания	по площадям пиков	по времени удерживания
Спектрофотометрический с переменной длиной волны VWD-3100, VWD-3400RS	2	2	3	2
Сектрофотометрический MWD-3000, MWD-3000RS	1	1	2	1,5
На диодной матрице DAD-3000, DAD-3000RS	2	2	3	2
Рефрактометрический модель RI-101, RefractoMax 520, RefractoMax 521	5	2,5	6	3
Флуориметрический FLD-3100, FLD-3400RS	2	1	4	1,5
Зараженного аэрозоля Corona CAD, Corona ultra RS, Corona Veo	6	1,5	8	1,5
Электрохимический ECD-3000RS, Coulochem	5	2	8	3

5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол.

При использовании системы обработки данных "Chromeleon" протоколы с результатами поверки формируются автоматически.

5.2 Положительные результаты поверки хроматографов оформляют выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006.

5.3 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Хроматографы изымаются из обращения. Свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

5.4 После ремонта хроматографы подвергают поверке.

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС"



О.Л.Рутенберг

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ

Методика предназначена для приготовления водных растворов фенола и глюкозы, а также раствора антрацена в подвижной фазе.

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле, 0,2 мг/см³.
- 1.2 МСО 0389:2002 состава водного раствора глюкозы, 100,00 ммоль/дм³.
- 1.3 ГСО 7346-96 состава фенола в этаноле, 1 мг/см³.
- 1.4 ГСО 10111-2012 состава глицерина в воде с массовой долей 5 %, комплект СТГ-1.
- 1.5 Колбы мерные наливные 2–100–2, 2–50–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770-74.
- 1.6 Пипетки градуированные 1–2–2–0,5, 1–2–2–5, 1–2–2–2, по ГОСТ 29227-91 (I).
- 1.7 Стаканы В–1–50ТС по ГОСТ 25336-82.
- 1.8 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.
- 1.9 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии ТУ 6-09-14-2167-84.
- 1.10 Весы лабораторные 2 кл. ВЛР-200 или аналог.

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1 Приготовление контрольных растворов антрацена

2.1.1 Приготовление контрольного раствора № 1 с массовой концентрацией антрацена 1,0 мг/дм³ в подвижной фазе.

0,5 см³ ГСО состава антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 0,2 мг/см³ (200 мг/дм³) градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки раствором подвижной фазы (ацетонитрил : вода с объемным отношением 80 : 20).

Погрешность приготовления контрольного раствора № 1 $\pm 1,5$ %.

Контрольный раствор № 1 используют для определения предела детектирования и метрологических характеристик спектрофотометрических детекторов VWD 3100, VWD 3400RS, MWD 3000, MWD 3000RS, DAD 3000 и DAD 3000RS

2.1.2 Приготовление контрольного раствора № 2 с массовой концентрацией антрацена 0,1 мг/дм³ в подвижной фазе.

5 см³ раствора № 1 с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³ градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят объем до метки раствором подвижной фазы (ацетонитрил : вода с объемным отношением 80 : 20).

Погрешность приготовления контрольного раствора № 2 $\pm 1,5$ %.

Контрольный раствор № 2 используют для определения предела детектирования и метрологических характеристик флуориметрического детектора FLD 3100 и FLD 3400RS.

2.2. Приготовление контрольного раствора № 3 с массовой концентрацией глюкозы 20 мг/дм³

1,1 см³ МСО раствора глюкозы пипеткой вместимостью 2 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой.

Относительная погрешность приготовления контрольного раствора № 3 $\pm 1,5$ %.

Контрольный раствор № 3 используют для определения предела детектирования и метрологических характеристик детектора заряженного аэрозоля Corona CAD, Corona Ultra и Corona Veo.

2.3 Приготовление контрольного раствора № 4 с массовой концентрацией фенола 0,5 мг/дм³ в элюенте.

2.3.1 1 см³ раствора фенола в этаноле отбирают пипеткой вместимостью 1 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки элюентом (ацетонитрил : вода : фосфорная кислота 30:69,8: 0,2) тщательно перемешивают.

2.3.2 5 см³ раствора, полученного по п. 2.3.1, переносят пипеткой вместимостью 5 см³ в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки элюентом (ацетонитрил : вода : фосфорная кислота 30:69,8: 0,2).

Относительная погрешность приготовления контрольного раствора № 4 $\pm 1,5$ %.

Контрольный раствор № 4 используют для определения предела детектирования и метрологических характеристик электрохимического детектора ECD 3000RS и Coulochem.

2.4 Приготовление контрольного раствора № 5 с массовой концентрацией глицерина 20 мг/дм³ в воде.

2.4.1 Навеску водного раствора глицерина с массовой долей 5 % массой 1 г вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

2.4.2 4 см³ раствора полученного по п. 2.4.1 мерной пипеткой вместимостью 5 мл переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки и тщательно перемешивают.

Относительная погрешность приготовления контрольного раствора № 5 $\pm 1,5$ %.

Контрольный раствор № 5 используют для определения предела детектирования и метрологических характеристик рефрактометрического детектора модели RI-101, 520 и 521.

ПРИМЕР РАСЧЕТА ШУМА И ДРЕЙФА

Данное приложение предназначено для упрощения и автоматизации процедуры расчета шума и дрейфа

1 Процедуру сбора данных для расчета шума и дрейфа производят без инъекции, для этого в программе Chromelon в очереди устанавливают тип образца как Blank (Бланк) вместо Unknown (неизвестный).

2. В Программе Chromelon, выбирают хроматограмму, для которой ведется расчет шума и дрейфа, далее в окошке Result выбирают вкладку Summary и добавляют новую колонку, нажав правую кнопку мыши (рис 1).

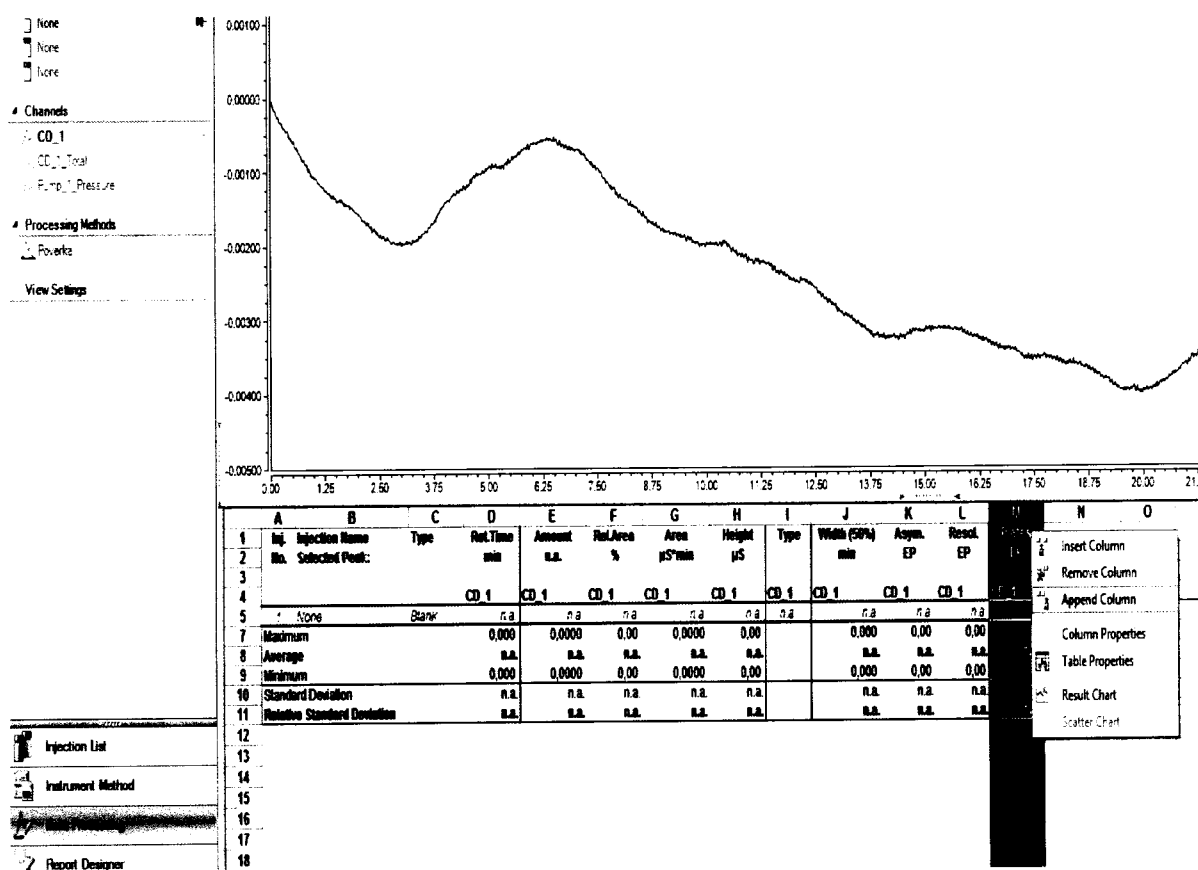


Рис. 1 Окно Summary

2.1 Добавляют характеристики для расчета дрейфа согласно рис. 2.

Выберите категорию Chromatogram и переменную Signal Drift

Укажите диапазон не менее 30 мин для сбора данных нажмите ОК в обоих окнах

Добавьте несколько нулей после запятой для получения значащих результатов в графе формат

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
1	Inj.	Injection Name	Type	Ret. Time	Amount	Rel. Area	Area	Height	Type	Width (50%)	Asym.	Resol.	Plates	EP
2	No.	Selected Peak:		min	n.a.	%	$\mu\text{S}^2/\text{min}$	μS		min	EP	EP		
3			CD 1											
4		None	Blank	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
7	Minimum			0,000	0,0000	0,00	0,0000	0,00		0,000	0,00	0,00		
8	Average			n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.		n.a.	n.a.	n.a.		
9	Minimum			0,000	0,0000	0,00	0,0000	0,00		0,000	0,00	0,00		
10	Standard Deviation			n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.		n.a.	n.a.	n.a.		

Рис. 2 Настройка расчета дрейфа в интервале 30 минут

2.2 Аналогично п.2.1. добавляют колонки для расчета шума с окном 20 секунд (указан интервал 1,-1,33 мин), повторяют процедуру, указанную на рис. 3 не менее 5 раз, сдвигая окно шума на 20 секунд.

Compute noise in...

time range used during peak detection

custom time range

from 1,000 min. to 1,333 min.

Reset to Defaults OK Cancel

	K	L	M	N	O	P
Asym.	Resol.	Plates	Drift			
EP	EP	EP	$\mu\text{S}/\text{min}$			
D 1	CD 1	CD 1	CD 1			
Blank	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	0,000	0,0000	0,00	0,0000	0,00	

Рис. 3 Настройка расчета шума с окном 20 секунд.

2.3 В таблице на рис. 4 даны значения дрейфа ($\mu\text{S}/\text{мин}$) и пять значений шума (μS) с окном 20 секунд.

Для получения результата модуль значения дрейфа в данном случае $\mu\text{S}/\text{мин}$ переводят в $\mu\text{S}/\text{час}$ (умножив на 60мин/час). Для других детекторов значения сигнала приводят в единицах, указанных в методике поверки. Для расчета шума вычисляют среднее арифметическое из 5 значений, рассчитанных для 5-ти интервалов. Значение шума выражают в единицах, указанных в МП для соответствующего детектора. При расчете шума для предела детектирования берут значения в тех единицах, в которых определяют высоту пика контрольного вещества.

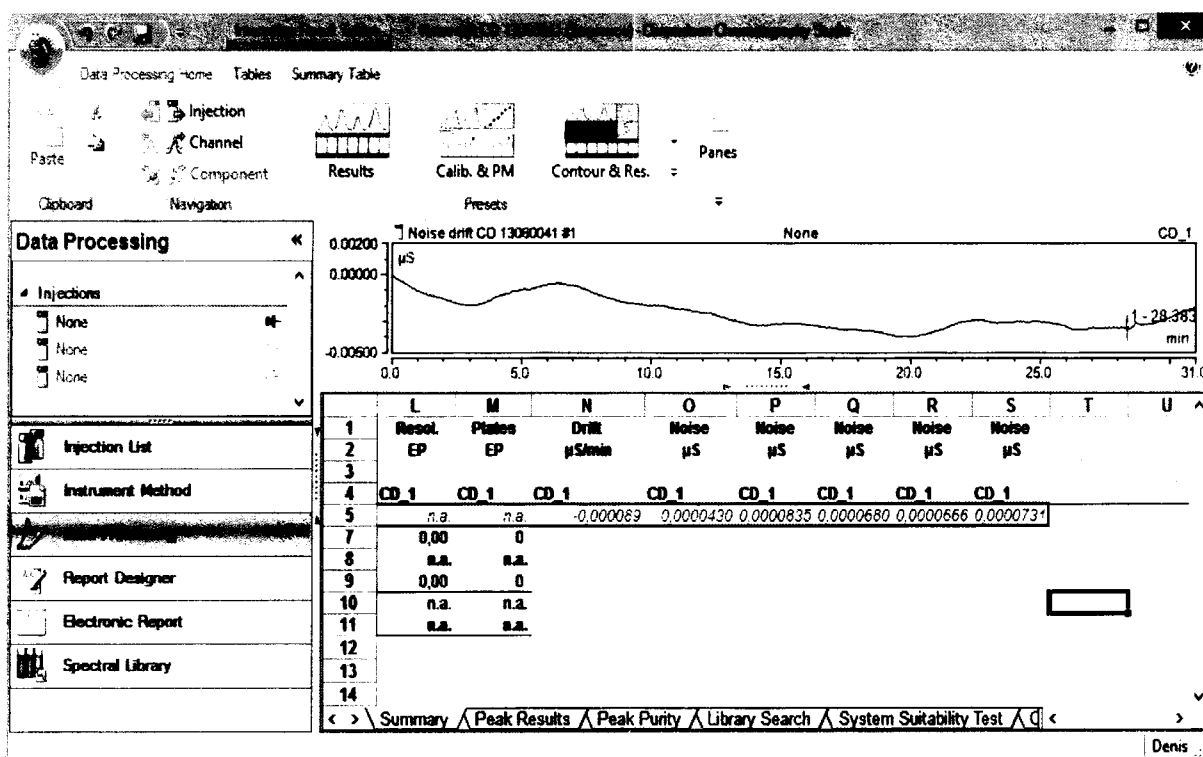


Рис. 4 Пример расчета значений дрейфа и шума