

СОГЛАСОВАНО
Первый заместитель
генерального директора –
заместитель по научной работе
ФГУП «ВНИИФТРИ»



 А.Н. Щипунов

22» 02 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы ионные EWA I IC-2800

Методика поверки

651-20-037 МП

2022 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика распространяется на хроматографы ионные EWAI IC-2800 (далее – хроматографы), изготавливаемые компанией EAST & WEST ANALYTICAL INSTRUMENTS, INC, КНР, и устанавливает объем и методы первичной и периодических проверок.

1.2 Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемого хроматографа ионного к государственным первичным эталонам (ГПЭ) единиц величин выполняются путем реализации на хроматографе ионном методик измерений с применением стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к комплексу государственных первичных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ 8.735.0-2011 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения».

Прослеживаемость хроматографов к ГПЭ единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектрального методов ГЭТ 217-2018 обеспечивается в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в водных растворах, утвержденной приказом Росстандарта от 01.11.2019 № 2605.

Прослеживаемость хроматографов к ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 обеспечивается в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 № 148.

Прослеживаемость хроматографов к ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2019 обеспечивается в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов, утвержденной приказом Росстандарта от 30.12.2019 № 3455.

Прослеживаемость хроматографов к ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208-2019 обеспечивается в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических и элементарноорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 27.12.2019 № 3390.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – косвенное измерение поверяемым средством величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

Примечание:

1) При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операций поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	да	да	7
Подготовка к поверке и опробование хроматографа ионного:	да	да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	да	да	10.1
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	да	да	10.2
Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	да	да	10.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

2.2 Первичная и периодическая поверка хроматографа может проводиться как в лабораторных условиях, так и по месту эксплуатации хроматографа.

2.3 При получении отрицательных результатов поверки по любому пункту таблицы 1 хроматограф признается непригодным к применению.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 15 до 25 °С;
- относительная влажность от 30 до 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.)
- напряжение сети от 207 до 253 В;
- частота от 48 до 53 Гц.

3.2 При поведении поверки должны соблюдаться условия эксплуатации основных и вспомогательных средств поверки.

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К работе с хроматографами ионными и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с руководством по эксплуатации поверяемого хроматографа ионного и инструкциями (руководствами) по применению средств измерений, стандартных образцов и вспомогательных средств поверки и имеющие квалификацию не ниже бакалавра (инженера) и прошедшие инструктаж по технике безопасности. Для получения данных с хроматографов ионных, необходимые для поверки, допускается участие технических специалистов организации заявившей прибор на поверку (под контролем поверителя).

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 3 Требования к условиям проведения поверки	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С;</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 до 80 % с погрешностью не более 2%;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 107 кПа, с абсолютной погрешностью не более 0,5 кПа;</p> <p>Средства измерений напряжения питающей сети в диапазоне от 145 до 250 В, с относительной погрешностью не более 1 %;</p> <p>Средства измерений частоты питающей сети в диапазоне от 45 до 55 Гц, с абсолютной погрешностью не более 0,1 Гц.</p>	<p>Измерители температуры и влажности микропроцессорные ИТВ, моделей ИТВ 1522, 2605, 2606 рег. № 20857-07;</p> <p>Барометры рабочие сетевые, рег. № 16006-97;</p> <p>Мультиметры цифровые, рег. № 59778-15.</p>

п. 10 Определение метрологических характеристик	<p>Стандартный образец состава раствора ионов натрия, массовая концентрация ионов натрия 1,00 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 %;</p> <p>Стандартный образец состава раствора нитрат-ионов, массовая концентрация нитрат-ионов 1,00 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 %;</p> <p>Вода с удельным сопротивлением не менее 18 при температуре (20±2) °С, МОм·см.</p>	<p>ГСО 7775-2000 состава раствора ионов натрия, массовая концентрация ионов натрия 1,00 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 %;</p> <p>ГСО 7793-2000 состава раствора нитрат-ионов, массовая концентрация нитрат-ионов 1,00 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 %;</p> <p>Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная) по ГОСТ 25661-83</p>
---	--	--

5.2. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых хроматографов ионных с требуемой точностью.

5.3. Все средства измерений, используемые при поверке, должны быть поверены и иметь сведения о результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. ГСО и химические реактивы (растворители) должны иметь действующие паспорта.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

6.1. Хроматограф должен быть установлен в хорошо проветриваемом помещении.

6.2. При проведении поверки требуется следовать правилам безопасности, изложенным в разделе 1 Руководства по эксплуатации хроматографов.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1. При внешнем осмотре следует проверить:

- комплектность хроматографа и наличие маркировки путём сличения с эксплуатационной документацией (ЭД) на хроматограф;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- четкость надписей на лицевой панели;
- отсутствие протечек в системе, отсутствие пузырей воздуха в питающих трубках

Результаты внешнего осмотра признаются положительными, если все указанные в п.

7.1 проверки прошли с положительным результатом.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ ХРОМАТОГРАФА ИОННОГО

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

8.2 Подготовительные работы и опробование выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

8.3 Перед проведением поверки готовят контрольный раствор, назначение и содержание анализируемых компонентов в котором приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Контрольный раствор для поверки

Условия	Кондуктометрический детектор
Элюент	Деионизованная вода
Скорость потока элюента	1,0 см ³ /мин
Контрольный раствор (концентрация)	Раствор ионов натрия (0,2 мг/дм ³) или нитрат-ионов (0,5 мг/дм ³)
Объем вкола пробы контрольного раствора	25 мм ³
Постоянная времени	1 с

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Проверка программного обеспечения (далее - ПО) хроматографа проводится путем установления соответствия ПО хроматографа ионного, представленных на поверку, тому ПО, которое было зафиксировано (внесено в банк данных) при испытаниях в целях утверждения типа.

9.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции

9.2.1 Проверка идентификационных данных программного обеспечения

При проверке идентификационных данных ПО проверяют идентификационное наименование ПО, номер версии (идентификационный номер). Идентификационные сведения о программе располагаются по следующему пути:

Help -> About ACE...

Функционирование ПО идентифицируется отображением на экране возможности редактирования доступных областей данных.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Ace Workstation
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 3.2.5
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

9.2.2. Результаты поверки считать положительными, если идентификационные данные (признаки) ПО соответствуют приведенным в таблице 4.

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ХРОМАТОГРАФА ИОННОГО

10.1. Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Поверку производить при условиях, указанных в таблице 3, в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

Измерения проводить при отключенной колонке и подавителе. Для этого между насосом и инжектором установить капилляры, соединив их адаптером: капилляр с внутренним диаметром 0,127 мм (0,005 дюймов) длиной около 4,3 м - красного цвета

(служит для имитации рабочего давления хроматографа) и капилляр с внутренним диаметром 0,508 мм (0,020 дюймов) длиной не менее 10 м – оранжевого цвета.

Включить хроматограф согласно РЭ. Управление хроматографом проводить при помощи панелей управления, расположенных на лицевой стороне основных блоков, либо при помощи специализированного программного обеспечения «Ace Workstation». Для регистрации данных использовать ПО «Ace Workstation».

После выхода хроматографа на рабочий режим провести регистрацию данных, записывая в течение 30 минут нулевой сигнал детектора x .

Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала $x_{ша}$ в абсолютных величинах определить по формуле (1):

$$x_{ша} = x_{max} \cdot K_y \quad (1)$$

где x_{max} – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом (длительностью импульса), не превышающим 20 с, зарегистрированное в течение 10 минут непрерывной работы хроматографа, В;
 K_y – коэффициент деления выходного сигнала.

Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала $x_{шо}$ в относительных величинах определить по формуле (2):

$$x_{шо} = \frac{x_{ша}}{x_c} \cdot 100\% \quad (2)$$

где x_c – среднеарифметическое значение нулевого сигнала с периодом (длительностью импульса), не превышающим 20 с, зарегистрированное в течение 10 минут непрерывной работы хроматографа, В.

Значение дрейфа нулевого сигнала $y_{да}$ в абсолютных величинах рассчитать по формуле (3):

$$y_{да} = |x_{30} - x_0| \quad (3)$$

где x_{30} – значение нулевого сигнала после 30 минут работы хроматографа, В;
 x_0 – значение нулевого сигнала в момент начала измерений, В.

Значение дрейфа нулевого сигнала $y_{до}$ в относительных величинах рассчитать по формуле (4):

$$y_{до} = \frac{|x_{30} - x_0|}{x_0} \cdot 100\% \quad (4)$$

10.2. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Измерения проводить после процедур опробования и выхода хроматографа на режим.

10.2.1 Контрольный раствор ввести в хроматограф не менее 10 раз. При помощи программы Ace Workstation измерить значения выходного сигнала времени удерживания и вычислить среднее арифметическое значение \bar{X}_t по формуле (5):

$$\bar{X}_t = \frac{\sum_{i=1}^n X_{ti}}{n} \quad (5)$$

где X_{ti} - i -е значение выходного сигнала времени удерживания;

i – порядковый номер значения в выборке;

n – объем выборки ($n=10$).

Относительное среднее квадратичное отклонение выходного сигнала времени удерживания S_t рассчитать по формуле (6):

$$S_t = \frac{100}{\bar{X}_t} \sqrt{\frac{\sum_i (X_{ti} - \bar{X}_t)^2}{n-1}} \quad (6)$$

При помощи программы Ace Workstation измерить значения выходного сигнала площади пика и вычислить среднее арифметическое значение \bar{X}_s по формуле (7):

$$\bar{X}_s = \frac{\sum_{i=1}^n X_{si}}{n} \quad (7)$$

где X_{si} - i -е значение выходного сигнала площади пика;

i – порядковый номер значения в выборке;

n – объем выборки ($n=10$).

Относительное среднее квадратичное отклонение выходного сигнала площади пика S_s рассчитать по формуле (8):

$$S_s = \frac{100}{\bar{X}_s} \sqrt{\frac{\sum_i (X_{si} - \bar{X}_s)^2}{n-1}} \quad (8)$$

10.3 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы

Проводят повторно операции по п.10.2 после 8 часов непрерывной работы.

Относительное изменение выходного сигнала площади пика за 8 часов непрерывной работы хроматографа δ_s рассчитать по формуле (9):

$$\delta_s = \frac{\bar{X}_d - \bar{X}_s}{\bar{X}_s} \cdot 100\% \quad (9)$$

где \bar{X}_d – среднее арифметическое значение выходного сигнала через 8 часов непрерывной работы (рассчитать по формуле 5).

11 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ ХРОМАТОГРАФА ИОННОГО МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Результаты поверки считать положительными, если:

- значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала не превышают в абсолютных величинах $x_{ша} \leq 1000$ мкВ, в относительных величинах $x_{шо} \leq 0,5$ %;

- значения дрейфа нулевого сигнала в абсолютных величинах находятся в пределах $u_{да} = \pm 3000$ мкВ, в относительных величинах $u_{до} = \pm 1,5$ %;

- значения относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала не превышает: - $S_t \leq 0,5$ % для времени удерживания, - $S_s \leq 3,0$ % для площади пика;

- значения относительного изменения выходного сигнала площади пика за 8 часов непрерывной работы хроматографа δ_s находятся в пределах $\pm 3,0$ %.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки хроматографа подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего его на поверку, на руководство по эксплуатации хроматограф наносится знак поверки, и (или) выдается свидетельство о поверке и (или) в паспорт хроматографа вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки,

с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.2 Результаты поверки оформляются в соответствии с приказом № 2510 от 31.07.2020 Минпромторга России.

Начальник НИО-6 ФГУП «ВНИИФТРИ»



В.И. Добровольский

ПРИЛОЖЕНИЕ А

А.1 МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

Методика предназначена для приготовления контрольных растворов нитрат-ионов, и натрий ионов.

А.2 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.2.1 ГСО 7793-2000 состава раствора нитрат-ионов, массовая концентрация нитрат-ионов $1,00 \text{ мг/см}^3$, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\text{CO} \pm 1,0 \%$;

А.2.2 ГСО 7775-2000 состава раствора ионов натрия, массовая концентрация ионов натрия $1,00 \text{ мг/см}^3$, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\text{CO} \pm 1,0 \%$;

А.2.3 Весы лабораторные по ГОСТ 24104-2001, с верхним пределом взвешивания 200 г.

А.2.4 Мера массы (гири), 2–01 класс точности, ГОСТ 7328.

А.2.5 Колбы мерные наливные 2–100–2 по ГОСТ 1770-74

А.2.6 Пипетки градуированные 1–2–2–0,5 по ГОСТ 29227 (I)

А.2.7 Стаканы В–1–50ТС по ГОСТ 25336

А.2.8 Вода деионизированная, ГОСТ 25661-83;

А.3 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.3.1 Приготовление контрольного раствора ионов натрия с массовой концентрацией $0,2 \text{ мг/дм}^3$.

1) 1 см^3 раствора ГСО с массовой концентрацией ионов натрия 1 г/дм^3 пипеткой, вместимостью 1 см^3 вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят содержимое колбы до метки деионизированной водой. Данный раствор имеет массовую концентрацию ионов натрия - 10 мг/дм^3 .

2) 2 см^3 раствора с массовой концентрацией ионов натрия 10 мг/дм^3 (полученный при первичном разведении ГСО) пипеткой, вместимостью 5 см^3 вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят содержимое колбы до метки деионизированной водой.

Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации ионов натрия в растворе не более $1,2 \%$.

Контрольный раствор используют для определения метрологических характеристик кондуктометрических детекторов.

А.3.2 Приготовление контрольного раствора нитрат-ионов с массовой концентрацией $0,5 \text{ мг/дм}^3$

1) 1 см^3 раствора ГСО с массовой концентрацией нитрат-ионов 1 г/дм^3 пипеткой, вместимостью 1 см^3 вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят содержимое колбы до метки деионизированной водой. Данный раствор имеет массовую концентрацию нитрат-ионов - 10 мг/дм^3 .

2) 5 см^3 раствора с массовой концентрацией ионов натрия 10 мг/дм^3 (полученный при первичном разведении ГСО) пипеткой, вместимостью 5 см^3 вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят содержимое колбы до метки деионизированной водой.

Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации нитрат-ионов в растворе не более $1,2 \%$.

Контрольный раствор используют для определения метрологических характеристик кондуктометрических детекторов, в случае, если нет ГСО ионов натрия.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Б.1 ПРИМЕР ОБРАБОТКИ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК
В ПО Ace Workstation

Данное приложение предназначено для упрощения и автоматизации процедуры расчета метрологических характеристик.

- для расчета шума и дрейфа:

1. Расчет шума и дрейфа для приборов сконфигурированных для анализа анионов и катионов проводят с использованием разных растворов. Для проверки прибора сконфигурированного для анализа анионов готовят стандартный раствор, содержащий 0,5 мг/л нитрат-ионов. Для проверки прибора сконфигурированного для анализа катионов готовят стандартный раствор, содержащий 0,2 мг/л ионов натрия.

2. Для сбора данных и для расчета шума и дрейфа проводят серию последовательных испытаний одной пробы. Хроматографирование производят в программе управления прибором устанавливая соответствующую скорость потока элюента и длительность сбора данных сигнала детектора 30 мин, прочие установки соответственно конфигурации; Путем поворота крана ручного ввода пробы из положения «Load» в положение «Inject». Сбор данных начинается автоматически.

3. После окончания сбора данных открывается отчет содержащий хроматограмму по которой будет вестись расчет шума и дрейфа.

4. Расчет шума и дрейфа базовой линии для анионной системы проводят по формулам (Б.1) и (Б.2):

$$\text{Baseline noise} = \frac{N}{A} \cdot 100\% \quad (\text{Б.1})$$

N - наибольшее базовое колебание (мВ)

A - высота пика (мВ) 0,5 мг/л NO_3^- стандартного раствора

$$\text{Baseline drift} = \frac{D}{A} \cdot 100\% \quad (\text{Б.2})$$

D - вертикальное расстояние (мВ) между горизонтальной линией, проведенной от начальной точки базовой линии, и самой высокой (или самой низкой) точкой базовой линии.

Расчет шума и дрейфа базовой линии для катионной системы проводят по формулам (Б.3) и (Б.4):

$$\text{Baseline noise} = \frac{N}{H} \cdot 100\% \quad (\text{Б.3})$$

N - наибольшее базовое колебание (мВ)

H - высота пика (мВ) 0,2 мкг/мл Na^+ стандартный раствор

$$\text{Baseline drift} = \frac{D}{H} \cdot 100\% \quad (\text{Б.4})$$

D - вертикальное расстояние (мВ) между горизонтальной линией, проведенной от начальной точки базовой линии, и самой высокой (или самой низкой) точкой базовой линии

5. Абсолютное значение дрейфа базовой линии для катионной или анионной системы берут из хроматограммы. Данное значение равно наибольшему базовому колебанию хроматограммы.

6. Абсолютное значение шума базовой линии для катионной или анионной системы берут из хроматограммы. Данное значение равно вертикальному расстоянию (мВ)

между горизонтальной линией, проведенной от начальной точки базовой линии, и самой высокой (или самой низкой) точкой базовой линии.

- для расчета относительного СКО выходного сигнала:

1. Для сбора данных для расчета СКО выходного сигнала проводят серию последовательных испытаний состоящей из не менее 10 проб одного и того же образца. В программе управления прибором устанавливаем соответствующую скорость потока элюента, длительность сбора данных сигнала детектора - 4÷5 мин., прочие установки в соответствии с конфигурацией прибора.

2. Запускают анализ путем поворота крана ручного ввода пробы из положения «Load» в положение «Inject». Сбор данных начинается автоматически.

3. После окончания сбора данных открывается отчет содержащий хроматограммы по которым будет вестись расчет СКО. На каждой хроматограмме необходимо провести интегрирование пика, что позволит получить результаты характеризующие время удерживания и площадь пика. Пример интегрированной хроматограммы на рисунке Б.1.

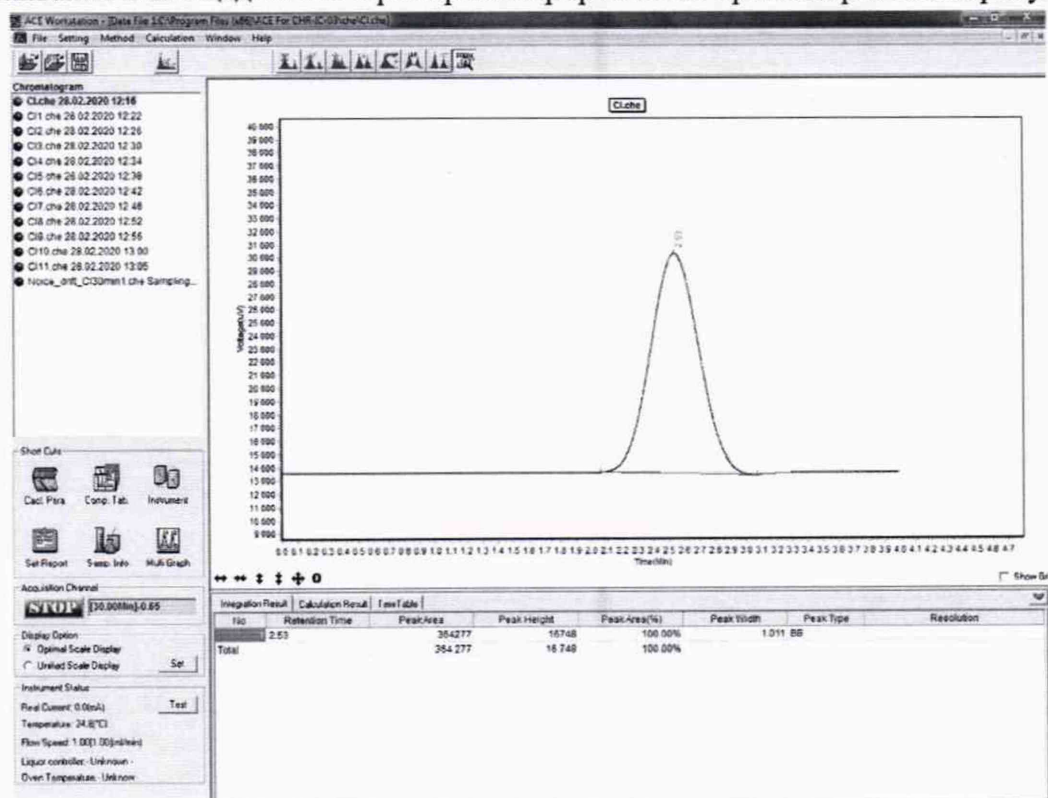


Рисунок Б.1 - Пример одной хроматограммы участвующей в расчете СКО выходных сигналов.

4. Все полученные значения выходных сигналов вносятся в таблицу Excel для расчета СКО по формуле (1) пункта 10.2.