

# Пример проведения поверки хроматографа Кристалл5000 с системой UniChrom.

## Детектор электронно-захватный (ДЭЗ).

Файл **UniChrom Chromatograph Validation Templates for Krystal5000 ECD from IPP - rus.uwb** представляет собой специально заготовленный пакет хроматограмм для подготовки и проведения метрологической поверки хроматографа Кристалл5000 с UniChrom. Пример от Института защиты растений НАН Беларуси.

На представленных ниже рисунках приведены экранные копии закладок UniChrom, помогающие легче освоить работу с данным шаблоном.

01 февраля 2008 г. 18:38  
Со слов Грушенко Михаила Михайловича записано (Лычковский О.Л. свидетельствует):  
1.) линдан, 0,05 гамма (1 гамма = 1 мкг)  
сброс 1 x 10  
объем вводимой пробы 1 мкл  
Поверитель принимал: Севчук Ольга Александровна

### МЕТОДИКА ПОВЕРКИ ХРОМАТОГРАФА С СИСТЕМОЙ ЮНИХРОМ 97

по СТБ 1287-2001

[Версия для Admin.](#)  
Данная версия позволяет проводить экспертную оценку готовности хроматографа к поверке. Например, оценку величины сходимости и воспроизводимости проводить по любому количеству и местоположению, выбираемому экспертом, измеренных хроматограмм.

### ОПРОВОБОВАНИЕ

На этапе опробования записывается хроматограмма с контрольной аттестованной смесью, определяются параметры пика контрольного вещества:

- записывается имя пика компонента контрольного вещества,
- определяется полуширина пика.

Последний параметр используется при расчетах статистических характеристик шума нулевого сигнала хроматографа.

В 1-ом слое хранится образцовая хроматограмма контрольной аттестованной смеси.  
Во 2-ом слое записывается хроматограмма опробования. Она используется в качестве библиотеки. Позже по ней будет выполняться идентификация всех последующих хроматограмм.  
В 3-ем слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа.  
Длина хроматограммы должна быть не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.

Величина шума нулевого сигнала хроматографа определяется как максимальное ОСКОСЗ случайных изменений сигнала хроматографа на временном интервале, равном полуширине пика контрольного вещества.  
Временной интервал выбирается произвольным образом на хроматограмме длиной не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.

Все хроматограммы записываются в одном файле: **Chromatograph Validation Template for Admin - rus.\$\$\$**  
Отчет о поверке выполняется с помощью шаблона: **Chromatograph Validation Template for Admin - rus.xls**

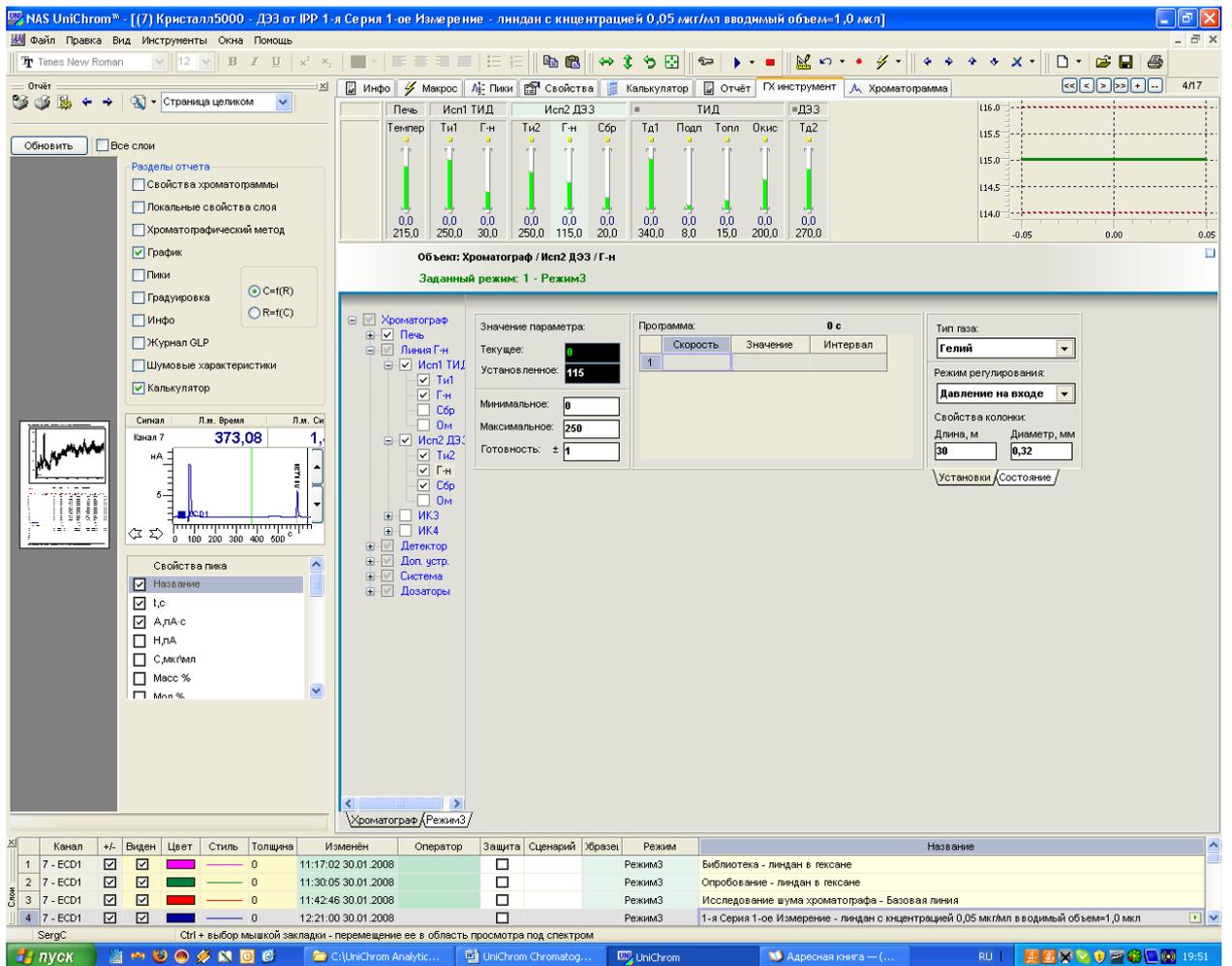
Оба указанные файлы удобно разместить, например, в папке по адресу **C:\UniChrom\Chromatograph Validation Templates - rus**

Отчет раздела ОПРОВОБОВАНИЕ находится на странице **Опробование** книги **Chromatograph Validation Template for Admin - rus.xls**.

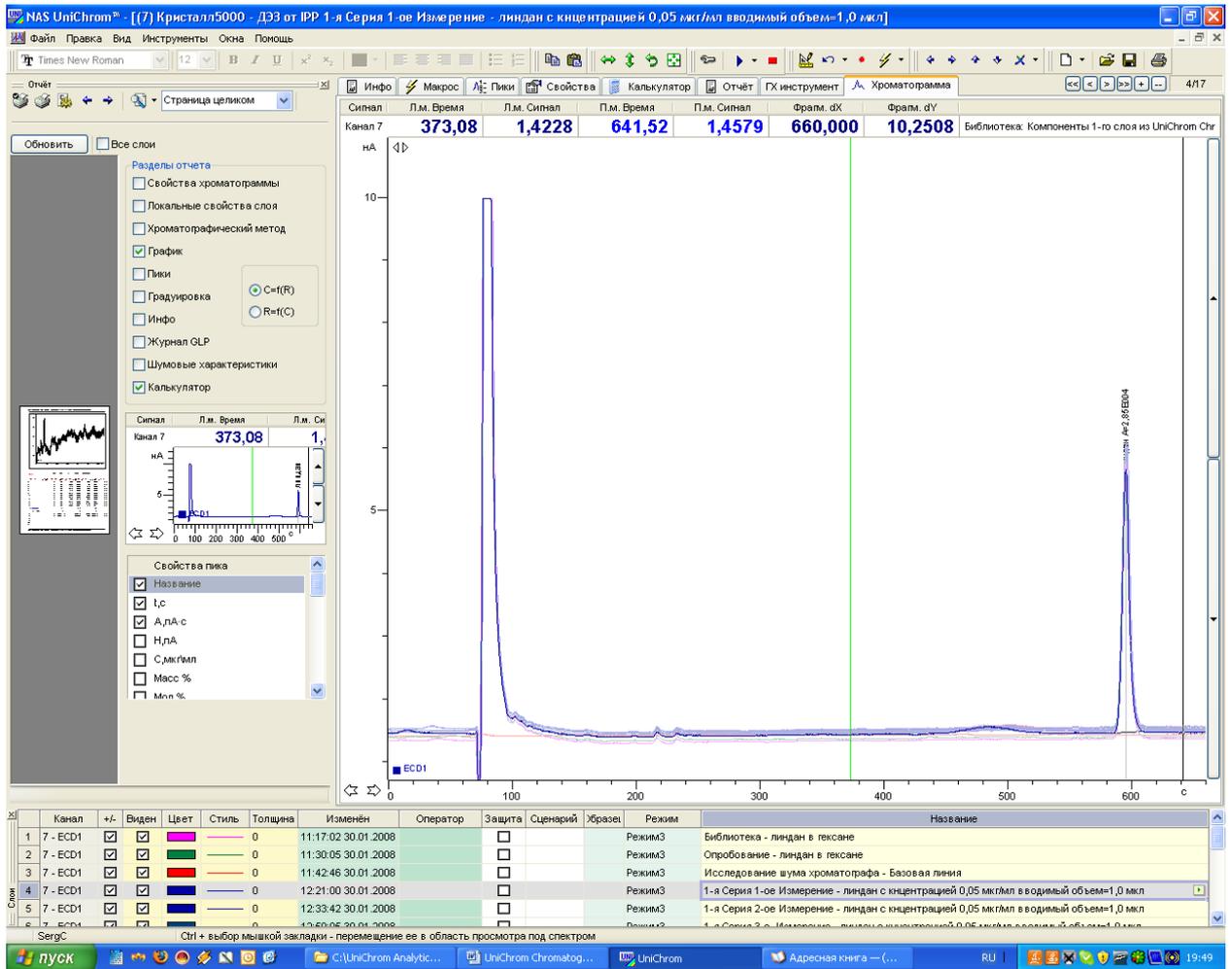
### СХОДИМОСТЬ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОГО СКО ОТ СРЕДНЕГО ЗНАЧЕНИЯ (ОСКОСЗ) ВРЕМЕНИ

Канал	+	Виден	Цвет	Стиль	Толщина	Изменен	Оператор	Защита	Сценарий	Образец	Режим	Название
1	7 - ECD1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>		0	11:17:02 30.01.2008		<input type="checkbox"/>			Режим3	Библиотека - линдан в гексане
2	7 - ECD1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>		0	11:30:05 30.01.2008		<input type="checkbox"/>			Режим3	Опробование - линдан в гексане
3	7 - ECD1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>		0	11:42:46 30.01.2008		<input type="checkbox"/>			Режим3	Исследование шума хроматографа - Базовая линия
4	7 - ECD1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>		0	12:21:00 30.01.2008		<input type="checkbox"/>			Режим3	1-я Серия 1-ое Измерение - линдан с кнцентрацией 0,05 мкг/мл вводимый объем=1,0 мкл
5	7 - ECD1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>		0	12:33:42 30.01.2008		<input type="checkbox"/>			Режим3	1-я Серия 2-ое Измерение - линдан с кнцентрацией 0,05 мкг/мл вводимый объем=1,0 мкл
6	7 - ECD1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>		0	13:00:05 30.01.2008		<input type="checkbox"/>			Режим3	1-я Серия 3-ое Измерение - линдан с кнцентрацией 0,05 мкг/мл вводимый объем=1,0 мкл

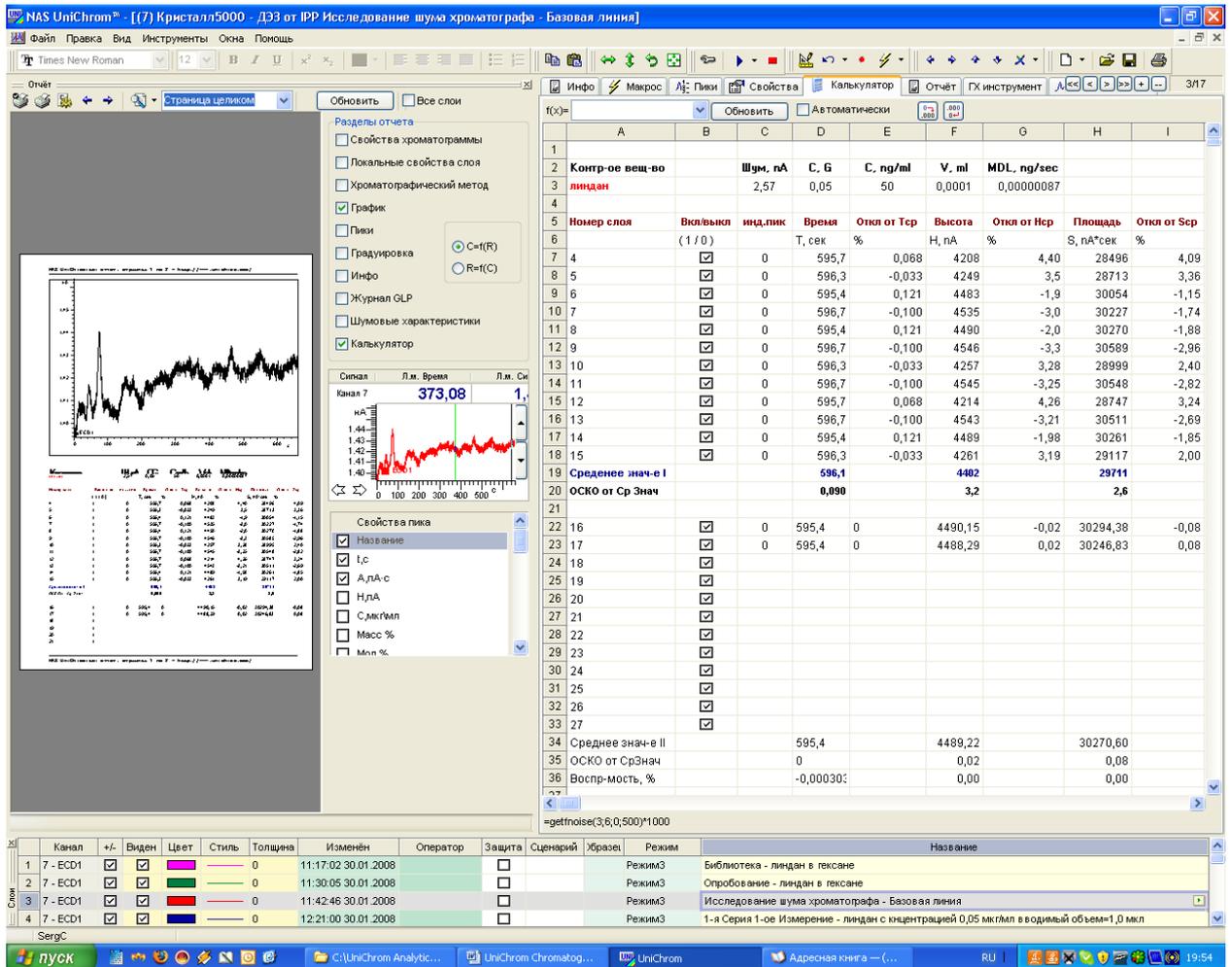
Экранная копия UniChrom с закладкой **Инфо**. В ней можно хранить полезную пояснительную информацию по подготовке и проведению поверки выбранного типа хроматографа.



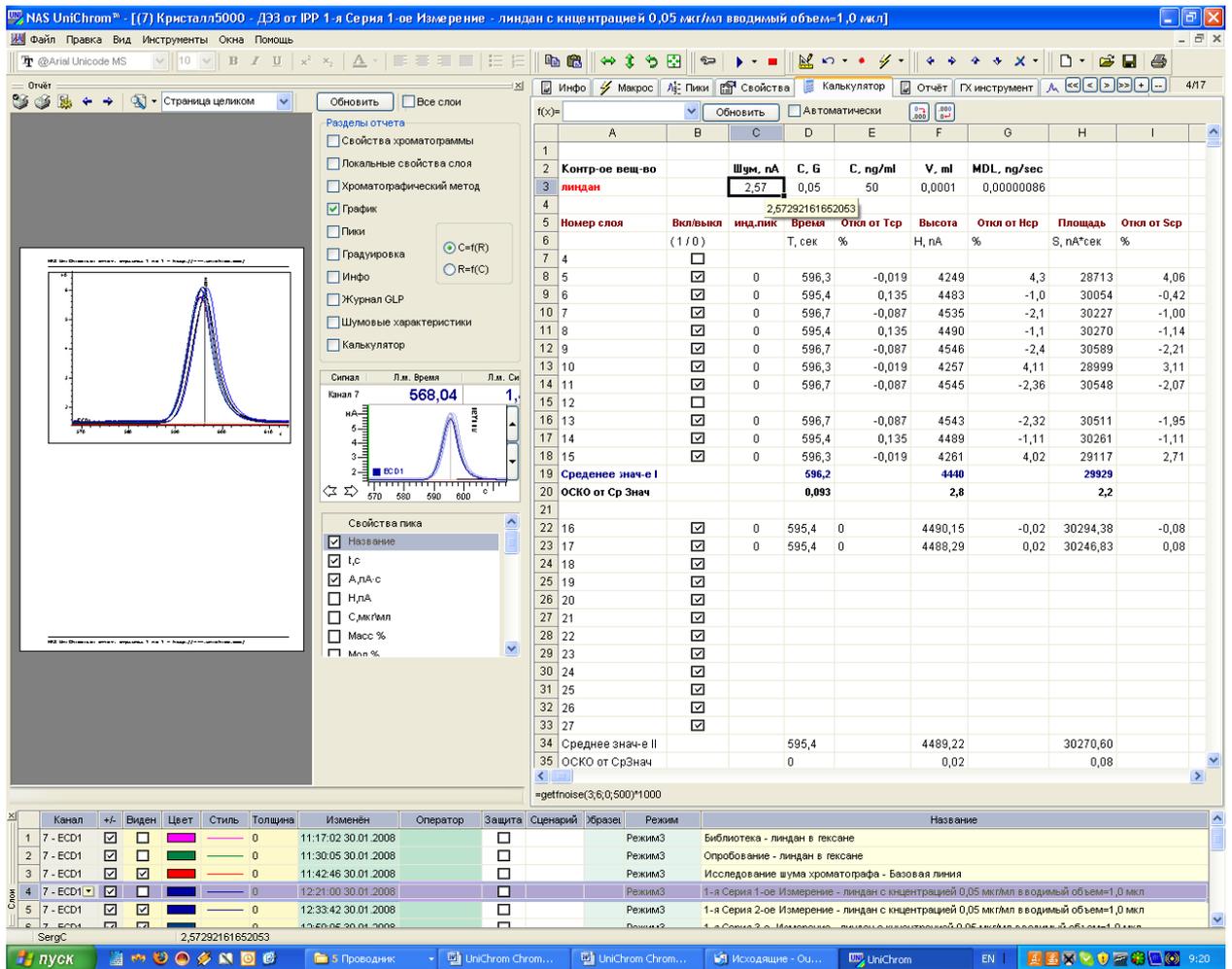
Экранная копия UniChrom с закладкой ГХ инструмент. В ней отображена информация о методических параметрах / режимах работы прибора.



Экранная копия UniChrom с закладкой **Хроматограмма**. Включены для просмотра все измеренные хроматограммы.



В закладке **Калькулятор** представлены как исходные экспериментальные данные, полученные во время проведения поверки, так и расчет требуемых метрологических характеристик. Анализ полученных экспериментальных данных показывает, что непосредственно по проведенным 12 измерениям, записанных с 4 по 15 слои, сходимость величины высоты пика контрольного вещества превышает допустимое значение в 3 %.



Как правило, разрешается из проведенной серии измерений не включать в итоговый расчет два измерения, как возможные выбросы. В данном случае можно выключить слои с номерами 4 и 12.. Теперь сходимость всех значений выходного сигнала хроматографа не превышает допустимое значение в 3 %.

NAS UniChrom™ - [(7) Кристалл5000 - ДЭЭ от ИРР Исследование шума хроматографа - Базовая линия]

Файл Правка Вид Инструменты Окна Помощь

Times New Roman 12

Обновить Все слои

Инфо Макросы Пики Свойства Калькулятор Отчет ГЛИнструмент 3Л7

Страница целиком

Разделы отчета

- Свойства хроматограммы
- Локальные свойства слоя
- Хроматографический метод
- График
- Пики
- Градуировка
- Инфо
- Журнал GLP
- Шумовые характеристики
- Калькулятор

Сигнал Л.м. Время Л.м. Сиг

Канал 7 112,48 1,1

Свойства пика

- Название
- t<sub>c</sub>
- А.д.А.с
- Н.д.А
- С.м.к.г/мл
- Масс %
- М.п.п. %

График

Канал 7 112,48 1,1

Свойства пика

- Название
- t<sub>c</sub>
- А.д.А.с
- Н.д.А
- С.м.к.г/мл
- Масс %
- М.п.п. %

Калькулятор

Канал	Вид	Цвет	Стиль	Толщина	Изменён	Оператор	Защита	Сценарий	Хвосты	Режим	Название
2	7 - ECD1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	0	11:30:05 30.01.2008		<input type="checkbox"/>			Режим3	Опробование - лиздан в гексане
3	7 - ECD1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	0	11:42:46 30.01.2008		<input type="checkbox"/>			Режим3	Исследование шума хроматографа - Базовая линия
4	7 - ECD1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	0	12:21:00 30.01.2008		<input type="checkbox"/>			Режим3	1-я Серия 1-ое Измерение - лиздан с концентрацией 0,05 мкг/мл в водимый объем=1,0 млл
5	7 - ECD1	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	0	12:33:42 30.01.2008		<input type="checkbox"/>			Режим3	1-я Серия 2-ое Измерение - лиздан с кнцентрацией 0,05 мкг/мл в водимый объем=1,0 млл

Ctrl + выбор мышкой закладки - перемещение ее в область просмотра под спектром

пуск C:\UniChrom Analytic... UniChrom Chromatog... UniChrom Адресная книга (RU) 19:59

Можно открыть одновременно несколько закладок **Отчет** и в каждой из них независимо редактировать отдельные страницы итогового отчета. В частности, подготовка к печати графиков уровня шума прибора и пакет измеренных хроматограмм пика контрольного вещества для наглядного представления параметров сходимости удобно редактировать и сохранять в разных закладках **Отчет**, так как эти графики имеют существенно различающиеся диапазоны измеренных величин.