

Руководство пользователя

по подготовке и проведению поверки
хроматографа с системой
UniChrom

Содержание

Алгоритм выполнения поверки хроматографа с системой UniChrom	4
Введение.....	4
Инсталляция надстройки MS Excel – Unichrom.xla	4
Перечень процедур при проведении поверки.....	5
Опробование	5
Сходимость. Определение ОСКООЗ времени выхода пика, высоты пика, площади пика и значения минимального предела детектирования (MDL – Minimum Detection Limit).....	6
Воспроизводимость. Определение ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и предела детектирования через 48 часов	6
Свидетельство	6
Описание пакета шаблонов по оценке готовности хроматографа к поверке.....	14
Особенности шаблонов выполнения методики поверки хроматографов “Хроматэк-Кристалл 5000” с ПО UniChrom по МП 214.2.840.043Д.....	18
Поверка хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПФД.....	19
Поверка хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ЭЗД	27
Поверка хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ДТП	34
Поверка хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПИД.....	40
Поверка хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ТИД	46
Приложение А.	50
Функции Unichrom.XLA.....	50
Стандартные функции.....	50
Функции получения информации по градуировке	52
Вставка картинок.....	53
Функции получения шума	54
Статистические функции	55
Разные функции	56
Установка Unichrom.xla	56
Приложение Б.	58
Алгоритмы определения шума в UniChrom	58

Алгоритм выполнения поверки хроматографа с системой UniChrom

Введение

Для облегчения процедуры выполнения методики поверки хроматографа с системой UniChrom имеется пакет, состоящий из двух файлов-шаблонов.

Файл **Chromatograph Validation Template - rus.uwb** представляет собой специально заготовленный пакет хроматограмм, в котором имеется хроматограмм-библиотека для идентификации всех последующих измеренных во время поверки хроматограмм, заготовленные слои для измерений с целью определения параметров сходимости, воспроизводимости, определения уровня шума.

Файл **Chromatograph Validation Templates - rus.xls** представляет собой шаблон отчета в формате MS Excel с заготовленными страницами, в которых выполняются необходимые статистические расчеты по определению уровня шума нулевого сигнала прибора, расчету минимального предела детектирования для выбранного типа детектора, расчета относительных СКО от среднего значения (ОСКОСЗ) выходного сигнала детектора. Все страницы шаблоны представляют собой отредактированные формы отчета по поверке в соответствии с местным метрологическим законодательством.

Указанные выше два файла удобно разместить, например, в папку по адресу **C:\UniChrom\Chromatograph Validation Templates – rus.**

Для передачи данных из UniChrom в ячейки шаблона **Chromatograph Validation Templates - rus.xls** с помощью технологии **OLE Automation** используется сервис **Unichrom.xla**.

Все необходимые параметры метрологического отчета могут быть получены непосредственно в UniChrom в закладке **Калькулятор**. Без привлечения MS Office. Имеется возможность на одной странице представить все экспериментально измеренные данные и провести статистический расчет всех необходимых параметров поверки.

Важно отметить, что вся информация о проведенной поверке, как то все измеренные хроматограммы, включая записанный шум прибора, настройки режимов прибора, использованные при проведении поверки, время регистрации экспериментальных данных, все статистические обработки полученных данных хранятся в одном файле. Тем самым, UniChrom позволяет реализовать основные принципы GLP и CFR Part 11.

Инсталляция надстройки MS Excel – Unichrom.xla

Установка **надстройки Excel – Unichrom.xla** – выполняется автоматически при установке UniChrom. Файл надстройки копируется в папку **C:\Unichrom\Reports\XLA**. Если UniChrom устанавливался более одного раза в разные папки, то файл надстройки будет находиться во всех этих папках (возможно даже разные версии). Excel при запуске загружает только зарегистрированный файл надстройки. Excel не может загружать более одной надстройки с одним именем. Для работы с этим файлом в Excel требуется выполнить регистрацию этой надстройки. Регистрация может быть выполнена несколькими способами:

1.) После установки UniChrom требуется выполнить установку стандартных сервисов UniChrom, которые находятся на инсталляционном диске UniChrom. Среди стандартных сервисов имеется сервис регистрации шаблонов Excel. Этот сервис запускается автоматически при старте программы UniChrom и заставляет Excel зарегистрировать требуемые файлы надстроек. При этом Excel прописывает пути к файлам надстроек в реестре **HKEY_CURRENT_USER\Software\Microsoft\Office\11.0\Excel\Options**, параметр

OPEN, OPEN1, OPEN2 и так далее. Цифра **11.0** в указанном пути означает версию Excel и может быть другой (например, 10.0). Если ранее был зарегистрирован файл надстройки с таким именем, но находящийся по другому пути, то эта регистрация останется, а новый шаблон-надстройка не будет зарегистрирован. Excel грузить его не будет. Если UniChrom всегда устанавливается в одну и ту же папку, то таких проблем не будет, так как при установке UniChrom файл старой версии будет просто заменён файлом новой версии. Все пути к файлам останутся без изменения. Если же путаница произошла, то необходимо вручную удалить параметр **OPEN** (OPEN1, ...) из реестра. В этом случае сервис регистрации шаблонов выполнит свою задачу при запуске программы UniChrom.

2.) Открываете Excel. Заходите в пункт меню **Сервис \ Надстройки...** В окне **Надстройки** нажимаете кнопку **Обзор** и выбираете новую версию файла **UniChrom.xla**.

Схематично процедура поверки состоит из опробования, определения СКО сигнала хроматографа, определения предела детектирования и определения воспроизводимости.

Перечень процедур при проведении поверки

Поверка проводится в соответствии с государственным стандартом СБТ 1287-2001 «**Хроматографы аналитические газовые с системой регистрации, обработки и хранения спектрометрической информации ЮНИХРОМ-97. Методика поверки**».

Опробование

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 файла **Chromatograph Validation Template - rus.uwb** 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 СКО случайных изменений сигнала хроматографа на временном интервале, равным 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 - rus.\$\$\$**.

Отчет о поверке выполняется с помощью шаблона **Chromatograph Validation Template - rus.xls**.

Запуск шаблона производится следующим путем: **Окно обработки \ Отчёт \ Внешний отчёт**. Выбрать шаблон и нажать кнопку применить. Следует обратить внимание на то, что в MS Excel должно быть разрешено исполнение макросов. Для этого необходимо отменить высокую степень безопасности следующим путем: **Сервис \ Макрос \ Безопасность** (установить степень безопасности **среднюю** или **низкую**).

Отчет раздела ОПРОБОВАНИЕ находится на странице **Опробование** книги **Chromatograph Validation Template - rus.xls**.

Сходимость. Определение ОСКООЗ времени выхода пика, высоты пика, площади пика и значения минимального предела детектирования (MDL – Minimum Detection Limit)

На этом этапе 12 раз выполняется запись хроматограмм аттестованной смеси с контрольным веществом.

Применение шаблона **Chromatograph Validation Template - rus.xls** в автоматическом режиме позволит выбрать 10 лучших результатов и рассчитать для них ОСКООЗ времени выхода пика контрольного вещества, высоты пика, площади пика и определить предел детектирования. Лучшими считаются измерения, в которых сумма квадратов относительных отклонений от среднего времени выхода, высоты и площади контрольного пика минимальна. Сумма квадратов относительных отклонений вычисляется по формуле:

$$\varepsilon_i^2 = \left(\frac{t_i - \bar{t}}{\bar{t}} \right)^2 + \left(\frac{A_i - \bar{A}}{\bar{A}} \right)^2 + \left(\frac{S_i - \bar{S}}{\bar{S}} \right)^2$$

где:

t_i , A_i , S_i - время выхода, высота и площадь контрольного пика в i -м измерении;

\bar{t} , \bar{A} , \bar{S} - средние время выхода, высота и площадь контрольного пика по всем 12 измерениям.

Измеренные хроматограммы этого раздела записываются в слоях с 4-го по 15-ый.

Отчет раздела **СХОДИМОСТЬ и LDM** находится на странице **Сходимость и предел детектирования** книги **Chromatograph Validation Template - rus.xls**.

Воспроизводимость. Определение ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и предела детектирования через 48 часов

Через 48 часов процедуру определения СКО проводят еще раз.

По согласованию с органами метрологии допускается временной интервал сократить с 48 часов до 8 часов.

На этом этапе вновь 12 раз выполняется запись хроматограмм аттестованной смеси с контрольным веществом.

Применение шаблона **Chromatograph Validation Template - rus.xls** в автоматическом режиме позволит выбрать 10 лучших результатов и рассчитать для них ОСКОСЗ времени выхода пика контрольного вещества, высоты пика, площади пика. Выбор лучших результатов осуществляется тем же методом, что и в определении сходимости. Измеренные хроматограммы этого раздела записываются в слоях с 16-го по 27-й.

Отчет раздела **ВОСПРОИЗВОДИМОСТЬ** находится на странице **Воспроизводимость** книги **Chromatograph Validation Template - rus.xls**.

Свидетельство

Итоговый отчет о проверке в автоматическом режиме выполняется с помощью шаблона **Chromatograph Validation Template - rus.xls**. Заполненный бланк **СВИДЕТЕЛЬСТВО** находится на странице **Свидетельство** книги **Chromatograph Validation Template - rus.xls**.

Ниже для наглядности в качестве примера приведены экранные копии страниц получаемого с помощью шаблона **Chromatograph Validation Template - rus.xls** итогового отчета выполненной проверки.

Указанные выше шаблоны **Chromatograph Validation Template - rus.xls** и **Chromatograph Validation Template - rus.xls** доступны в Интернете на странице <http://www.unichrom.com/validation/validr.shtml>.

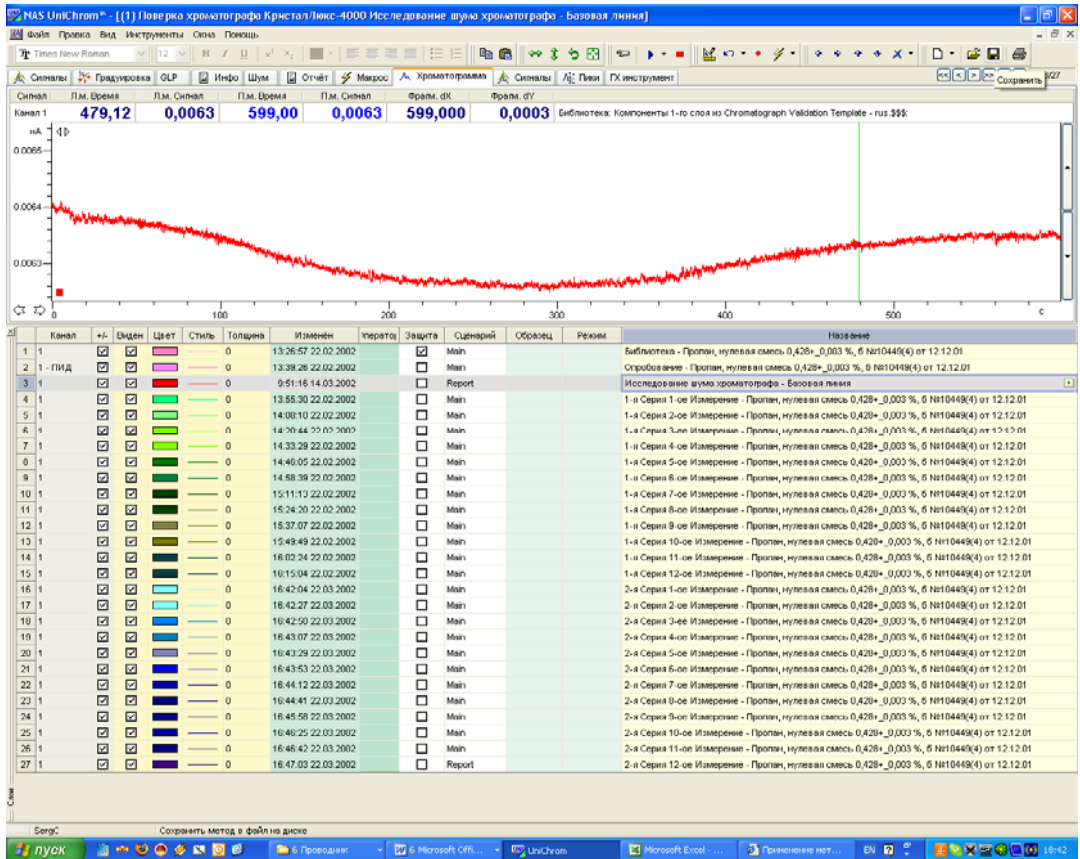


Рис. 1. Страница с закладкой Хроматограмма. Выбран масштаб хроматограммы с зарегистрированным шумом детектора так, чтобы было наглядно видно его размах.

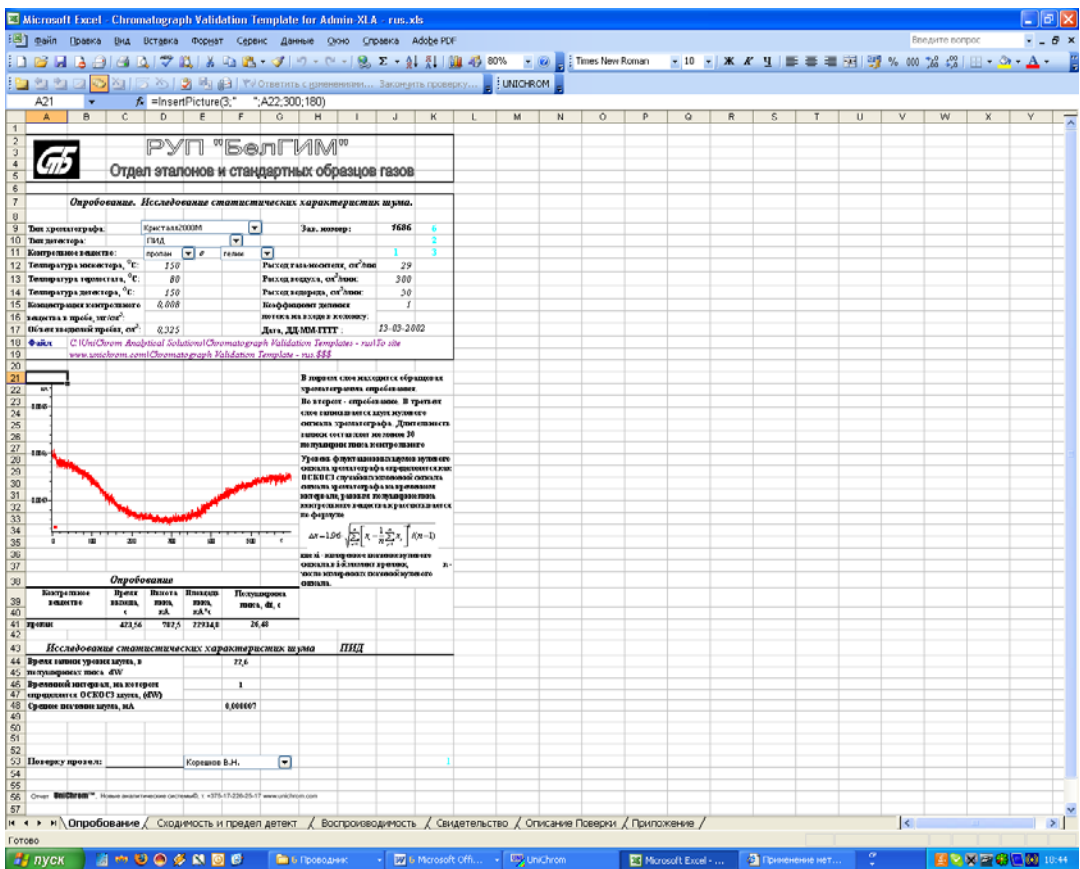


Рис. 2. Для передачи данных из UniChrom в шаблон Chromatograph Validation Templates – rus.xls достаточно нажать кнопку UNICHROM.



РУП "БелГИМ"

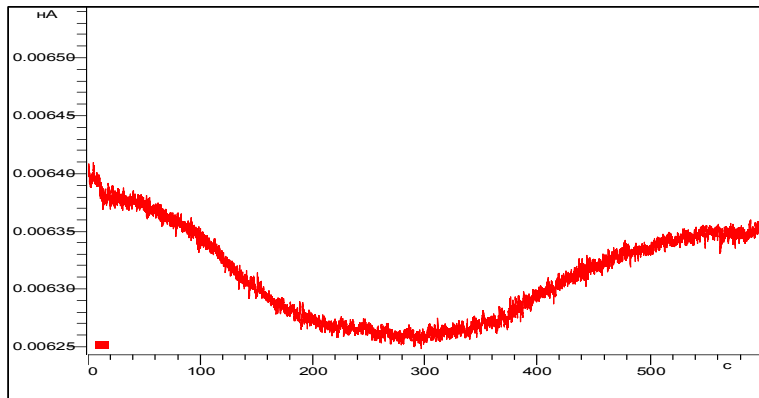
Отдел эталонов и стандартных образцов газов

Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

Тип хроматографа:	<i>Кристаллюкс4000</i>	Зав. номер:	1686
Тип детектора:	<i>ПИД</i>		
Контрольное вещество:	<i>пропан в гелии</i>		
Температура инжектора, °C:	<i>150</i>	Расход газа-носителя, см ³ /мин:	<i>29</i>
Температура термостата, °C:	<i>80</i>	Расход воздуха, см ³ /мин:	<i>300</i>
Температура детектора, °C:	<i>150</i>	Расход водорода, см ³ /мин:	<i>30</i>
Концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см ³ :	<i>0,008</i>	Коэффициент деления потока на входе в колонку:	<i>1</i>
Объем вводимой пробы, см ³ :	<i>0,325</i>	Дата, ДД-ММ-ГГГГ :	<i>13-03-2002</i>

Файл

C:\UniChrom\Chromatograph Validation Templates - rus\Chromatograph Validation Template - rus. \$\$\$



В первом слое находится образцовая хроматограмма опробования.

Во втором - опробование. В третьем слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа. Длительность записи составляет не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.

Уровень флуктационных шумов нулевого сигнала хроматографа определяется как СКОСЗ случайных изменений сигнала хроматографа на временном интервале, равном полуширине пика контрольного вещества и рассчитывается по формуле

$$\Delta x = 1,96 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left[x_i - \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_j \right]^2}{(n-1)}}$$

где x_i - измеренное значение нулевого сигнала в i й момент времени, n - число измеренных значений нулевого сигнала.

Опробование

Контрольное вещество	Время выхода, с	Высота пика, пА	Площадь пика, пА*с	Полуширина пика, dt, с
пропан	423,56	782,5	22934,8	26,48

Исследование статистических характеристик шума

ПИД

Время записи уровня шума, в полуширинах пика dW	22,6
Временной интервал, на котором определяется СКОСЗ шума, (dW)	1
Среднее значение шума, нА	0,000007

Поверку провел: _____ *Корешков В.Н.*

Отчет **UniChrom™**. Новые аналитические системы©, т. +375-17-226-25-17 www.unichrom.com

Рис.3. Страница отчета по определению статистических характеристик шума хроматографа.

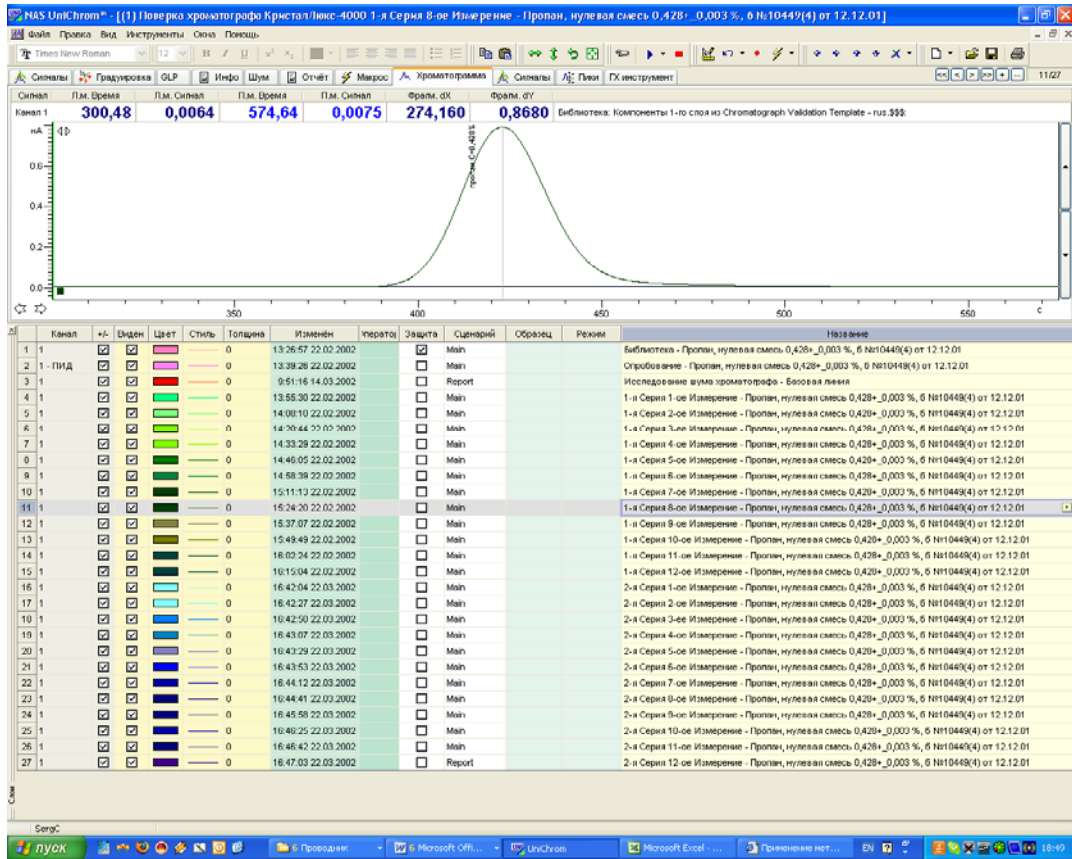


Рис. 4. Страница с закладкой Хроматограмма. Выбран масштаб хроматограммы с зарегистрированным пиком контрольного вещества так, чтобы было наглядно видно его размах.

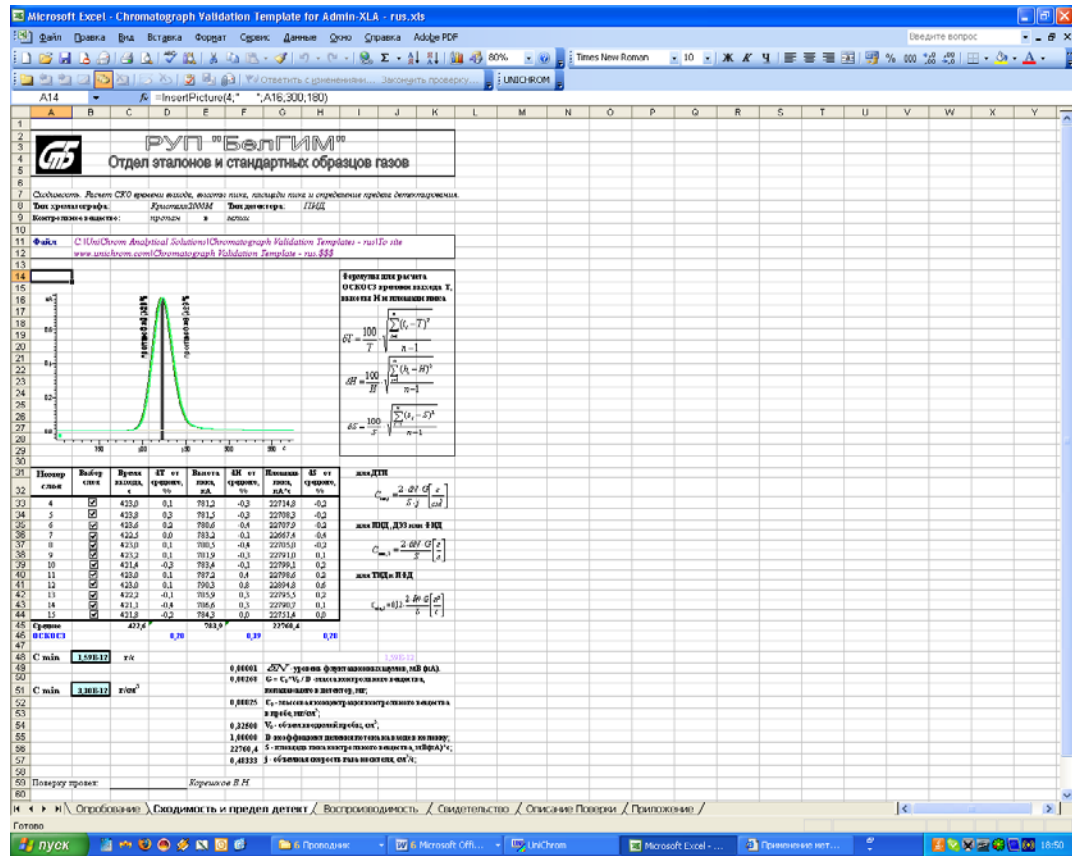


Рис. 5. Так выглядит в MS Excel страница отчета по определению ОСКОСЗ выходного сигнала и минимального предела детектирования хроматографа.



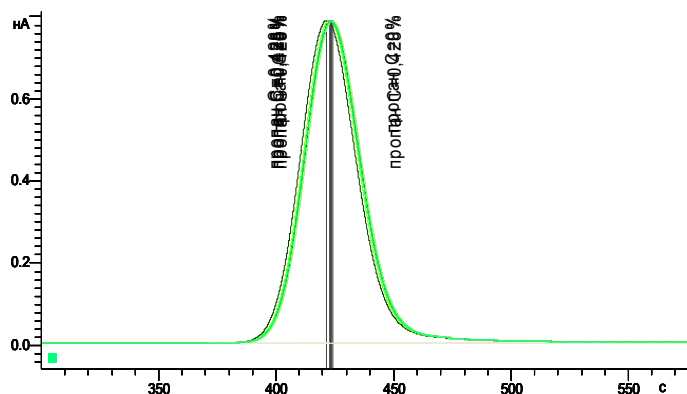
РУП "БЕЛГИМ"

Отдел эталонов и стандартных образцов газов

Сходимость. Расчет СКО времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования.

Тип хроматографа: **Кристалл2000М** Тип детектора: **ПИД**
 Контрольное вещество: **пропан** в **гелии**

Файл: C:\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation Templates - rus\To site
 www.unichrom.com\Chromatograph Validation Template - rus.\$\$\$



Формулы для расчета ОСКОСЗ
 времени выхода T, высоты H и
 площади пика S

$$\delta T = \frac{100}{T} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - T)^2}{n-1}}$$

$$\delta H = \frac{100}{H} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - H)^2}{n-1}}$$

$$\delta S = \frac{100}{S} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - S)^2}{n-1}}$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
4	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	781,2	-0,3	22714,8	-0,2
5	<input checked="" type="checkbox"/>	423,8	0,3	781,5	-0,3	22708,3	-0,2
6	<input checked="" type="checkbox"/>	423,6	0,2	780,6	-0,4	22707,9	-0,2
7	<input checked="" type="checkbox"/>	422,5	0,0	783,2	-0,1	22667,4	-0,4
8	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	780,5	-0,4	22705,8	-0,2
9	<input checked="" type="checkbox"/>	423,2	0,1	781,9	-0,3	22791,0	0,1
10	<input checked="" type="checkbox"/>	421,4	-0,3	783,4	-0,1	22799,1	0,2
11	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	787,2	0,4	22798,6	0,2
12	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	790,3	0,8	22894,8	0,6
13	<input checked="" type="checkbox"/>	422,2	-0,1	785,9	0,3	22795,5	0,2
14	<input checked="" type="checkbox"/>	421,1	-0,4	786,6	0,3	22790,7	0,1
15	<input checked="" type="checkbox"/>	421,8	-0,2	784,3	0,0	22751,4	0,0

для ДТН

$$C_{\min,1} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S \cdot j} \left[\frac{z}{\text{см}^3} \right]$$

для ПИД, ДЭЗ или ФИД

$$C_{\min,2} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{z}{\text{с}} \right]$$

для ТИД и ПФД

$$C_{\min,3} = 0,12 \cdot \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{zP}{\text{с}} \right]$$

Среднее ОСКОСЗ: 422,6 0,20 783,9 0,39 22760,4 0,28

C min: **1,59E-12** г/с

1,5932E-12

0,00001 δN - уровень флуктационных шумов, мВ (нА).

C min: **3,30E-12** г/см³

0,00268 $G = C_0 \cdot V_0 / D$ - масса контрольного вещества, попадающего в детектор, мг;

0,00825 C_0 - массовая концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см³;

0,32500 V_0 - объем вводимой пробы, см³;

1,00000 D - коэффициент деления потока на входе в колонку;

22760,4 S - площадь пика контрольного вещества, мВ(нА)*с;

0,48333 j - объемная скорость газа-носителя, см³/с;

Проверку провел: _____ **Корешков В.Н.**

Рис. 6. Страница отчета по определению ОСКОСЗ выходного сигнала и минимального предела детектирования хроматографа.



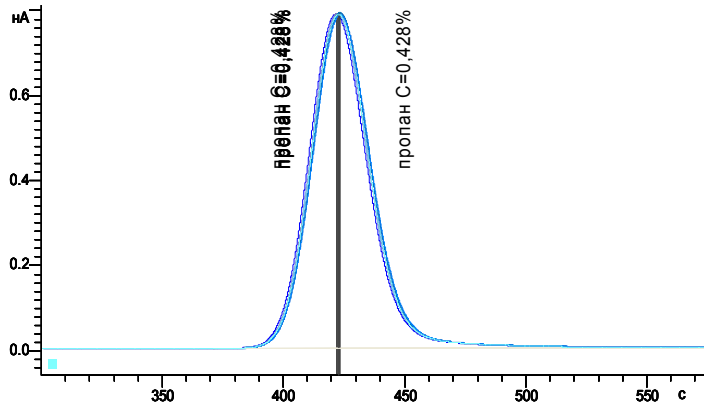
РУП "БЕЛГИМ"

Отдел эталонов и стандартных образцов газов

Воспроизводимость. Расчет СКО времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования через 48 часов.

Тип хроматографа: *Кристалл2000М* Тип детектора: *ПИД*
 Контрольное вещество: *пропан* в *гелии*

Файл *C:\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation Templates - rus\To site www.unichrom.com\Chromatograph Validation Template - rus.\$\$\$*



Формулы для расчета воспроизводимости величин времени выхода T, высоты H и площади пика S

$$\delta_{t,S} = \frac{S - S_t}{S} \cdot 100$$

$$\delta_{t,H} = \frac{H - H_t}{H} \cdot 100$$

$$\delta_{t,T} = \frac{T - T_t}{T} \cdot 100$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
16	<input checked="" type="checkbox"/>	423,8	0,3	781,5	-0,4	22716,4	-0,1
17	<input checked="" type="checkbox"/>	422,5	0,0	783,2	-0,2	22676,9	-0,3
18	<input checked="" type="checkbox"/>	423,2	0,2	781,9	-0,3	22781,6	0,2
19	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	787,2	0,3	22798,3	0,2
20	<input checked="" type="checkbox"/>	422,2	-0,1	785,9	0,2	22791,5	0,2
21	<input checked="" type="checkbox"/>	421,8	-0,2	784,3	0,0	22748,3	0,0
22	<input checked="" type="checkbox"/>	422,5	0,0	783,2	-0,2	22674,4	-0,3
23	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	787,2	0,3	22803,4	0,3
24	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	780,5	-0,5	22700,1	-0,2
25	<input checked="" type="checkbox"/>	421,4	-0,3	783,4	-0,2	22790,4	0,2
26	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	790,3	0,7	22906,2	0,7
27	<input checked="" type="checkbox"/>	421,1	-0,3	786,4	0,2	22563,9	-0,8

Среднее	422,5	784,6	22746,0
ОСКОСЗ	0,19	0,36	0,38
Ранее			
Среднее	423	784	22760
ОСКОСЗ	0,20	0,39	0,28
Воспр-ть	0,02	-0,09	0,06

Поверку провел: _____ *Корешков В.Н.*

Рис. 7. Страница отчета по определению ОСКОСЗ выходного сигнала хроматографа через 48 часов.

Протокол поверки хроматографа									
(наименование организации)									
Тип хроматографа:	Кристалллюкс4000			Зав. номер:	1686				
Тип детектора:	ПИД								
Порядковый номер по системе нумерации предприятия-изготовителя:									
Наименование и номера блоков:									
Условия поверки:									
температура окружающего воздуха, °С:				атмосферное давление, кПа:					
относительная влажность, %:				напряжение питания питающей сети,					
1. Определение предела детектирования.									
Наименование параметра			Значение параметра,			г/с			
Значение предела детектирования			По НД			действительное			
						1,59E-12			
2. Определение ОСКОСЗ выходного сигнала.									
Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОСЗ выходного сигнала, %			
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS	
423	781	22715							
424	782	22708							
422	783	22667							
423	781	22706							
423	782	22791	423	784	22752	0,2	0,3	0,2	
421	783	22799							
423	787	22799							
422	786	22796							
421	787	22791							
422	784	22751							
3. Определение допустимого предела значения изменения выходного сигнала через 48 часов.									
Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОСЗ выходного сигнала, %			
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS	
424	782	22716							
422	783	22677							
423	782	22782							
423	787	22798							
422	786	22792	422	784	22757	0,2	0,3	0,2	
422	784	22748							
422	783	22674							
423	787	22803							
421	783	22790							
421	787	22785							
Отклонение выходного сигнала, %			0,0	0,1	0,0				
5. Заключение:									
Поверку провел: <i>Гурьян Т.Г.</i>									

Рис. 8. Страница отчета с итоговым протоколом поверки хроматографа.

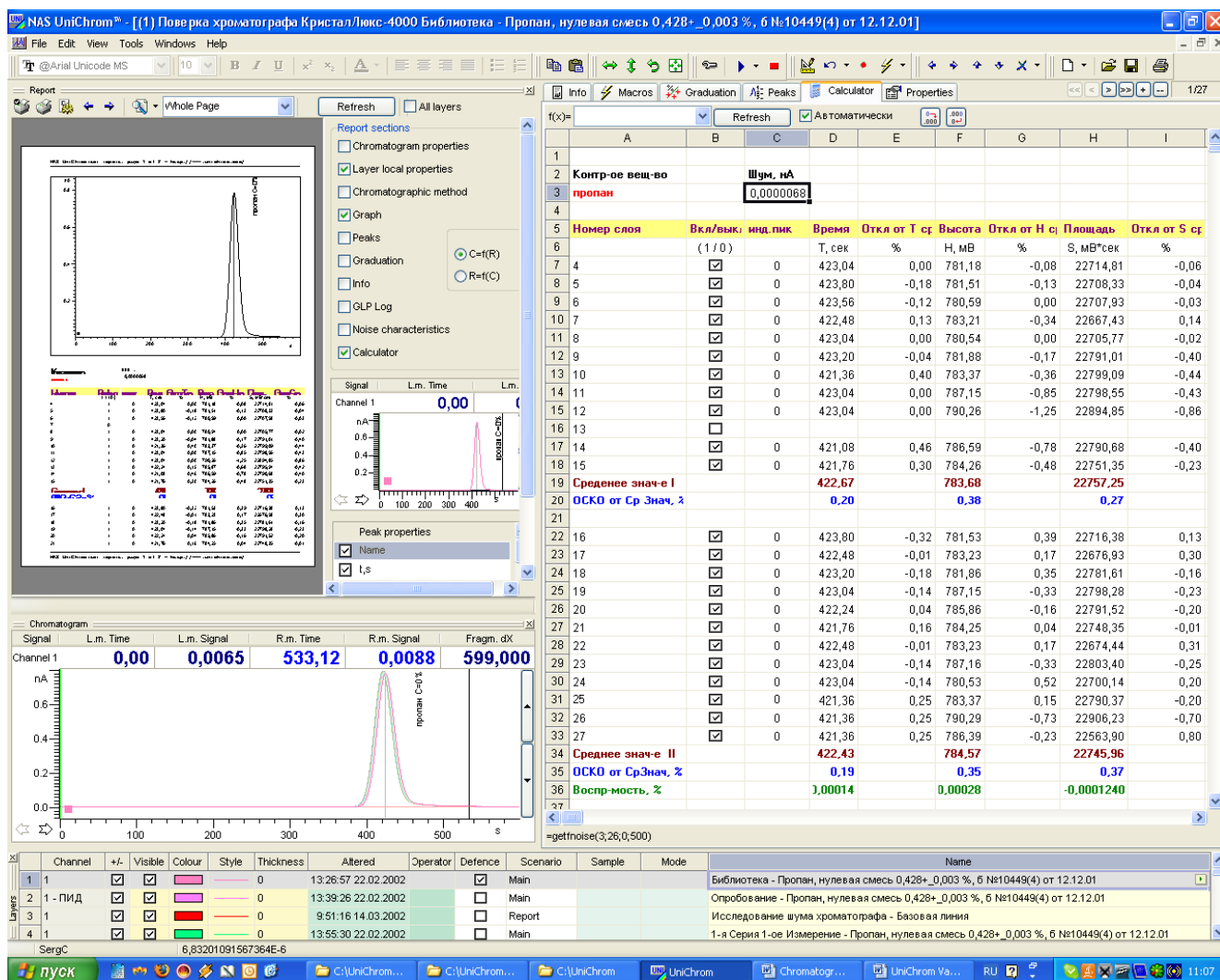


Рис. 9. Приведенные выше страницы метрологического отчета в MS Excel могут быть сгенерированы непосредственно в UniChrom в закладке Калькулятор. Без привлечения MS Office. Имеется возможность на одной странице вывести и провести статистический расчет всех необходимых параметров поверки.

Описание пакета шаблонов по оценке готовности хроматографа к поверке

Данная модификация пакета позволяет проводить экспертную оценку готовности хроматографа к поверке. Например, оценку величины сходимости и воспроизводимости проводить по любому количеству, выбираемому экспертом - **Admin**, измеренных хроматограмм.

Ниже для наглядности в качестве примера приведены экранные копии страниц получаемого с помощью шаблона **Chromatograph Validation Template for Admin - rus.xls** итогового отчета выполненной поверки.

Указанные выше шаблоны **Chromatograph Validation Template - rus.***** и **Chromatograph Validation Template for Admin - rus.xls** размещены на сайте www.unichrom.com/validation и их можно свободно копировать.



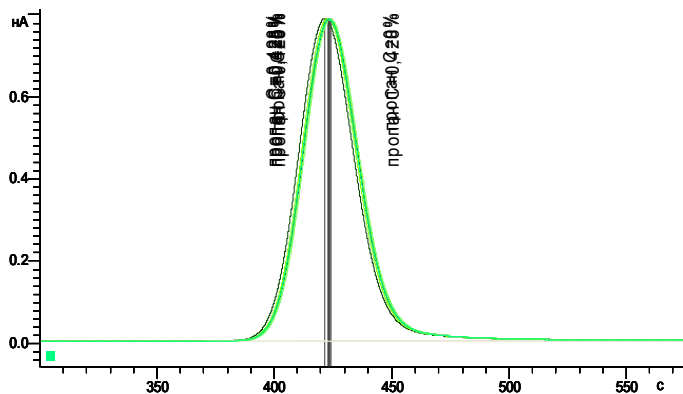
РУП "БелГим"

Отдел эталонов и стандартных образцов газов

Сходимость. Расчет СКО времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования.

Тип хроматографа: **Кристалл2000М** Тип детектора: **ПИД**
 Контрольное вещество: **пропан** в **гелии**

Файл **C:\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation Templates - rus\To site**
www.unichrom.com\Chromatograph Validation Template - rus.\$\$\$



Формулы для расчета ОСКОС3
 времени выхода T, высоты H и
 площади пика S

$$\delta T = \frac{100}{T} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - T)^2}{n-1}}$$

$$\delta H = \frac{100}{H} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - H)^2}{n-1}}$$

$$\delta S = \frac{100}{S} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - S)^2}{n-1}}$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
4	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	781,2	-0,3	22714,8	-0,2
5	<input checked="" type="checkbox"/>	423,8	0,3	781,5	-0,2	22708,3	-0,2
6	<input checked="" type="checkbox"/>	423,6	0,2	780,6	-0,3	22707,9	-0,2
7	<input type="checkbox"/>						
8	<input type="checkbox"/>						
9	<input checked="" type="checkbox"/>	423,2	0,1	781,9	-0,2	22791,0	0,1
10	<input checked="" type="checkbox"/>	421,4	-0,3	783,4	0,0	22799,1	0,2
11	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	787,2	0,5	22798,6	0,2
12	<input type="checkbox"/>						
13	<input type="checkbox"/>						
14	<input checked="" type="checkbox"/>	421,1	-0,4	786,6	0,4	22790,7	0,1
15	<input type="checkbox"/>						

для ДТН

$$C_{\min,1} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S \cdot j} \left[\frac{z}{\text{см}^3} \right]$$

для ПИД, ДЭЗ или ФИД

$$C_{\min,2} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{z}{\text{с}} \right]$$

для ТИД и ПФД

$$C_{\min,3} = 0,12 \cdot \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{zP}{\text{с}} \right]$$

Среднее ОСКОС3 422,7 0,25 783,2 0,34 22758,6 0,20

C min **1,59E-12** г/с

1,5933E-12

0,00001 δN - уровень флуктуационных шумов, мВ (нА).

C min **3,30E-12** г/см³

0,00268 $G = C_0 \cdot V_0 / D$ - масса контрольного вещества, попадающего в детектор, мг;

0,00825 C_0 - массовая концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см³;

0,32500 V_0 - объем вводимой пробы, см³;

1,00000 D - коэффициент деления потока на входе в колонку;

22758,6 S - площадь пика контрольного вещества, мВ(нА)*с;

0,48333 j - объемная скорость газа-носителя, см³/с;

Проверку провел: _____ **Корешков В.Н.**

Рис. 10. Страница отчета по определению ОСКОС3 выходного сигнала и минимального предела детектирования хроматографа. В расчет не включены слои 7, 8, 12, 13, 15.

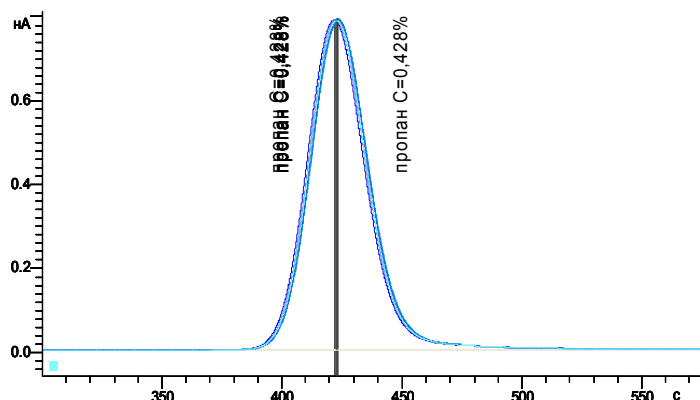


РУП "БелГИМ"
 Отдел эталонов и стандартных образцов газов

Воспроизводимость. Расчет СКО времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования через 48 часов.

Тип хроматографа: *Кристалл2000М* Тип детектора: *ПИД*
 Контрольное вещество: *пропан* в *гелии*

Файл *C:\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation Templates - rus\To site
 www.unichrom.com\Chromatograph Validation Template - rus.\$\$\$*



Формулы для расчета воспроизводимости величин времени выхода T, высоты H и площади пика S

$$\delta_{t,S} = \frac{S - S_t}{S} \cdot 100$$

$$\delta_{t,H} = \frac{H - H_t}{H} \cdot 100$$

$$\delta_{t,T} = \frac{T - T_t}{T} \cdot 100$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
16	<input checked="" type="checkbox"/>	423,8	0,3	781,5	-0,4	22716,4	-0,3
17	<input type="checkbox"/>						
18	<input checked="" type="checkbox"/>	423,2	0,1	781,9	-0,3	22781,6	0,0
19	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	787,2	0,3	22798,3	0,1
20	<input checked="" type="checkbox"/>	422,2	-0,1	785,9	0,2	22791,5	0,1
21	<input checked="" type="checkbox"/>	421,8	-0,2	784,3	0,0	22748,3	-0,1
22	<input type="checkbox"/>						
23	<input checked="" type="checkbox"/>	423,0	0,1	787,2	0,3	22803,4	0,1
24	<input type="checkbox"/>						
25	<input checked="" type="checkbox"/>	421,4	-0,3	783,4	-0,1	22790,4	0,1
26	<input type="checkbox"/>						
27	<input type="checkbox"/>						

Среднее		422,6		784,5		22775,7	
ОСКОСЗ			0,21		0,30		0,14
Ранее							
Среднее		423		783		22759	
ОСКОСЗ			0,25		0,34		0,20
Воспр-ть		0,02		-0,16		-0,08	

Поверку провел: _____ *Корешков В.Н.*

Рис. 11. Страница отчета по определению ОСКОСЗ выходного сигнала хроматографа через 48 часов. В расчет не включены слои 17, 22, 24, 26, 27.

Протокол поверки хроматографа

(наименование организации)

Тип хроматографа: Кристалл2000М Зав. номер: 1686

Тип детектора: ПВД

Порядковый номер по системе нумерации предприятия-изготовителя: _____

Наименование и номера блоков: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха, °С: _____ атмосферное давление, кПа: _____

относительная влажность, %: _____ напряжение питания питающей сети, В: _____

1. Определение предела детектирования.

Наименование параметра	Значение параметра, г/с	
	По НД	действительное
Значение предела детектирования		1,59E-12

2. Определение ОСКОСЗ выходного сигнала.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОСЗ выходного сигнала, %		
t _i	h _i	S _i	t	h	S	δt	δh	δS
423	781	22715						
424	782	22708						
424	781	22708						
			423	783	22759	0,3	0,3	0,2
423	782	22791						
421	783	22799						
423	787	22799						
421	787	22791						

3. Определение допустимого предела значения изменения выходного сигнала через 48 часов.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОСЗ выходного сигнала, %		
t _i	h _i	S _i	t	h	S	δt	δh	δS
424	782	22716						
423	782	22782						
423	787	22798						
422	786	22792	423	784	22776	0,2	0,3	0,1
422	784	22748						
423	787	22803						
421	783	22790						

Отклонение выходного сигнала, % 0,0 0,2 0,1

5. Заключение: _____

Поверку провел: _____ *Корешков В.Н.*

Рис.12. Страница отчета с итоговым протоколом оценки готовности хроматографа к поверке по шаблону Chromatograph Validation Template for Admin - rus.xls

Особенности шаблонов выполнения методики поверки хроматографов “Хроматэк-Кристалл 5000” с ПО UniChrom по МП 214.2.840.043Д

Высота пика из UniChrom в шаблон MS Excel передается в тысячных долях. Как следствие, в случае отображения отклика сигнала в UniChrom в вольтах (В) в ячейки шаблона Excel величина сигнала отображается в милливольтках (мВ). В случае отображения отклика сигнала в UniChrom в наноамперах (нА) в ячейки шаблона Excel величина сигнала отображается в пикоамперах (пА).

В некоторых методиках поверки, разработанных непосредственно производителями аналитического оборудования, приводятся различные, в зависимости от типа детектора, коэффициенты преобразования отображаемой величины сигнала. Для таких случаев в шаблоне поверки предусмотрена возможность введения необходимых корректировок коэффициента преобразования отображаемой величины сигнала.

В качестве примера работы шаблона отчета в таком случае ниже приведены экранные копии страниц отчета поверки хроматографа “Хроматэк-Кристалл 5000” с пламенно-фотометрическим детектором (ПФД), электронно-захватным детектором (ЭЗД), детектором по теплопроводности (ДТП) по методике поверки МП 214.2.840.043Д.

Также необходимо обратить внимание на то, что в подобных методиках поверки введено свое, оригинальное, определение уровня шума. Для удобства пользователя в UniChrom в закладке “Шум” предусмотрено автоматическое представление нескольких наиболее часто встречающихся вариантов значений уровня шума.

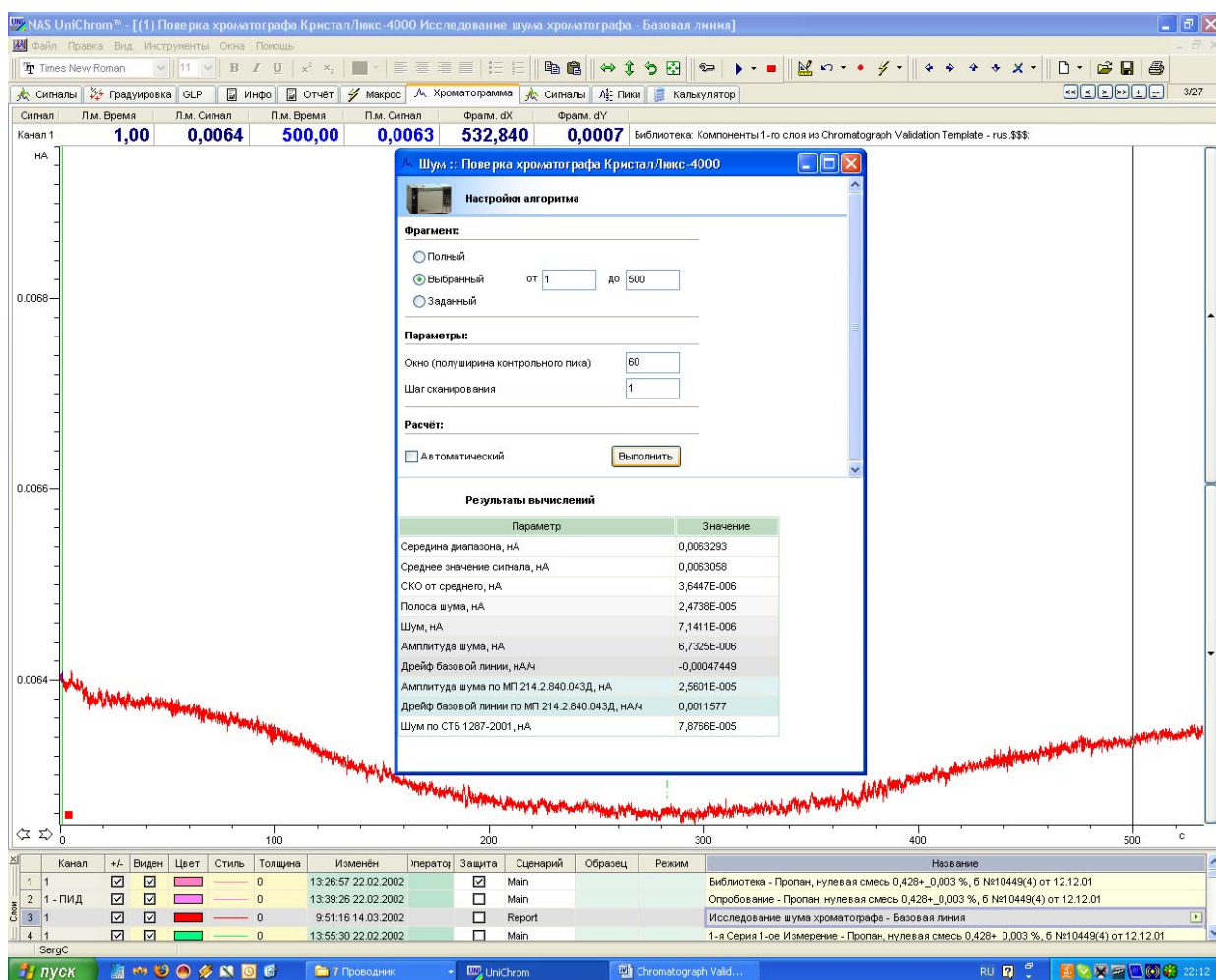


Рис. 13. Закладка “Шум”.

Поверка хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПФД


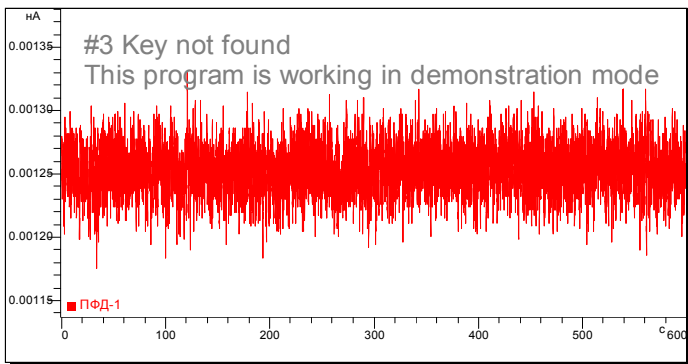
		ЗАО СКБ "Хроматэк"^{ОО} Методическая лаборатория Е.И.Токтаева	
Опробование. Исследование статистических характеристик шума.			
Тип хроматографа:	<i>Кристалл-5000</i>	Зав. номер:	5555
Тип детектора:	<i>ПФД</i>		
Контрольное вещество:	<i>метафос в гексане</i>		
Температура инжектора, °C:	<i>250</i>	Расход газа-носителя, см ³ /мин:	<i>10</i>
Температура термостата, °C:	<i>200</i>	Расход воздуха, см ³ /мин:	<i>140</i>
Температура детектора, °C:	<i>200</i>	Расход водорода, см ³ /мин:	<i>40</i>
Концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см ³ :	<i>0,010</i>	Коэффициент деления потока на входе в колонку:	<i>1</i>
Объем вводимой пробы, см ³ :	<i>0,001</i>	Дата, ДД-ММ-ГГГГ :	<i>22-09-2006</i>
Файл	<i>C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation STB 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ПФД - Шаблон от Хроматэк.uwb</i>		
		<p>В первом слое находится образцовая хроматограмма опробования.</p> <p>Во втором - опробование. В третьем слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа. Длительность записи составляет не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.</p> <p>Уровень флуктационных шумов нулевого сигнала хроматографа определяется как ОСКОСЗ случайных изменений сигнала сигнала хроматографа на временном интервале, равным полуширине пика контрольного вещества и рассчитывается по формуле</p> $\Delta x = 1,96 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n \left[x_i - \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_j \right]^2} / (n-1)$ <p>где x_i - измеренное значение нулевого сигнала в i-й момент времени, n - число измеренных значений нулевого сигнала.</p>	
Опробование			
Контрольное вещество	Время выхода, с	Высота пика, пА	Площадь пика, пА*с
метафос	77,9	18057,7	98984,8
			Полуширина пика, dt, с
			5,1
Исследование статистических характеристик шума		ПФД	
Время записи уровня шума, в полуширинах пика dW	117,2		
Временной интервал, на котором определяется ОСКОСЗ шума, (dW)	1		
Среднее значение шума, нА	0,037235		
Коэффициент пересчета (см. Приложение)	1000000		
Поверку провел:	_____ <i>Токтаев Е.И.</i>		
Отчет UniChrom™ . Новые аналитические системы©, т. +375-17-226-25-17 www.unichrom.com			

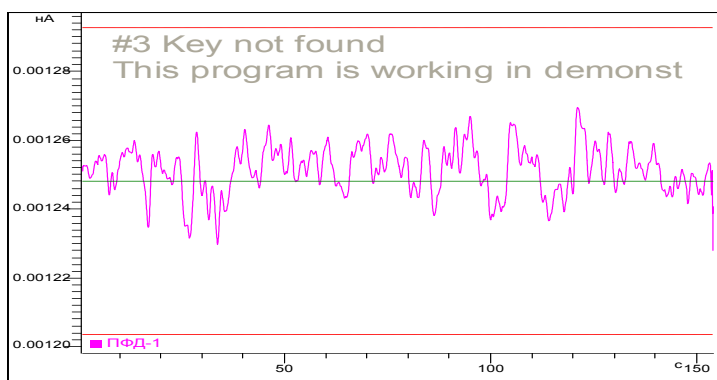
Рис. 13а. Страница отчета по определению статистических характеристик шума хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПФД. Цифровая фильтрация не включена.



ЗАО СКБ "Хроматэк"⁰⁰
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

Тип хроматографа:	<i>Кристалл-5000</i>	Зав. номер:	5555
Тип детектора:	<i>ПФД</i>		
Контрольное вещество:	<i>метафос в гексане</i>		
Температура инжектора, °С:	<i>250</i>	Расход газа-носителя, см ³ /мин:	<i>10</i>
Температура термостата, °С:	<i>200</i>	Расход воздуха, см ³ /мин:	<i>140</i>
Температура детектора, °С:	<i>200</i>	Расход водорода, см ³ /мин:	<i>40</i>
Концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см ³ :	<i>0,010</i>	Коэффициент деления потока на входе в колонку:	<i>1</i>
Объем вводимой пробы, см ³ :	<i>0,001</i>	Дата, ДД-ММ-ГГГГ :	<i>22-09-2006</i>
Файл	<i>C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ПФД - Шаблон от Хроматэк.uwb</i>		



В первом слое находится образцовая хроматограмма опробования.
 Во втором - опробование. В третьем слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа. Длительность записи составляет не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.
 Уровень флуктационных шумов нулевого сигнала хроматографа определяется как ОСКОСЗ случайных изменений сигнала сигнала хроматографа на временном интервале, равным полуширине пика контрольного вещества и рассчитывается по формуле

$$\Delta x = 1,96 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left[x_i - \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_j \right]^2}{(n-1)}}$$

где x_i - измеренное значение нулевого сигнала в i -й момент времени, n - число измеренных значений нулевого сигнала.

Опробование

Контрольное вещество	Время выхода, с	Высота пика, пА	Площадь пика, пА*с	Полуширина пика, dt, с
метафос	77,9	18057,7	98984,8	5,1

Исследование статистических характеристик шума **ПФД**

Время записи уровня шума, в полуширинах пика dW	117,2
Временной интервал, на котором определяется ОСКОСЗ шума, (dW)	1
Среднее значение шума, нА	0,007360
Коэффициент пересчета (см. Приложение)	1000000

Поверку провел: _____ *Токтаев Е.И.*

Рис. 14. Страница отчета по определению статистических характеристик шума хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПФД. Включена цифровая фильтрация: 20 точек, «фирменная фильтрация».



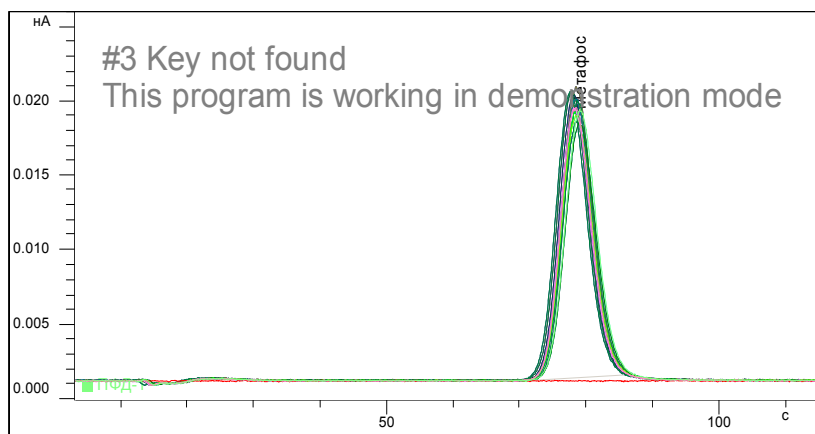
ЗАО СКБ "Хроматэк"^{ОО}

Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Сходимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ПФД** Зав. номер: **5555**
 Контрольное вещество: **метафос** в **гексане**

Файл **C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation STB 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ПФД - Шаблон от Хроматэк.uwb**



Формулы для расчета ОСКОСЗ времени выхода T , высоты H и площади пика S

$$\delta T = \frac{100}{T} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - T)^2}{n-1}}$$

$$\delta H = \frac{100}{H} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - H)^2}{n-1}}$$

$$\delta S = \frac{100}{S} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - S)^2}{n-1}}$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
4	<input checked="" type="checkbox"/>	78,8	0,9	17923,5	-3,8	100432,2	-3,7
5	<input checked="" type="checkbox"/>	78,3	0,2	17676,3	-5,1	101343,5	-2,8
6	<input checked="" type="checkbox"/>	78,4	0,3	17886,2	-4,0	99470,3	-4,6
7	<input type="checkbox"/>						
8	<input checked="" type="checkbox"/>	78,4	0,4	18567,8	-0,3	101360,7	-2,8
9	<input checked="" type="checkbox"/>	78,3	0,2	18671,5	0,2	103813,3	-0,5
10	<input checked="" type="checkbox"/>	77,4	-1,0	19169,5	2,9	107674,4	3,2
11	<input checked="" type="checkbox"/>	77,9	-0,4	19022,0	2,1	106142,9	1,8
12	<input type="checkbox"/>						
13	<input checked="" type="checkbox"/>	78,2	0,1	19458,3	4,5	110099,8	5,5
14	<input checked="" type="checkbox"/>	78,2	0,0	18652,5	0,1	104474,9	0,2
15	<input checked="" type="checkbox"/>	77,7	-0,6	19231,9	3,3	108335,3	3,9

Среднее ОСКОСЗ **78,2** **0,53** **18625,9** **3,33** **104314,7** **3,51**

для ДТН

$$C_{min1} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S \cdot j} \left[\frac{z}{cm^3} \right]$$

для ПИД, ЭЗД или ФИД

$$C_{min,2} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{z}{c} \right]$$

для ТИД и ПФД

$$C_{min3} = 0,118 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{zP}{c} \right]$$

$$C_{min4} = 0,122 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{zS}{c} \right]$$

7,139E-12

C min **8,42E-13** гР/с
 8,71E-13 гS/с

- 0,03724** δN - уровень флуктационных шумов, мВ (нА).
- 0,00001** $G = C_0 \cdot V_0 / D$ - масса контрольного вещества, поступающего в детектор, мг;
- 0,01000** C_0 - массовая концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см³;
- 0,00100** V_0 - объем вводимой пробы, см³;
- 1,00000** D - коэффициент деления потока на входе в колонку;
- 104314,7** S - площадь пика контрольного вещества, мВ(пА)*с;
- 0,16667** j - объемная скорость газа-носителя, см³/с;

C min **4,28E-11** г/см³

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 15. Страница отчета по определению ОСКОСЗ выходного сигнала и минимального предела детектирования хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПФД.

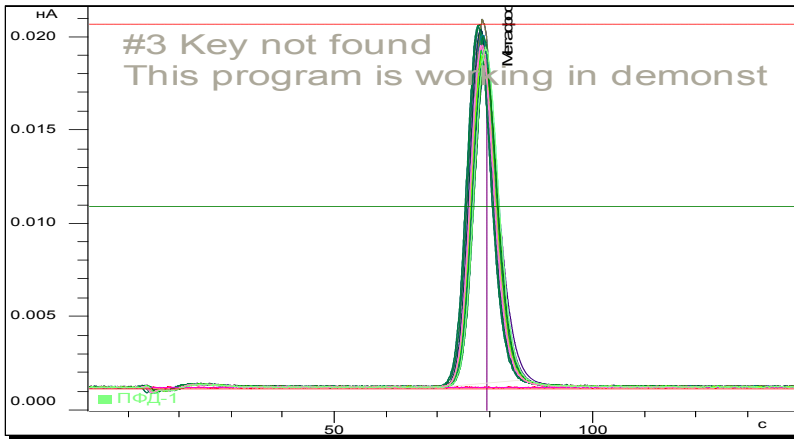


ЗАО СКБ "Хроматэк"
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Сходимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ПФД** Зав. номер: **5555**
 Контрольное вещество: **метафос** в **гексане**

Файл: *C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ПФД - Шаблон от Хроматэк.uwb*



Формулы для расчета ОСКОСЗ времени выхода T, высоты H и площади пика S

$$\delta T = \frac{100}{T} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - T)^2}{n-1}}$$

$$\delta H = \frac{100}{H} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - H)^2}{n-1}}$$

$$\delta S = \frac{100}{S} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - S)^2}{n-1}}$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
4	<input checked="" type="checkbox"/>	78,8	0,9	17923,5	-3,8	100432,2	-3,7
5	<input checked="" type="checkbox"/>	78,3	0,2	17676,3	-5,1	101343,5	-2,8
6	<input checked="" type="checkbox"/>	78,4	0,3	17886,2	-4,0	99470,3	-4,6
7	<input type="checkbox"/>						
8	<input checked="" type="checkbox"/>	78,4	0,4	18567,8	-0,3	101360,7	-2,8
9	<input checked="" type="checkbox"/>	78,3	0,2	18671,5	0,2	103813,3	-0,5
10	<input checked="" type="checkbox"/>	77,4	-1,0	19169,5	2,9	107674,4	3,2
11	<input checked="" type="checkbox"/>	77,9	-0,4	19022,0	2,1	106142,9	1,8
12	<input type="checkbox"/>						
13	<input checked="" type="checkbox"/>	78,2	0,1	19458,3	4,5	110099,8	5,5
14	<input checked="" type="checkbox"/>	78,2	0,0	18652,5	0,1	104474,9	0,2
15	<input checked="" type="checkbox"/>	77,7	-0,6	19231,9	3,3	108335,3	3,9
Среднее ОСКОСЗ		78,2	0,53	18625,9	3,33	104314,7	3,51

для ДТН

$$C_{min,1} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \left[\frac{z}{cm^3} \right]}{S \cdot j}$$

для ПИД, ЭЗД или ФИД

$$C_{min,2} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \left[\frac{z}{c} \right]}{S}$$

для ТИД и ПФД

$$C_{min,3} = 0,118 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \left[\frac{zP}{c} \right]}{S}$$

$$C_{min,4} = 0,122 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \left[\frac{zS}{c} \right]}{S}$$

1,4112E-12

C min **1,67E-13** гP/c
1,72E-13 гS/c

C min **8,47E-12** г/см³

- 0,00736 δN - уровень флуктуационных шумов, мВ (нА).
- 0,00001 $G = C_0 \cdot V_0 / D$ - масса контрольного вещества, попадающего в детектор, мг;
- 0,01000 C_0 - массовая концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см³;
- 0,00100 V_0 - объем вводимой пробы, см³;
- 1,00000 D - коэффициент деления потока на входе в колонку;
- 104314,7 S - площадь пика контрольного вещества, мВ(нА)*с;
- 0,16667 j - объемная скорость газа-носителя, см³/с;

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 16. Страница отчета по определению ОСКОСЗ выходного сигнала и минимального предела детектирования хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПФД. Включена цифровая фильтрация: 20 точек, "фирменная фильтрация".



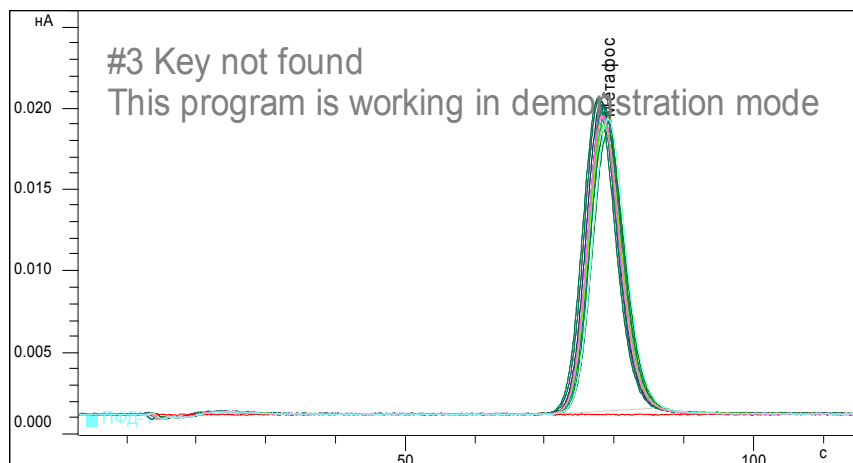
ЗАО СКБ "Хроматэк"

Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Воспроизводимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования через 48 часов.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ПФД** Зав. номер: **5555**
 Контрольное вещество: **метафос** в бу

Файл: *C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation STB 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ПФД - Шаблон от Хроматэк.uwb*



Формулы для расчета воспроизводимости величин времени выхода T , высоты H и площади пика S

$$\delta_{t,S} = \frac{S - S_t}{S} \cdot 100$$

$$\delta_{t,H} = \frac{H - H_t}{H} \cdot 100$$

$$\delta_{t,T} = \frac{T - T_t}{T} \cdot 100$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
16	<input checked="" type="checkbox"/>	78,8	0,8	17923,5	-2,7	100432,2	-2,5
17	<input type="checkbox"/>						
18	<input checked="" type="checkbox"/>	78,4	0,2	17886,2	-2,9	99470,3	-3,4
19	<input checked="" type="checkbox"/>	78,8	0,8	17124,2	-7,1	95907,8	-6,9
20	<input checked="" type="checkbox"/>	78,4	0,3	18567,8	0,8	101360,7	-1,6
21	<input checked="" type="checkbox"/>	78,3	0,1	18671,5	1,3	103813,3	0,8
22	<input checked="" type="checkbox"/>	77,4	-1,1	19169,5	4,0	107674,4	4,5
23	<input checked="" type="checkbox"/>	77,9	-0,5	19022,0	3,2	106142,9	3,0
24	<input checked="" type="checkbox"/>	78,4	0,2	17196,2	-6,7	96954,1	-5,9
25	<input checked="" type="checkbox"/>	78,2	0,0	19458,3	5,6	110099,8	6,9
26	<input type="checkbox"/>						
27	<input checked="" type="checkbox"/>	77,7	-0,7	19231,9	4,4	108335,3	5,2

Среднее	78,2	18425,1	103019,1
ОСКОСЗ		0,60	4,60
Ранее			
Среднее	78	18626	104315
ОСКОСЗ		0,53	3,33
Воспр-ть	-0,10	1,08	1,24

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 17. Страница отчета по определению по определению СКО выходного сигнала хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПФД.



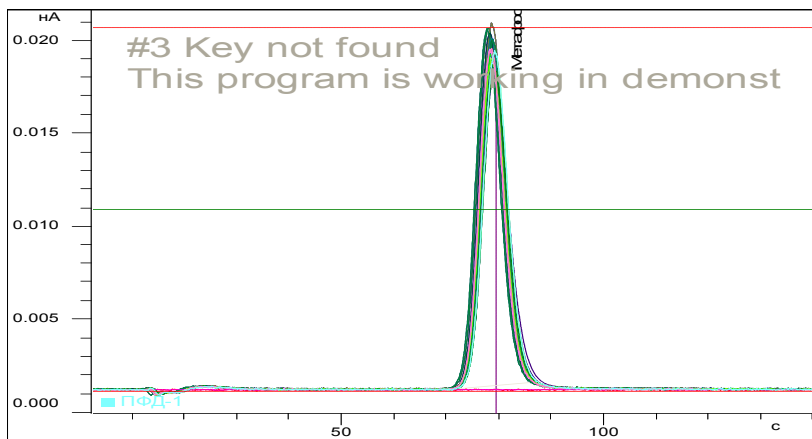
ЗАО СКБ "Хроматэк"
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Воспроизводимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования через 48 часов.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ПФД** Зав. номер: **5555**

Контрольное вещество: **метафос** в **гексане**

Файл: *C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ПФД - Шаблон от Хроматэк.uwb*



Формулы для расчета воспроизводимости величин времени выхода T, высоты H и площади пика S

$$\delta_{t,S} = \frac{S - S_t}{S} \cdot 100$$

$$\delta_{t,H} = \frac{H - H_t}{H} \cdot 100$$

$$\delta_{t,T} = \frac{T - T_t}{T} \cdot 100$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА ² с	dS от среднего, %
16	<input checked="" type="checkbox"/>	78,8	0,8	17923,5	-2,7	100432,2	-2,5
17	<input type="checkbox"/>						
18	<input checked="" type="checkbox"/>	78,4	0,2	17886,2	-2,9	99470,3	-3,4
19	<input checked="" type="checkbox"/>	78,8	0,8	17124,2	-7,1	95907,8	-6,9
20	<input checked="" type="checkbox"/>	78,4	0,3	18567,8	0,8	101360,7	-1,6
21	<input checked="" type="checkbox"/>	78,3	0,1	18671,5	1,3	103813,3	0,8
22	<input checked="" type="checkbox"/>	77,4	-1,1	19169,5	4,0	107674,4	4,5
23	<input checked="" type="checkbox"/>	77,9	-0,5	19022,0	3,2	106142,9	3,0
24	<input checked="" type="checkbox"/>	78,4	0,2	17196,2	-6,7	96954,1	-5,9
25	<input checked="" type="checkbox"/>	78,2	0,0	19458,3	5,6	110099,8	6,9
26	<input type="checkbox"/>						
27	<input checked="" type="checkbox"/>	77,7	-0,7	19231,9	4,4	108335,3	5,2

Среднее ОСКОСЗ	78,2	0,60	18425,1	4,60	103019,1	4,80
Ранее						
Среднее ОСКОСЗ	78	0,53	18626	3,33	104315	3,51
Воспр-ть	-0,10		1,08		1,24	

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Отчет **UniChrom™**. Новые аналитические системы©. т. +375-17-226-25-17 www.unichrom.com

Рис. 18. Страница отчета по определению по определению ОСКОСЗ выходного сигнала хроматографа через 48 часов (воспроизводимости) сигнала хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПФД. Включена цифровая фильтрация: 20 точек, «фирменная фильтрация».

Протокол поверки хроматографа

(наименование организации)

Тип хроматографа: Кристалл-5000 Зав. номер: 5555

Тип детектора: ПФД

Порядковый номер по системе нумерации предприятия-изготовителя: _____

Наименование и номера блоков: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха, °С: _____ атмосферное давление, кПа: _____

относительная влажность, %: _____ напряжение питания питающей сети, В: _____

1. Определение предела детектирования.

Наименование параметра	Значение параметра, г/с	
	По НД	действительное
Значение предела детектирования		8,42E-13

2. Определение ОСКОС3 выходного сигнала.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОС3 выходного сигнала, %		
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS
79	17923	100432						
78	17676	101343						
78	17886	99470						
78	18568	101361	78	18626	104315	0,5	3,3	3,5
78	18671	103813						
77	19169	107674						
78	19022	106143						
78	19458	110100						
78	18653	104475						
78	19232	108335						

3. Определение допускаемого предела значения изменения выходного сигнала через 48 часов.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОС3 выходного сигнала, %		
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS
79	17923	100432						
78	17886	99470						
79	17124	95908						
78	18568	101361	78	18425	103019	0,6	4,6	4,8
78	18671	103813						
77	19169	107674						
78	19022	106143						
78	17196	96954						
78	19458	110100						
78	19232	108335						

Отклонение выходного сигнала, % 0,1 1,1 1,2

5. Заключение:

Поверку провел: _____ *Токтаев Е.И.*

Рис. 19. Страница отчета с итоговым протоколом поверки хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПФД.

Протокол поверки хроматографа

(наименование организации)

Тип хроматографа: Кристалл-5000 Зав. номер: 5555

Тип детектора: ПФД

Порядковый номер по системе нумерации предприятия-изготовителя: _____

Наименование и номера блоков: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха, °С: _____ атмосферное давление, кПа: _____

относительная влажность, %: _____ напряжение питания питающей сети, В: _____

1. Определение предела детектирования.

Наименование параметра	Значение параметра, г/с	
	По НД	действительное
Значение предела детектирования		1,67E-13

2. Определение ОСКОС3 выходного сигнала.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОС3 выходного сигнала, %		
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS
79	17923	100432						
78	17676	101343						
78	17886	99470						
78	18568	101361	78	18626	104315	0,5	3,3	3,5
78	18671	103813						
77	19169	107674						
78	19022	106143						
78	19458	110100						
78	18653	104475						
78	19232	108335						

3. Определение допустимого предела значения изменения выходного сигнала через 48 часов.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОС3 выходного сигнала, %		
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS
79	17923	100432						
78	17886	99470						
79	17124	95908						
78	18568	101361	78	18425	103019	0,6	4,6	4,8
78	18671	103813						
77	19169	107674						
78	19022	106143						
78	17196	96954						
78	19458	110100						
78	19232	108335						

Отклонение выходного сигнала, % **0,1** **1,1** **1,2**


5. Заключение:

Поверку провел: _____ *Токтаев Е.И.*

Рис. 20. Страница отчета с итоговым протоколом поверки хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПФД. Включена цифровая фильтрация: 20 точек, “фирменная фильтрация”.

Поверка хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ЭЗД

Возможности цифровой фильтрации UniChrom на примере поверки хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ЭЗД.



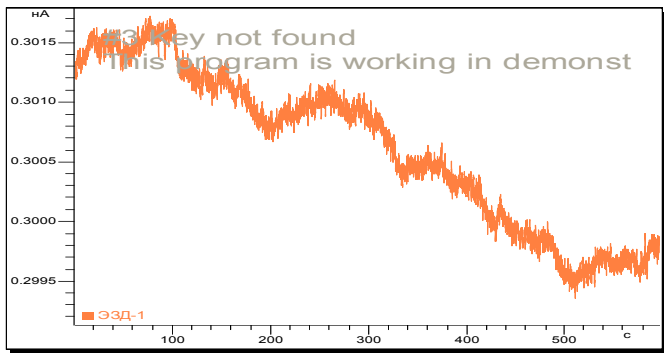
ЗАО СКБ "Хроматэк"

Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

Тип хроматографа:	Кристалл-5000	Зав. номер:	5556
Тип детектора:	ЭЗД		
Контрольное вещество:	линдан в гексане		
Температура инжектора, °С:	250	Расход газа-носителя, см ³ /мин:	30
Температура термостата, °С:	200	Расход воздуха, см ³ /мин:	0
Температура детектора, °С:	250	Расход водорода, см ³ /мин:	0
Концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см ³ :	0,000050	Коэффициент деления потока на входе в колонку:	1
Объем вводимой пробы, см ³ :	0,001	Дата, ДД-ММ-ГГГГ :	04-10-2006

Файл \\Port\D\temp\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ЭЗД - Шаблон от Хроматэк.uwb



В первом слое находится образцовая хроматограмма опробования.

Во втором - опробование. В третьем слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа. Длительность записи составляет не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.

Уровень флуктационных шумов нулевого сигнала хроматографа определяется как ОСКОСЗ случайных изменений сигнала хроматографа на временном интервале, равном полуширине пика контрольного вещества и рассчитывается по формуле

$$\Delta x = 1,96 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left[x_i - \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_j \right]^2}{(n-1)}}$$

где x_i - измеренное значение нулевого сигнала в i й момент времени, n - число измеренных значений нулевого сигнала.

Опробование

Контрольное вещество	Время выхода, с	Высота пика, пА	Площадь пика, пА*с	Полуширина пика, dt, с
линдан	147,8	46,7	460,9	9,0

Исследование статистических характеристик шума ЭЗД

Время записи уровня шума, в полуширинах пика dW	66,7
Временной интервал, на котором определяется ОСКОСЗ шума, (dW)	1
Среднее значение шума, НА	0,000042
Коэффициент пересчета (см. Приложение)	2500000000

Поверку провел: _____ Токтаев Е.И.

Отчет **UniChrom™**. Новые аналитические системы©, т. +375-17-226-25-17 www.unichrom.com

Рис. 21. Страница отчета по определению статистических характеристик шума хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ЭЗД. Цифровая фильтрация не включена.

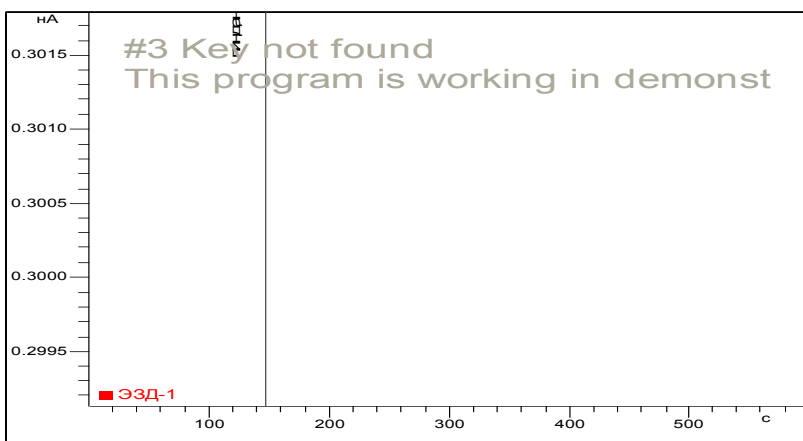


ЗАО СКБ "Хроматэк"
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Сходимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ЭЗД** Зав. номер: **5556**
 Контрольное вещество: **линдан** в **гексане**

Файл: \\Port\D\temp\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ЭЗД - Шаблон от Хроматэк.uwb



Формулы для расчета ОСКОСЗ времени выхода T, высоты H и площади пика S

$$\delta T = \frac{100}{T} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - T)^2}{n-1}}$$

$$\delta H = \frac{100}{H} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - H)^2}{n-1}}$$

$$\delta S = \frac{100}{S} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - S)^2}{n-1}}$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
4	<input checked="" type="checkbox"/>	146,6	0,2	53,4	-5,0	498,3	-4,8
5	<input checked="" type="checkbox"/>	146,6	0,2	56,1	-0,3	528,1	0,9
6	<input checked="" type="checkbox"/>	146,5	0,1	55,0	-2,3	519,2	-0,8
7	<input checked="" type="checkbox"/>	146,1	-0,1	61,1	8,6	566,3	8,2
8	<input checked="" type="checkbox"/>	147,1	0,6	53,2	-5,5	496,6	-5,1
9	<input checked="" type="checkbox"/>	146,3	0,0	53,0	-5,8	492,7	-5,8
10	<input checked="" type="checkbox"/>	146,1	-0,1	58,4	3,7	532,9	1,8
11	<input checked="" type="checkbox"/>	145,5	-0,5	56,6	0,6	514,8	-1,6
12	<input checked="" type="checkbox"/>	146,6	0,2	56,9	1,1	526,7	0,7
13	<input checked="" type="checkbox"/>	146,2	0,0	56,7	0,7	528,0	0,9
14	<input checked="" type="checkbox"/>	145,8	-0,3	59,5	5,8	547,4	4,6
15	<input checked="" type="checkbox"/>	146,0	-0,2	55,3	-1,7	527,8	0,9

Среднее ОСКОСЗ: **146,3** **0,30** **56,3** **4,49** **523,2** **4,06**

для ДТН

$$C_{\min j} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S \cdot j} \left[\frac{z}{\text{см}^3} \right]$$

для ПИД, ЭЗД или ФИД

$$C_{\min,2} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{z}{\text{с}} \right]$$

для ТИД и ПФД

$$C_{\min 3} = 0,118 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{zP}{\text{с}} \right]$$

$$C_{\min 4} = 0,122 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{zS}{\text{с}} \right]$$

8,0015E-15

C min **8,00E-15** г/с
 8,00E-15 г/с

C min **1,60E-14** г/см³

- 0,00004** δN - уровень флуктуационных шумов, мВ (НА).
- 0,00000005** $G = C_0 \cdot V_0 / D$ - масса контрольного вещества, поступающего в детектор, мг;
- 0,00005** C_0 - массовая концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см³;
- 0,00100** V_0 - объем вводимой пробы, см³;
- 1,00000** D - коэффициент деления потока на входе в колонку;
- 523,2** S - площадь пика контрольного вещества, мВ(пА)*с;
- 0,50000** j - объемная скорость газа-носителя, см³/с;

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 22. Страница отчета по определению ОСКОСЗ выходного сигнала и минимального предела детектирования хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ЭЗД. Цифровая фильтрация не включена.



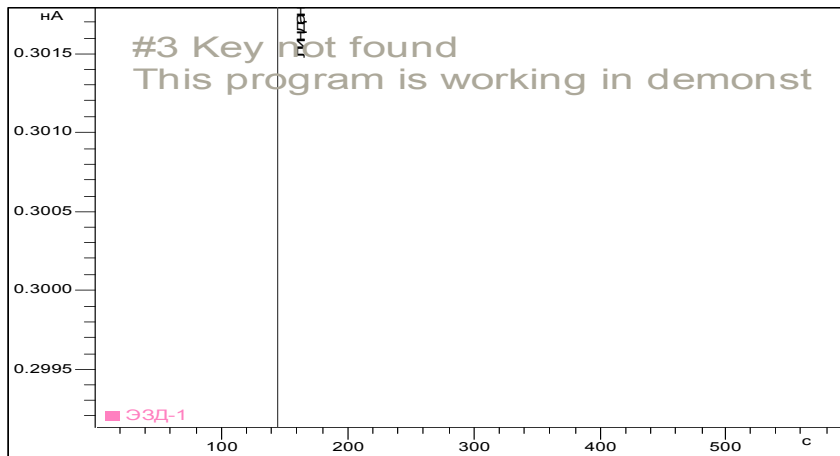
ЗАО СКБ "Хроматэк"
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Воспроизводимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования через 48 часов.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ЭЗД** Зав. номер: **5556**
 Контрольное вещество: **линдан** **В** **гексане**

Файл

\\Port\D\temp\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ЭЗД - Шаблон от Хроматэк.uwb



Формулы для расчета воспроизводимости величин времени выхода T , высоты H и площади пика S

$$\delta_{t,S} = \frac{S - S_t}{S} \cdot 100$$

$$\delta_{t,H} = \frac{H - H_t}{H} \cdot 100$$

$$\delta_{t,T} = \frac{T - T_t}{T} \cdot 100$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
16	<input checked="" type="checkbox"/>	143,9	-0,7	63,3	-0,9	564,4	-1,3
17	<input checked="" type="checkbox"/>	145,0	0,0	60,4	-5,6	540,0	-5,6
18	<input checked="" type="checkbox"/>	145,6	0,5	67,1	5,0	601,7	5,2
19	<input checked="" type="checkbox"/>	145,3	0,2	65,4	2,2	581,6	1,7
20	<input checked="" type="checkbox"/>	144,6	-0,3	61,2	-4,3	543,5	-5,0
21	<input checked="" type="checkbox"/>	145,7	0,5	66,0	3,3	598,3	4,6
22	<input checked="" type="checkbox"/>	145,3	0,2	65,1	1,8	580,7	1,5
23	<input checked="" type="checkbox"/>	144,7	-0,2	61,6	-3,6	554,9	-3,0
24	<input checked="" type="checkbox"/>	144,5	-0,3	63,8	-0,2	567,7	-0,7
25	<input checked="" type="checkbox"/>	145,6	0,4	64,8	1,3	579,0	1,2
26	<input checked="" type="checkbox"/>	144,8	-0,1	64,2	0,5	579,3	1,3
27	<input checked="" type="checkbox"/>	144,6	-0,2	64,3	0,6	571,5	-0,1

Среднее	145,0	63,9	571,9
ОСКОСЗ	0,37	3,16	3,35
Ранее			
Среднее	146	56	523
ОСКОСЗ	0,30	4,49	4,06
Воспр-ть	0,89	-13,63	-9,30

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 23. Страница отчета по определению по определению ОСКОСЗ выходного сигнала хроматографа через 48 часов. «Хроматэк-Кристалл 5000» с ЭЗД.



ЗАО СКБ "Хроматэк"⁰⁰
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

Тип хроматографа:	<i>Кристалл-5000</i>	Зав. номер:	5556
Тип детектора:	<i>ЭЗД</i>		
Контрольное вещество:	<i>линдан в гексане</i>		
Температура инжектора, °С:	<i>250</i>	Расход газа-носителя, см ³ /мин:	<i>30</i>
Температура термостата, °С:	<i>200</i>	Расход воздуха, см ³ /мин:	<i>0</i>
Температура детектора, °С:	<i>250</i>	Расход водорода, см ³ /мин:	<i>0</i>
Концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см ³ :	<i>0,00050</i>	Коэффициент деления потока на входе в колонку:	<i>1</i>
Объем вводимой пробы, см ³ :	<i>0,001</i>	Дата, ДД-ММ-ГГГГ :	<i>04-10-2006</i>
Файл	<i>\\Port\D\temp\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ЭЗД - Шаблон от Хроматэк.uwb</i>		



В первом слое находится образцовая хроматограмма опробования.
 Во втором - опробование. В третьем слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа. Длительность записи составляет не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.
 Уровень флуктационных шумов нулевого сигнала хроматографа определяется как ОСКОСЗ случайных изменений сигнала хроматографа на временном интервале, равном полуширине пика контрольного вещества и рассчитывается по формуле

$$\Delta x = 1,96 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left[x_i - \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_j \right]^2}{(n-1)}}$$

где x_i - измеренное значение нулевого сигнала в i -й момент времени, n - число измеренных значений нулевого сигнала.

Опробование

Контрольное вещество	Время выхода, с	Высота пика, пА	Площадь пика, пА*с	Полуширина пика, dt, с
линдан	147,8	46,7	460,9	9,0

Исследование статистических характеристик шума *ЭЗД*

Время записи уровня шума, в полуширинах пика dW	66,7
Временной интервал, на котором определяется ОСКОСЗ шума, (dW)	1
Среднее значение шума, нА	0,000009
Коэффициент пересчета (см. Приложение)	250000000

Поверку провел: _____ *Токтаев Е.И.*

Рис. 24. Страница отчета по определению статистических характеристик шума хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ЭЗД. Включена цифровая фильтрация: 20 точек, «фирменная фильтрация».

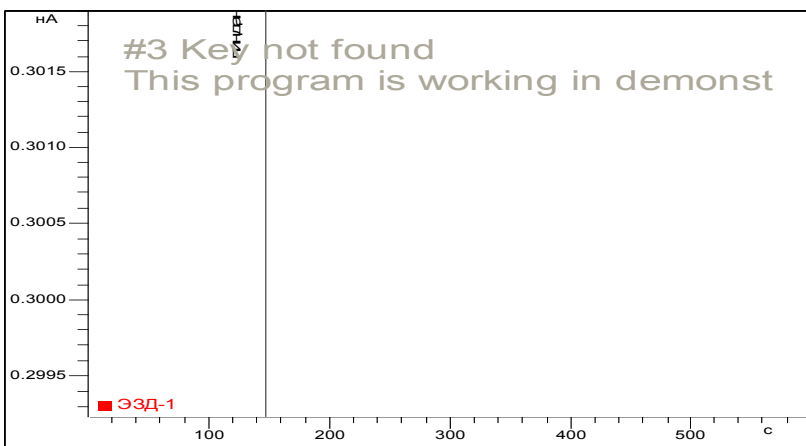


ЗАО СКБ "Хроматэк"
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Сходимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ЭЗД** Зав. номер: **5556**
 Контрольное вещество: **линдан** **в** **гексане**

Файл: \\Port\D\temp\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ЭЗД - Шаблон от Хроматэк.uwb



Формулы для расчета ОСКОСЗ времени выхода T, высоты H и площади пика S

$$\delta T = \frac{100}{T} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - T)^2}{n-1}}$$

$$\delta H = \frac{100}{H} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - H)^2}{n-1}}$$

$$\delta S = \frac{100}{S} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - S)^2}{n-1}}$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
4	<input checked="" type="checkbox"/>	146,6	0,2	53,4	-5,0	498,3	-4,8
5	<input checked="" type="checkbox"/>	146,6	0,2	56,1	-0,3	528,1	0,9
6	<input checked="" type="checkbox"/>	146,5	0,1	55,0	-2,3	519,2	-0,8
7	<input checked="" type="checkbox"/>	146,1	-0,1	61,1	8,6	566,3	8,2
8	<input checked="" type="checkbox"/>	147,1	0,6	53,2	-5,5	496,6	-5,1
9	<input checked="" type="checkbox"/>	146,3	0,0	53,0	-5,8	492,7	-5,8
10	<input checked="" type="checkbox"/>	146,1	-0,1	58,4	3,7	532,9	1,8
11	<input checked="" type="checkbox"/>	145,5	-0,5	56,6	0,6	514,8	-1,6
12	<input checked="" type="checkbox"/>	146,6	0,2	56,9	1,1	526,7	0,7
13	<input checked="" type="checkbox"/>	146,2	0,0	56,7	0,7	528,0	0,9
14	<input checked="" type="checkbox"/>	145,8	-0,3	59,5	5,8	547,4	4,6
15	<input checked="" type="checkbox"/>	146,0	-0,2	55,3	-1,7	527,8	0,9

Среднее ОСКОСЗ **146,3** **0,30** **56,3** **4,49** **523,2** **4,06**

для ДТП

$$C_{min1} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \cdot \left[\frac{z}{c} \right]}{S \cdot j \cdot \left[\frac{z}{cm^3} \right]}$$

для ПИД, ЭЗД или ФИД

$$C_{min,2} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \cdot \left[\frac{z}{c} \right]}{S \cdot \left[\frac{z}{c} \right]}$$

для ТИД и ПФД

$$C_{min3} = 0,118 \cdot \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \cdot \left[\frac{zP}{c} \right]}{S \cdot \left[\frac{z}{c} \right]}$$

$$C_{min4} = 0,122 \cdot \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \cdot \left[\frac{zS}{c} \right]}{S \cdot \left[\frac{z}{c} \right]}$$

1,6782E-15

C min **1,68E-15** г/с
 1,68E-15 г/с

C min **3,36E-15** г/см³

- 0,00001** δN - уровень флуктационных шумов, мВ (пА).
- 0,0000005** $G = C_0 \cdot V_0 / D$ - масса контрольного вещества, попадающего в детектор, мг;
- 0,00005** C_0 - массовая концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см³;
- 0,00100** V_0 - объем вводимой пробы, см³;
- 1,00000** D - коэффициент деления потока на входе в колонку;
- 523,2** S - площадь пика контрольного вещества, мВ(пА)*с;
- 0,50000** j - объемная скорость газа-носителя, см³/с;

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 25. Страница отчета по определению ОСКОСЗ выходного сигнала и минимального предела детектирования хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ЭЗД. Цифровая фильтрация включена.

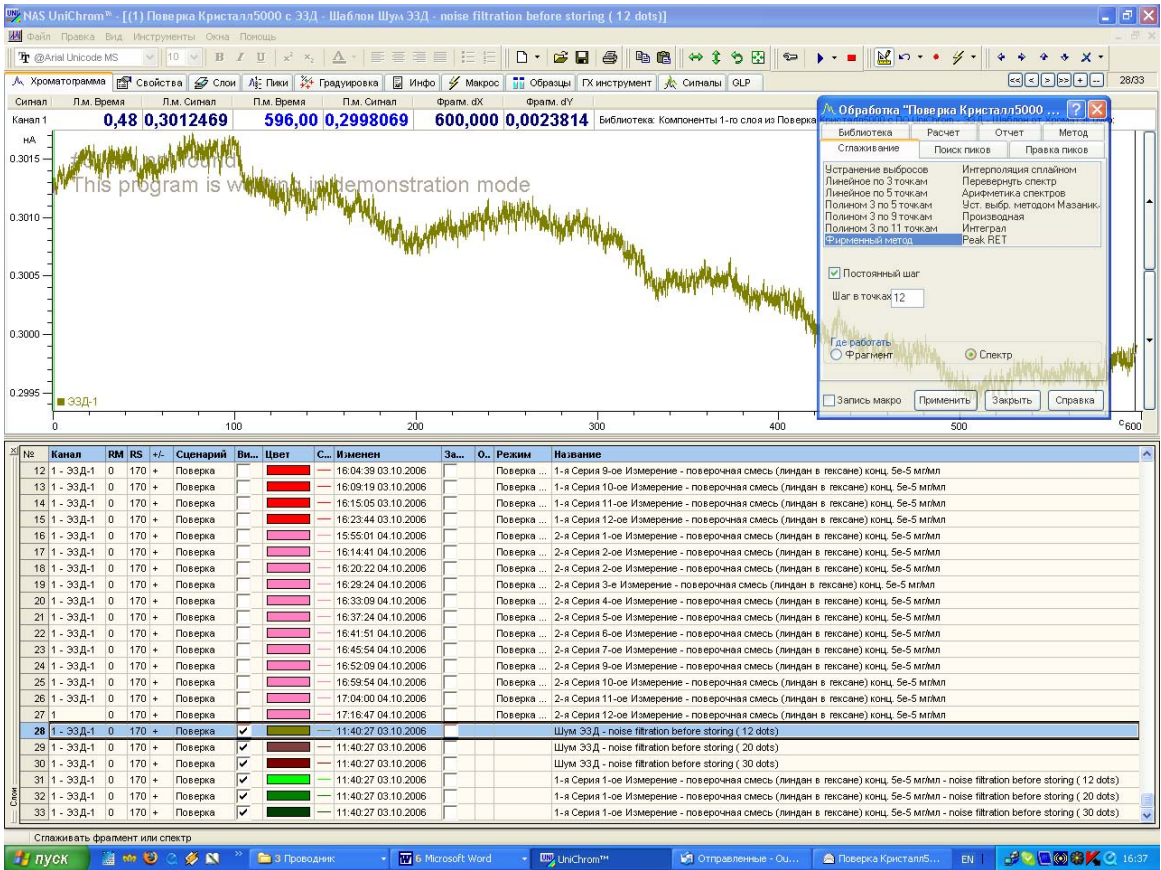


Рис. 26. Вот так назначается цифровая фильтрация.

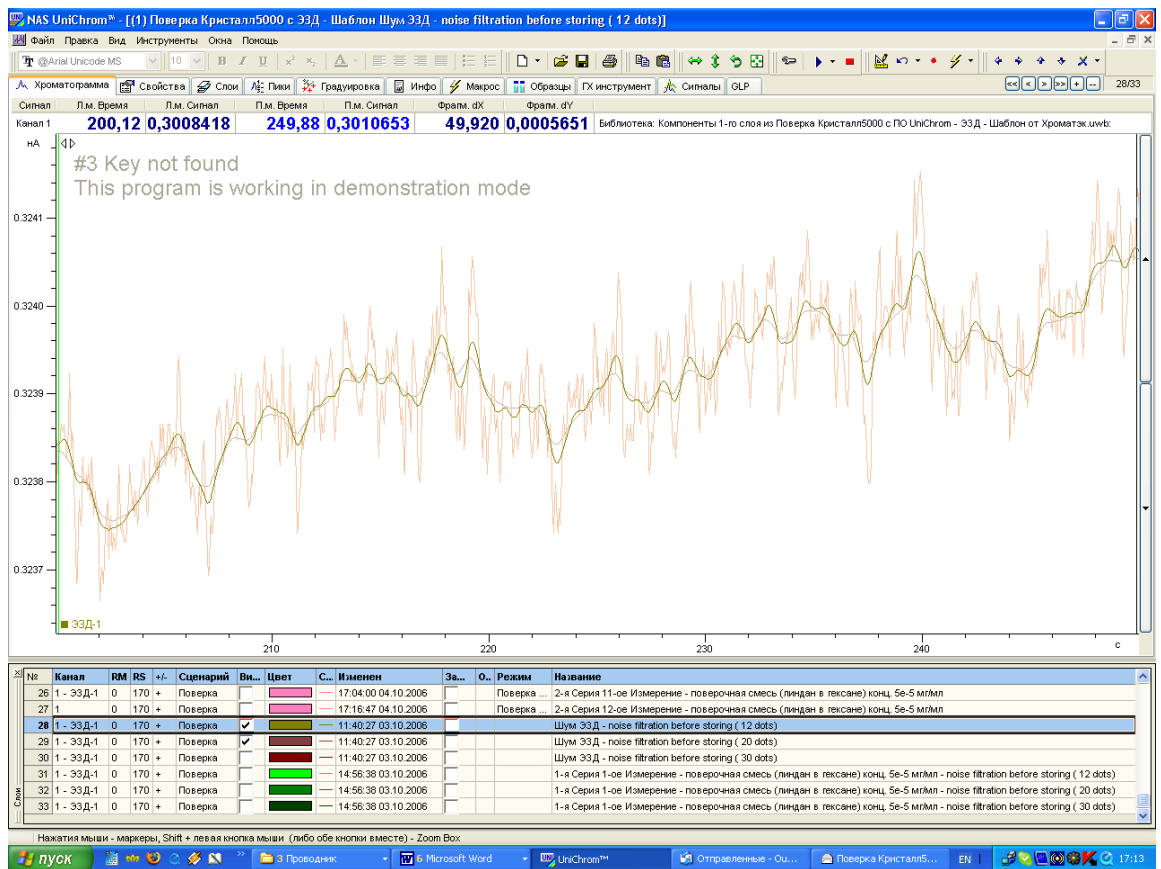


Рис. 27. Фрагменты хроматограмм шумовой дорожки с различными значениями параметров цифровой фильтрации. Всего видно 3 хроматограммы. Одна из них без цифровой фильтрации. Информацию об условиях записи хроматограмм приведена в закладке Слои.

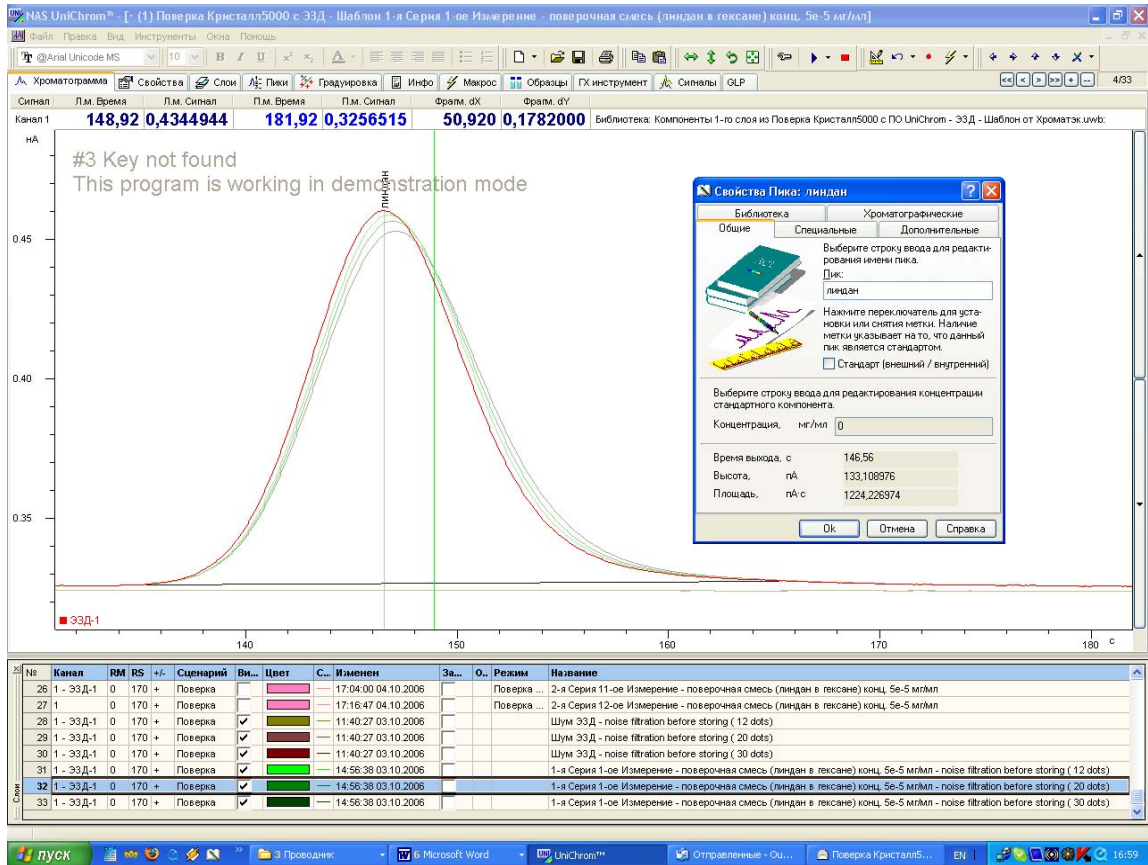


Рис. 28. Параметры пика контрольного вещества линдана без цифровой фильтрации.

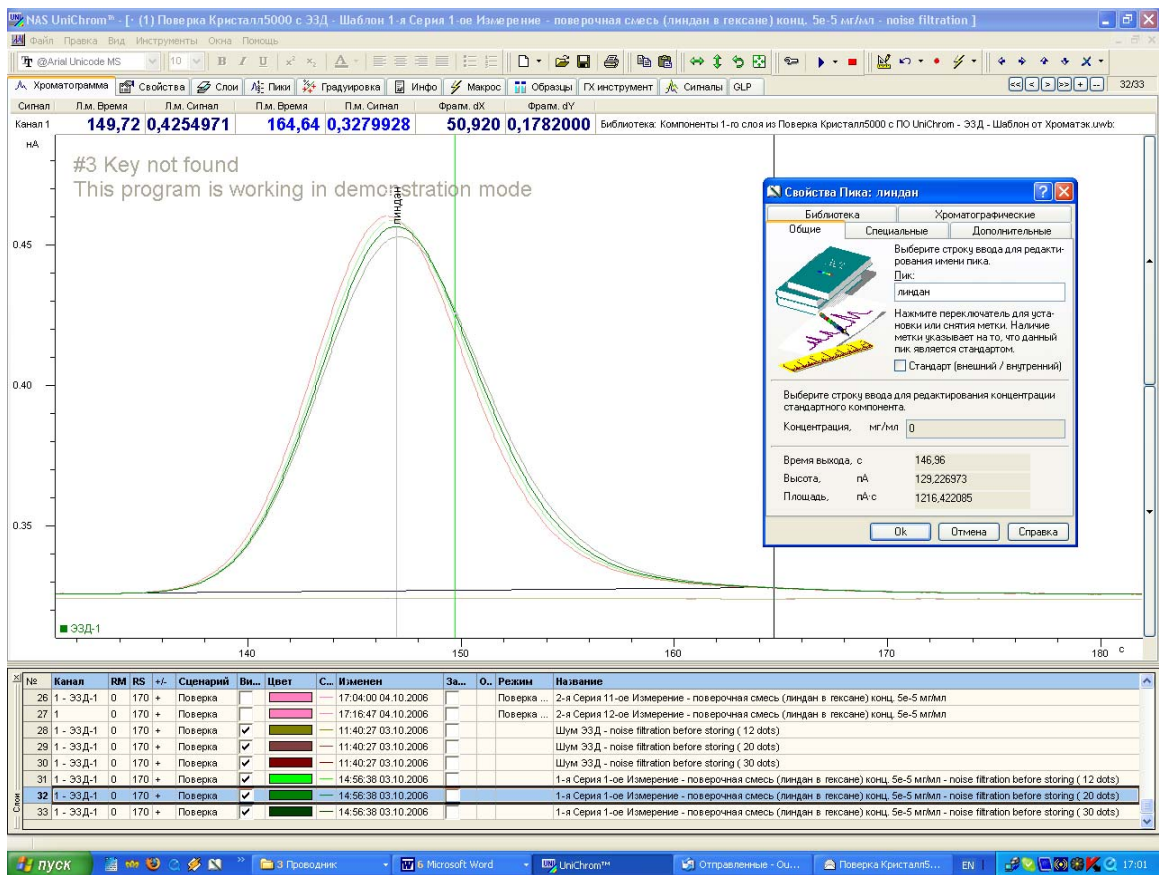



Рис. 29. Параметры пика контрольного вещества линдана с включенной цифровой фильтрацией. Высота пика уменьшилась менее чем на 3%, площадь уменьшилась менее чем на 1%. При этом отношение сигнал/шум увеличилось в 4 раза.

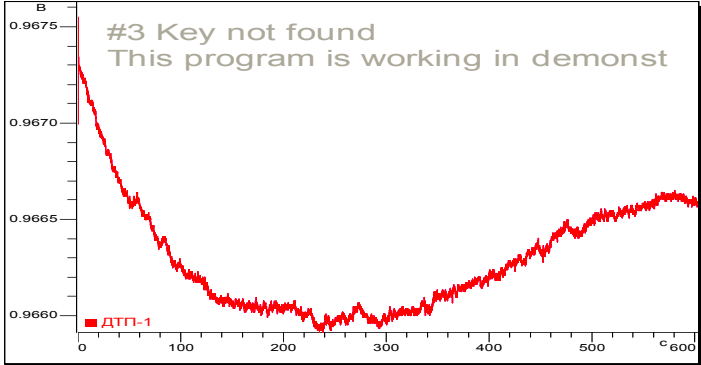
Поверка хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ДТП



ЗАО СКБ "Хроматэк"
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

Тип хроматографа:	Кристалл-5000	Зав. номер:	7777
Тип детектора:	ДТП		
Контрольное вещество:	гептан в октане		
Температура инжектора, °С:	150	Расход газа-носителя, см ³ /мин:	30
Температура термостата, °С:	60	Расход воздуха, см ³ /мин:	0
Температура детектора, °С:	160	Расход водорода, см ³ /мин:	0
Концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см ³ :	1,000000	Коэффициент деления потока на входе в колонку:	1
Объем вводимой пробы, см ³ :	0,001	Дата, ДД-ММ-ГГГГ :	19-10-2006
Файл	C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation STB 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ДТП - Шаблон от Хроматэк.uwb		



В первом слое находится образцовая хроматограмма опробования.

Во втором - опробование. В третьем слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа. Длительность записи составляет не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.

Уровень флуктационных шумов нулевого сигнала хроматографа определяется как ОСКОСЗ случайных изменений сигнала сигнала хроматографа на временном интервале, равным полуширине пика контрольного вещества и рассчитывается по формуле

$$\Delta x = 1,96 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i^2 - \frac{1}{n} (\sum_{j=1}^n x_j)^2}{n-1}}$$

где x_i - измеренное значение нулевого сигнала в i й момент времени, n - число измеренных значений нулевого сигнала.

Опробование

Контрольное вещество	Время выхода, с	Высота пика, мВ	Площадь пика, мВ*с	Полуширина пика, dt, с
гептан	49,5	27,4	124,3	4,2

Исследование статистических характеристик шума **ДТП**

Время записи уровня шума, в полуширинах пика dW	142,9
Временной интервал, на котором определяется ОСКОСЗ шума, (dW)	1
Среднее значение шума, мВ	0,0213
Коэффициент пересчета (см. Приложение)	100000000

Поверку провел: _____ Токтаев Е.И.

Отчет **UniChrom™**. Новые аналитические системы©. т. +375-17-226-25-17 www.unichrom.com

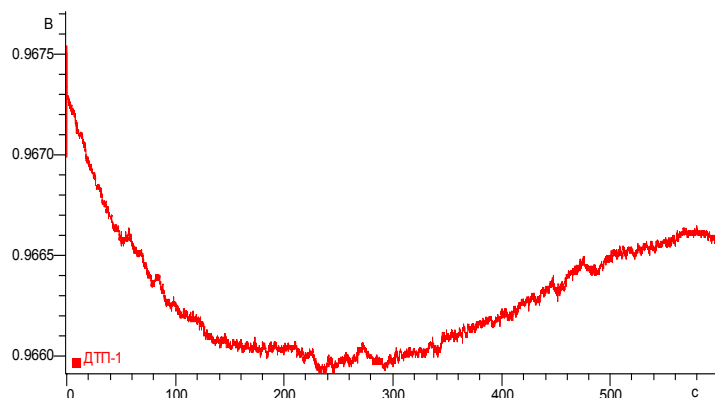
Рис. 30а. ДТП. Опробование. Исследование статистических характеристик шума.



ЗАО СКБ "Хроматэк"^{ОО}
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

Тип хроматографа:	Кристалл-5000	Зав. номер:	5566
Тип детектора:	ДТП	Колонка	С 2м x 3мм 5% SE-30
Контрольное вещество:	гептан	в	октане
Температура инжектора, °С:	250	Расход газа-носителя, см ³ /мин:	30
Температура термостата, °С:	70	Расход воздуха, см ³ /мин:	0
Температура детектора, °С:	250	Расход водорода, см ³ /мин:	0
Концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см ³ :	1,000000	Коэффициент деления потока на входе в колонку:	1
Объем вводимой пробы, см ³ :	0,001	Дата, ДД-ММ-ГГГГ :	15-12-2006
Файл	C:\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation Templates - rus\To site www.unichrom.com\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ДТП - Шаблон от Хроматэк.uwb		



В первом слое находится образцовая хроматограмма опробования.
 Во втором - опробование. В третьем слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа. По измеренным данным в третьем слое определяются интересные статистические характеристики шума. (см. Помощь в ПО UniChrom)

Параметры для определения уровня шума:

Слой	3
Окно	4,2 сек
Шаг сканирования	1 сек
Начало фрагмента	10 сек
Конец фрагмента	500 сек

Опробование

Контрольное вещество	Время выхода, с	Высота пика, мВ	Площадь пика, мВ*с	Полуширина пика, dt, с
гептан	49,5	27,4	124,3	4,2

Исследование статистических характеристик шума

ДТП

		Имя шума	Величина
		Середина диапазона, В	0,96653174
		Среднее значение сигнала, В	0,96622369
		СКО от среднего, В	0,00001072
		Полоса шума, В	0,00007293
		Шум, В	0,00002105
		Амплитуда шума, В	0,00001528
		Дрейф базовой линии, В/ч	-0,00172753
		Амплитуда шума по МП 214...043Д, В	0,00005173
		Дрейф нулевого сигнала по МП 214...043Д, В/ч	0,00903765
		Шум по СТБ 1287-2001, В	0,00049653
Шум по СТБ 1287-2001, В			4,97E-04
Шум по МП 214.2.840.043Д	В		4,97E-07
Дрейф по МП 214.2.840.043Д	В/ч		9,04E-06
Коэффициент пересчета (см. Приложение)			1,00E+03

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 30б. ДТП. Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

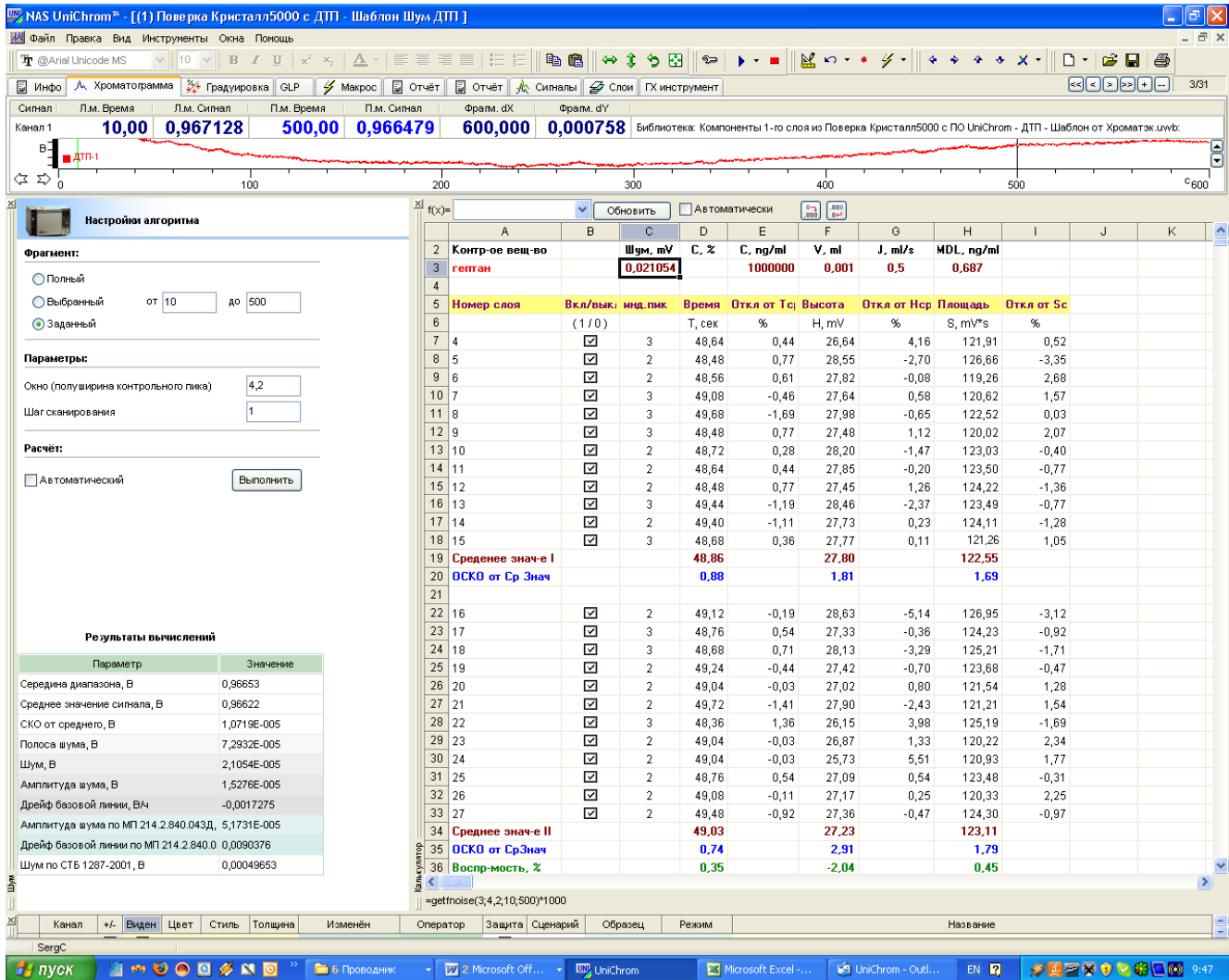


Рис. 30в. ДТП. Опробование. Исследование статистических характеристик шума и определение остальных метрологических параметров. Представление непосредственно в UniChrom в закладке Шум.



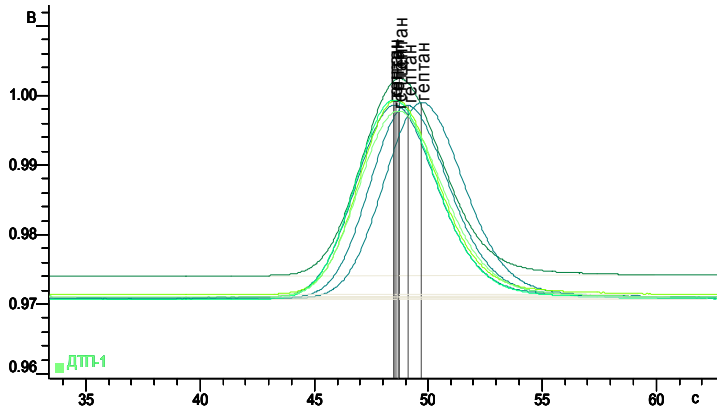
ЗАО СКБ "Хроматэк"^{ОО}

Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Сходимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ДТП** Зав. номер: **5566**
 Контрольное вещество: **гептан** в **октано**

Файл *C:\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation Templates - rus\To site
 www.unichrom.com\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ДТП - Шаблон от Хроматэк.uwb*



Формулы для расчета ОСКОСЗ времени выхода T, высоты H и площади пика S

$$\delta T = \frac{100}{T} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - T)^2}{n-1}}$$

$$\delta H = \frac{100}{H} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - H)^2}{n-1}}$$

$$\delta S = \frac{100}{S} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - S)^2}{n-1}}$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, мВ	dH от среднего, %	Площадь пика, мВ*с	dS от среднего, %
4	<input checked="" type="checkbox"/>	48,6	-0,4	26,6	-4,2	121,9	-0,5
5	<input checked="" type="checkbox"/>	48,5	-0,8	28,5	2,7	126,7	3,4
6	<input checked="" type="checkbox"/>	48,6	-0,6	27,8	0,1	119,3	-2,7
7	<input checked="" type="checkbox"/>	49,1	0,5	27,6	-0,6	120,6	-1,6
8	<input checked="" type="checkbox"/>	49,7	1,7	28,0	0,7	122,5	0,0
9	<input checked="" type="checkbox"/>	48,5	-0,8	27,5	-1,1	120,0	-2,1
10	<input checked="" type="checkbox"/>	48,7	-0,3	28,2	1,5	123,0	0,4
11	<input checked="" type="checkbox"/>	48,6	-0,4	27,9	0,2	123,5	0,8
12	<input checked="" type="checkbox"/>	48,5	-0,8	27,4	-1,3	124,2	1,4
13	<input checked="" type="checkbox"/>	49,4	1,2	28,5	2,4	123,5	0,8
14	<input checked="" type="checkbox"/>	49,4	1,1	27,7	-0,2	124,1	1,3
15	<input checked="" type="checkbox"/>	48,7	-0,4	27,8	-0,1	121,3	-1,1

Среднее ОСКОСЗ **48,9** **0,88** **27,8** **1,81** **122,5** **1,69**

для ДТП

$$C_{\min 1} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S \cdot j} \left[\frac{z}{\text{см}^3} \right]$$

для ПИД, ЭЗД или ФИД

$$C_{\min 2} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{z}{\text{с}} \right]$$

для ТИД и ПФД

$$C_{\min 3} = 0,118 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{zP}{\text{с}} \right]$$

$$C_{\min 4} = 0,122 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{zS}{\text{с}} \right]$$

8,103E-09

C min **2,701E-10** г/см3 **4,965E-04** δN - уровень флуктуационных шумов, В
2,701E-10 г/см3 **0,00100000** $G = C_0 \cdot V_0 / D$ - масса контрольного вещества, попадающего в детектор, мг;
1,00000 C_0 - массовая концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см³;
0,00100 V_0 - объем вводимой пробы, см³;
1,00000 D - коэффициент деления потока на входе в колонку;
122,5 S - площадь пика контрольного вещества, мВ*с;
0,50000 j - объемная скорость газа-носителя, см³/с;

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Отчет **UniChrom™**. Новые аналитические системы©. т. +375-17-226-25-17 www.unichrom.com

Рис. 31. ДТП. Сходимости и минимальный предел детектирования.

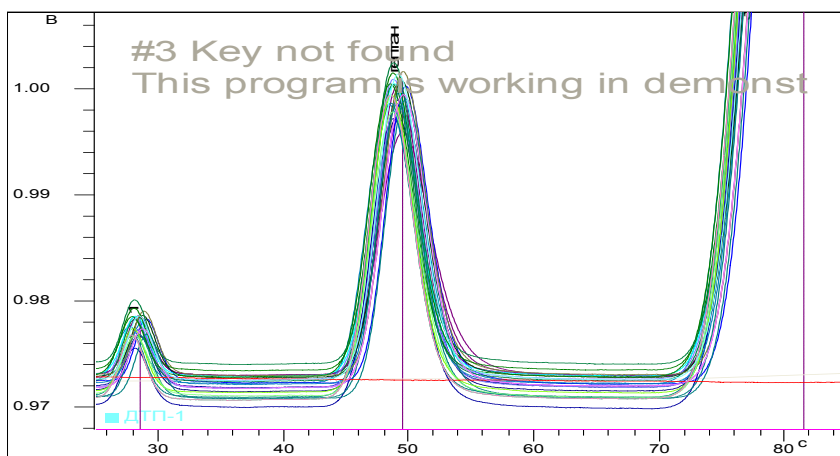


ЗАО СКБ "Хроматэк"⁰⁰
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Воспроизводимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования через 48 часов.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ДТП** Зав. номер: **7777**
 Контрольное вещество: **гептан** **В** **октане**

Файл **C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation STB 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ДТП - Шаблон от Хроматэк.uwb**



Формулы для расчета воспроизводимости величин времени выхода T, высоты H и площади пика S

$$\delta_{t,S} = \frac{S - S_t}{S} \cdot 100$$

$$\delta_{t,H} = \frac{H - H_t}{H} \cdot 100$$

$$\delta_{t,T} = \frac{T - T_t}{T} \cdot 100$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
16	<input checked="" type="checkbox"/>	49,1	0,2	28,6	5,1	126,9	3,1
17	<input checked="" type="checkbox"/>	48,8	-0,5	27,3	0,4	124,2	0,9
18	<input checked="" type="checkbox"/>	48,7	-0,7	28,1	3,3	125,2	1,7
19	<input checked="" type="checkbox"/>	49,2	0,4	27,4	0,7	123,7	0,5
20	<input checked="" type="checkbox"/>	49,0	0,0	27,0	-0,8	121,5	-1,3
21	<input checked="" type="checkbox"/>	49,7	1,4	27,9	2,4	121,2	-1,5
22	<input checked="" type="checkbox"/>	48,4	-1,4	26,2	-4,0	125,2	1,7
23	<input checked="" type="checkbox"/>	49,0	0,0	26,9	-1,3	120,2	-2,3
24	<input checked="" type="checkbox"/>	49,0	0,0	25,7	-5,5	120,9	-1,8
25	<input checked="" type="checkbox"/>	48,8	-0,5	27,1	-0,5	123,5	0,3
26	<input checked="" type="checkbox"/>	49,1	0,1	27,2	-0,2	120,3	-2,3
27	<input checked="" type="checkbox"/>	49,5	0,9	27,4	0,5	124,3	1,0

Среднее ОСКОСЗ	49,0	0,74	27,2	2,91	123,1	1,79
Ранее						
Среднее ОСКОСЗ	49	0,88	28	1,81	123	1,69
Воспр-ть	-0,35		2,02		-0,45	

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 32. ДТП. Воспроизводимость.

Протокол поверки хроматографа

(наименование организации)

Тип хроматографа: Кристалл-5000

Зав. номер: 7777

Тип детектора: ДТП

Порядковый номер по системе нумерации предприятия-изготовителя: _____

Наименование и номера блоков: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха, °С: _____ атмосферное давление, кПа: _____

относительная влажность, %: _____ напряжение питания питающей сети, В: _____

1. Определение предела детектирования.

Наименование параметра	Значение параметра, г/см ³	
	По НД	действительное
Значение предела детектирования		6,96E-10

2. Определение ОСКОСЗ выходного сигнала.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОСЗ выходного сигнала, %		
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS
49	27	122						
48	29	127						
49	28	119						
49	28	121						
50	28	123	49	28	123	0,9	1,8	1,7
48	27	120						
49	28	123						
49	28	123						
48	27	124						
49	28	123						
49	28	124						
49	28	121						

3. Определение допустимого предела значения изменения выходного сигнала через 48 часов.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОСЗ выходного сигнала, %		
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS
49	29	127						
49	27	124						
49	28	125						
49	27	124						
49	27	122	49	27	123	0,7	2,9	1,8
50	28	121						
48	26	125						
49	27	120						
49	26	121						
49	27	123						
49	27	120						
49	27	124						

Отклонение выходного сигнала, % 0,3 2,0 0,5

5. Заключение:

Поверку провел: _____ *Токтаев Е.И.*

Рис. 33. ДТП. Итоговый протокол поверки.

Поверка хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ПИД

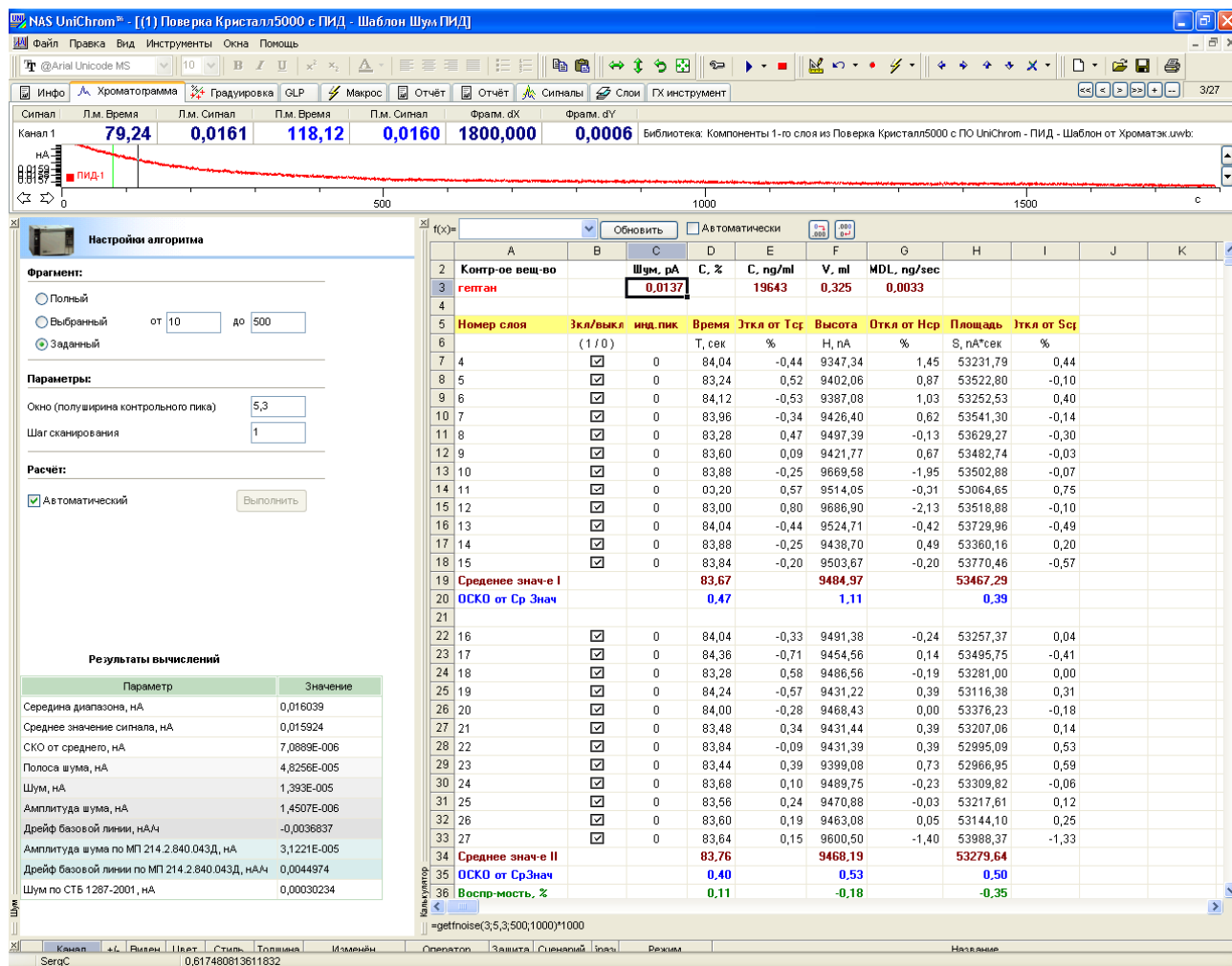


Рис. 34. ПИД. Опробование. Исследование статистических характеристик шума и определение остальных метрологических параметров. Представление непосредственно в UniChrom в закладке Шум. .

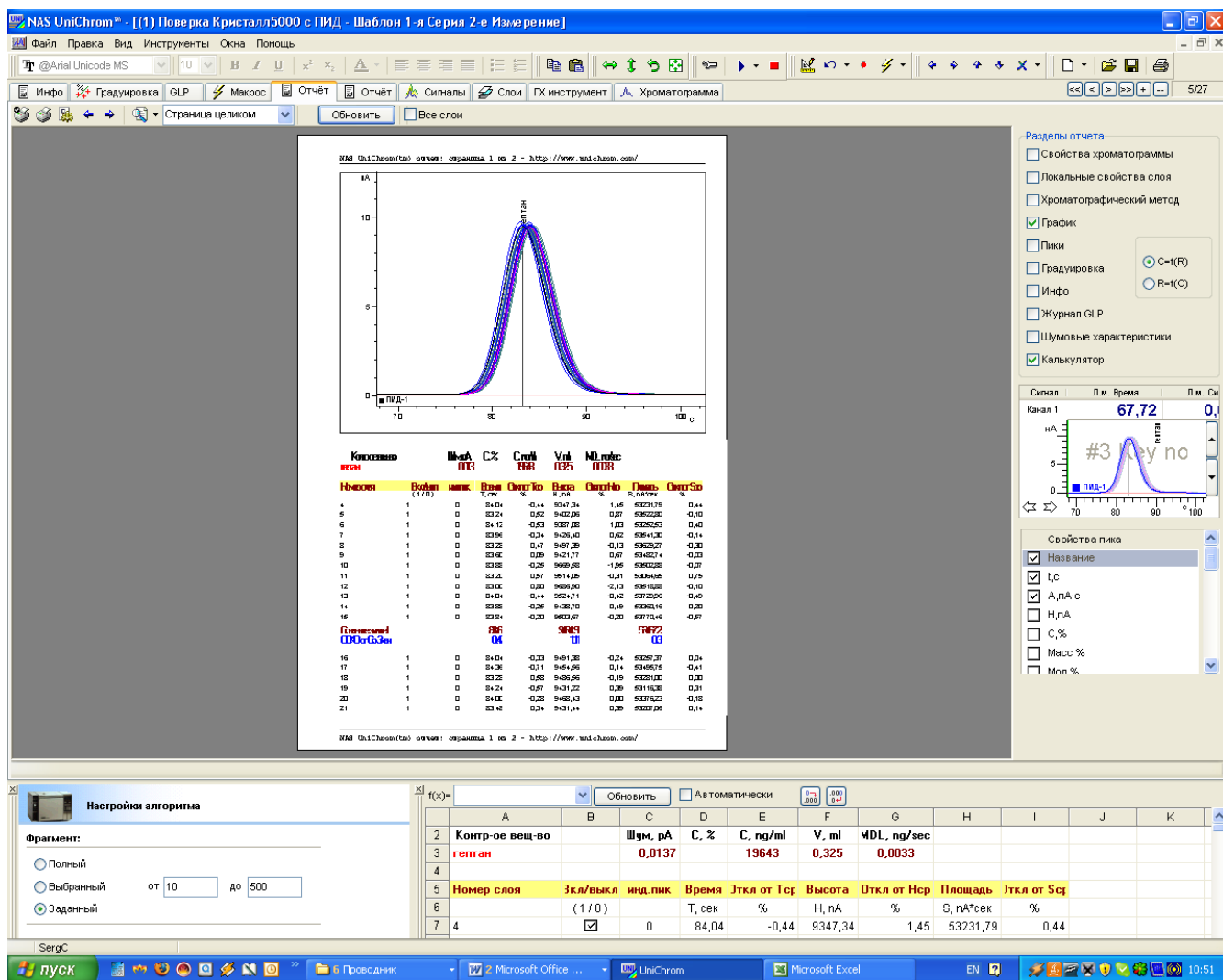


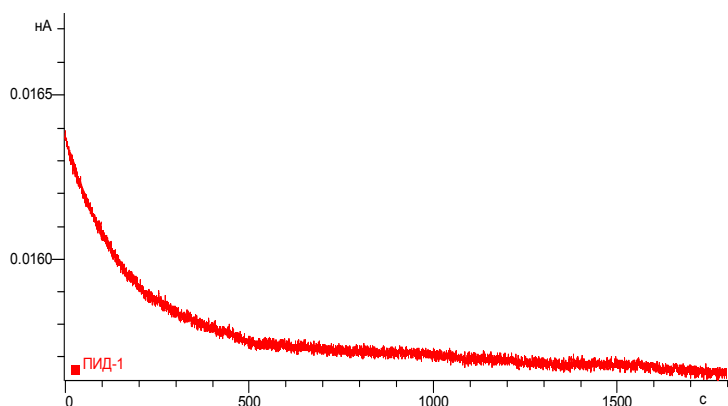
Рис. 35. ПИД. Итоговый протокол проверки. Генерация итогового протокола непосредственно в UniChrom в закладке Отчет.



ЗАО СКБ "Хроматэк"
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

Тип хроматографа:	<i>Кристалл-5000</i>	Зав. номер:	<i>6666</i>
Тип детектора:	<i>ПИД</i>	Колонка:	<i>С 2м x 3мм 5% SE-30</i>
Контрольное вещество:	<i>гептан в октане</i>		
Температура инжектора, °С:	<i>250</i>	Расход газа-носителя, см ³ /мин:	<i>30</i>
Температура термостата, °С:	<i>200</i>	Расход воздуха, см ³ /мин:	<i>0</i>
Температура детектора, °С:	<i>250</i>	Расход водорода, см ³ /мин:	<i>0</i>
Концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см ³ :	<i>1,000000</i>	Коэффициент деления потока на входе в колонку:	<i>1</i>
Объем вводимой пробы, см ³ :	<i>0,001</i>	Дата, ДД-ММ-ГГГГ :	<i>15-12-2006</i>
Файл	<i>C:\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation Templates - rus\To site www.unichrom.com\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ПИД - Шаблон от Хроматэк.uwb</i>		



В первом слое находится образцовая хроматограмма опробования.
 Во втором - опробование. В третьем слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа. По измеренным данным в третьем слое определяются интересные статистические характеристики шума. (см. Помощь в ПО UniChrom)

Параметры для определения уровня шума:

Слой	3
Окно	10 сек
Шаг сканирования	1 сек
Начало фрагмента	500 сек
Конец фрагмента	1000 сек

Опробование

Контрольное вещество	Время выхода, с	Высота пика, пА	Площадь пика, пА*с	Полуширина пика, dt, с
гептан	83,9	9438,7	53360,2	5,2

Исследование статистических характеристик шума

ПИД

		Имя шума	Величина
		Середина диапазона, нА	0,0157294
		Среднее значение сигнала, нА	0,0157265
		СКО от среднего, нА	0,0000073
		Полоса шума, нА	0,0000496
		Шум, нА	0,0000143
Шум по СТБ 1287-2001, нА		Амплитуда шума, нА	0,0000015
		Дрейф базовой линии, нА/ч	-0,0002553
Шум по МП 214.2.840.043Д	А	Амплитуда шума по МП 214...043Д, нА	0,0000341
Дрейф по МП 214.2.840.043Д	А/ч	Дрейф нулевого сигнала по МП 214...043Д, нА/ч	0,0005466
Коэффициент пересчета (см. Приложение)		Шум по СТБ 1287-2001, нА	0,0000256

Поверку провел: _____ *Токтаев Е.И.*

Рис. 36. ПИД. Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

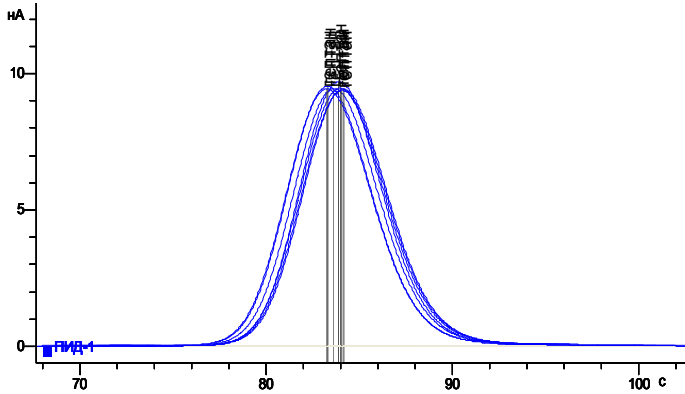


ЗАО СКБ "Хроматэк"^{ОО}
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Сходимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ПИД** Зав. номер: **6666**
 Контрольное вещество: **гептан** в **октано**

Файл: *C:\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation Templates - rus\To site
 www.unichrom.com\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ПИД - Шаблон от Хроматэк.uwb*



Формулы для расчета ОСКОСЗ времени выхода T, высоты H и площади пика S

$$\delta T = \frac{100}{T} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - T)^2}{n-1}}$$

$$\delta H = \frac{100}{H} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - H)^2}{n-1}}$$

$$\delta S = \frac{100}{S} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - S)^2}{n-1}}$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
4	<input checked="" type="checkbox"/>	84,0	0,4	9347,3	-1,5	53231,8	-0,4
5	<input checked="" type="checkbox"/>	83,2	-0,5	9402,1	-0,9	53522,8	0,1
6	<input checked="" type="checkbox"/>	84,1	0,5	9387,1	-1,0	53252,5	-0,4
7	<input checked="" type="checkbox"/>	84,0	0,3	9426,4	-0,6	53541,3	0,1
8	<input checked="" type="checkbox"/>	83,3	-0,5	9497,4	0,1	53629,3	0,3
9	<input checked="" type="checkbox"/>	83,6	-0,1	9421,8	-0,7	53482,7	0,0
10	<input checked="" type="checkbox"/>	83,9	0,2	9669,6	1,9	53502,9	0,1
11	<input checked="" type="checkbox"/>	83,2	-0,6	9514,1	0,3	53064,7	-0,8
12	<input checked="" type="checkbox"/>	83,0	-0,8	9686,9	2,1	53518,9	0,1
13	<input checked="" type="checkbox"/>	84,0	0,4	9524,7	0,4	53730,0	0,5
14	<input checked="" type="checkbox"/>	83,9	0,2	9438,7	-0,5	53360,2	-0,2
15	<input checked="" type="checkbox"/>	83,8	0,2	9503,7	0,2	53770,5	0,6

Среднее ОСКОСЗ: **83,7** **0,47** **9485,0** **1,11** **53467,3** **0,39**

для ДТП

$$C_{\min 1} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S \cdot j} \left[\frac{z}{\text{см}^3} \right]$$

для ПИД, ЭЗД или ФИД

$$C_{\min 2} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{z}{\text{с}} \right]$$

для ТИД и ПФД

$$C_{\min 3} = 0,118 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{zP}{\text{с}} \right]$$

$$C_{\min 4} = 0,122 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G}{S} \left[\frac{zS}{\text{с}} \right]$$

9,572E-13

C min: г/с 2,559E-05 δN - уровень флуктационных шумов, нА
 г/с 0,00100000 G = C₀*V₀ / D - масса контрольного вещества, попадающего в детектор, мг;
 1,00000 C₀ - массовая концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см³;
 0,00100 V₀ - объем вводимой пробы, см³;
 1,00000 D - коэффициент деления потока на входе в колонку;
 53467,3 S - площадь пика контрольного вещества, пА*с;
 0,50000 j - объемная скорость газа-носителя, см³/с;

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 37. ПИД. Сходимости и минимальный предел детектирования.



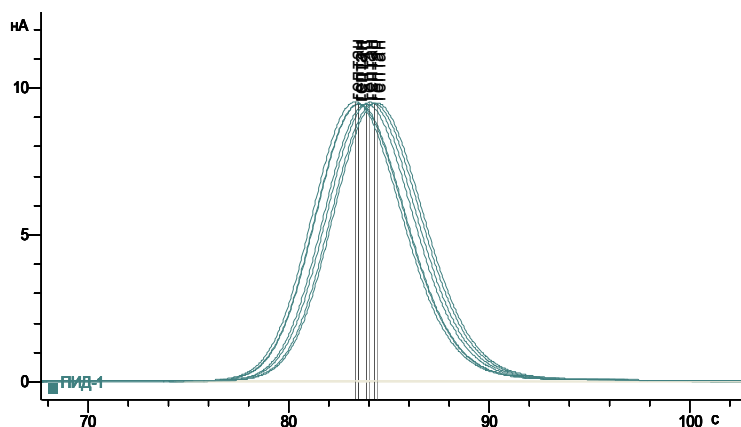
ЗАО СКБ "Хроматэк"^{ОО}

Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Воспроизводимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования через 48 часов.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ПИД** Зав. номер: **6666**
 Контрольное вещество: **гептан** **В** **октане**

Файл: *C:\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation Templates - rus\To site*
www.unichrom.com\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ПИД - Шаблон от Хроматэк.uwb



Формулы для расчета воспроизводимости величин времени выхода T , высоты H и площади пика S

$$\delta_{t,S} = \frac{S - S_t}{S} \cdot 100$$

$$\delta_{t,H} = \frac{H - H_t}{H} \cdot 100$$

$$\delta_{t,T} = \frac{T - T_t}{T} \cdot 100$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
16	<input checked="" type="checkbox"/>	84,0	0,3	9491,4	0,2	53257,4	0,0
17	<input checked="" type="checkbox"/>	84,4	0,7	9454,6	-0,1	53495,7	0,4
18	<input checked="" type="checkbox"/>	83,3	-0,6	9486,6	0,2	53281,0	0,0
19	<input checked="" type="checkbox"/>	84,2	0,6	9431,2	-0,4	53116,4	-0,3
20	<input checked="" type="checkbox"/>	84,0	0,3	9468,4	0,0	53376,2	0,2
21	<input checked="" type="checkbox"/>	83,5	-0,3	9431,4	-0,4	53207,1	-0,1
22	<input checked="" type="checkbox"/>	83,8	0,1	9431,4	-0,4	52995,1	-0,5
23	<input checked="" type="checkbox"/>	83,4	-0,4	9399,1	-0,7	52967,0	-0,6
24	<input checked="" type="checkbox"/>	83,7	-0,1	9489,7	0,2	53309,8	0,1
25	<input checked="" type="checkbox"/>	83,6	-0,2	9470,9	0,0	53217,6	-0,1
26	<input checked="" type="checkbox"/>	83,6	-0,2	9463,1	-0,1	53144,1	-0,3
27	<input checked="" type="checkbox"/>	83,6	-0,1	9600,5	1,4	53988,4	1,3

Среднее ОСКОСЗ	83,8	9468,2	53279,6	0,40	0,53	0,50
Ранее						
Среднее ОСКОСЗ	84	9485	53467	0,47	1,11	0,39
Воспр-ть	-0,11	0,18	0,35			

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 38. ПИД. Воспроизводимость.

Протокол поверки хроматографа

(наименование организации)

Тип хроматографа: Кристалл-5000 Зав. номер: 6666
 Тип детектора: ПИД

Порядковый номер по системе нумерации предприятия-изготовителя: _____
 Наименование и номера блоков: _____

Условия поверки:
 температура окружающего воздуха, °С: _____ атмосферное давление, кПа: _____
 относительная влажность, %: _____ напряжение питания питающей сети, В: _____

1. Определение предела детектирования.

Наименование параметра	Значение параметра, г/с	
	По НД	действительное
Значение предела детектирования		9,57E-13

2. Определение ОСКОС3 выходного сигнала.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОС3 выходного сигнала, %		
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS
84	9347	53232						
83	9402	53523						
84	9387	53253						
84	9426	53541						
83	9497	53629	84	9485	53467	0,5	1,1	0,4
84	9422	53483						
84	9670	53503						
83	9514	53065						
83	9687	53519						
84	9525	53730						
84	9439	53360						
84	9504	53770						

3. Определение допускаемого предела значения изменения выходного сигнала через 48 часов.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОС3 выходного сигнала, %		
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS
84	9491	53257						
84	9455	53496						
83	9487	53281						
84	9431	53116						
84	9468	53376	84	9468	53280	0,4	0,5	0,5
83	9431	53207						
84	9431	52995						
83	9399	52967						
84	9490	53310						
84	9471	53218						
84	9463	53144						
84	9601	53988						

Отклонение выходного сигнала, % 0,1 0,2 0,4

5. Заключение: _____

Поверку провел: _____ *Токтаев Е.И.*

Рис. 39. ДТП. Итоговый протокол поверки.

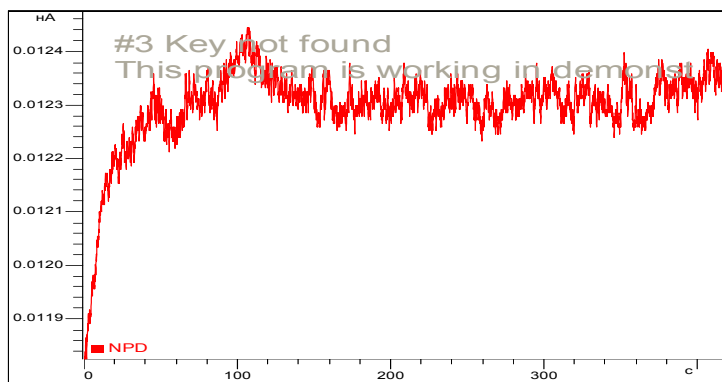
Поверка хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» с ТИД



ЗАО СКБ "Хроматэк"^{ОО}
 Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

Тип хроматографа:	<i>Кристалл-5000</i>	Зав. номер:	5851
Тип детектора:	<i>ТИД</i>		
Контрольное вещество:	<i>метафос в ацетоне</i>		
Температура инжектора, °C:	<i>250</i>	Расход газа-носителя, см ³ /мин:	<i>30</i>
Температура термостата, °C:	<i>210</i>	Расход воздуха, см ³ /мин:	<i>200</i>
Температура детектора, °C:	<i>290</i>	Расход водорода, см ³ /мин:	<i>13</i>
Концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см ³ :	<i>0,001000</i>	Коэффициент деления потока на входе в колонку:	<i>1</i>
Объем вводимой пробы, см ³ :	<i>0,001</i>	Дата, ДД-ММ-ГГГГ :	<i>29-03-2006</i>
Файл	<i>C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ТИД - Шаблон от Хроматэк.uvw</i>		



В первом слое находится образцовая хроматограмма опробования.
 Во втором - опробование. В третьем слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа. Длительность записи составляет не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.

Уровень флуктационных шумов нулевого сигнала хроматографа определяется как ОСКОСЗ случайных изменений сигнала сигнала хроматографа на временном интервале, равном полуширине пика контрольного вещества и рассчитывается по формуле

$$\Delta x = 1,96 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n \left[x_i - \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_j \right]^2 / (n-1)}$$

где x_i - измеренное значение нулевого сигнала в i -й момент времени, n - число измеренных значений нулевого сигнала.

Опробование

Контрольное вещество	Время выхода, с	Высота пика, пА	Площадь пика, пА*с	Полуширина пика, dt, с
метафос	129,6	68,6	590,4	7,5

Исследование статистических характеристик шума ТИД

Время записи уровня шума, в полуширинах пика dW	55,9
Временной интервал, на котором определяется ОСКОСЗ шума, (dW)	1
Среднее значение шума, НА	0,000009
Коэффициент пересчета (см. Приложение)	3900000000

Поверку провел: _____ Токтаев Е.И.

Рис. 40. ТИД. Опробование. Исследование статистических характеристик шума.

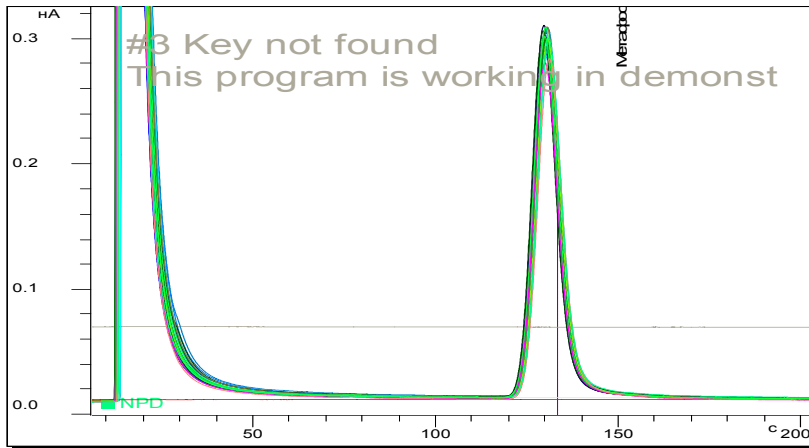


ЗАО СКБ "Хроматэк"
Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Сходимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ТИД** Зав. номер: **5851**
 Контрольное вещество: **метафос** в **ацетоне**

Файл **C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ТИД - Шаблон от Хроматэк.uwb**



Формулы для расчета ОСКОСЗ времени выхода T , высоты H и площади пика S

$$\delta T = \frac{100}{T} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - T)^2}{n-1}}$$

$$\delta H = \frac{100}{H} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - H)^2}{n-1}}$$

$$\delta S = \frac{100}{S} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - S)^2}{n-1}}$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
4	<input checked="" type="checkbox"/>	130,6	0,5	73,2	-0,7	635,7	1,7
5	<input checked="" type="checkbox"/>	129,5	-0,3	73,6	-0,1	616,5	-1,4
6	<input checked="" type="checkbox"/>	130,3	0,4	73,3	-0,5	623,3	-0,3
7	<input checked="" type="checkbox"/>	129,8	-0,1	75,5	2,4	637,0	1,9
8	<input checked="" type="checkbox"/>	129,7	-0,1	73,2	-0,7	620,9	-0,7
9	<input checked="" type="checkbox"/>	129,8	0,0	72,4	-1,8	614,9	-1,6
10	<input checked="" type="checkbox"/>	129,1	-0,6	74,9	1,6	635,1	1,6
11	<input checked="" type="checkbox"/>	130,3	0,3	73,3	-0,6	626,0	0,1
12	<input checked="" type="checkbox"/>	129,5	-0,3	73,3	-0,6	622,1	-0,5
13	<input checked="" type="checkbox"/>	130,1	0,2	75,6	2,5	635,7	1,7
14	<input checked="" type="checkbox"/>	129,8	0,0	73,3	-0,6	622,7	-0,4
15	<input checked="" type="checkbox"/>	129,8	0,0	73,1	-0,9	612,3	-2,1

Среднее ОСКОСЗ **129,9** **0,31** **73,7** **1,39** **625,2** **1,40**

для ДТП

$$C_{min1} = \frac{2 \cdot \delta V \cdot G \left[\frac{z}{cm^3} \right]}{S \cdot j}$$

для ПИД, ЭЗД или ФИД

$$C_{min2} = \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \left[\frac{z}{c} \right]}{S}$$

для ТИД и ПФД

$$C_{min3} = 0,118 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \left[\frac{\partial P}{c} \right]}{S}$$

$$C_{min4} = 0,122 \frac{2 \cdot \delta N \cdot G \left[\frac{\partial S}{c} \right]}{S}$$

2,82E-14

C min **3,33E-15** гР/с
 3,44E-15 гS/с

C min **5,64E-14** г/см³

- 0,00001** δN - уровень флуктационных шумов, мВ (нА).
- 0,00000100** $G = C_0 \cdot V_0 / D$ - масса контрольного вещества, поступающего в детектор, мг;
- 0,00100** C_0 - массовая концентрация контрольного вещества в пробе, мг/см³;
- 0,00100** V_0 - объем вводимой пробы, см³;
- 1,00000** D - коэффициент деления потока на входе в колонку;
- 625,2** S - площадь пика контрольного вещества, мВ(нА)*с;
- 0,50000** j - объемная скорость газа-носителя, см³/с;

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 41. ТИД. Сходимость. Определение минимального предела детектирования.



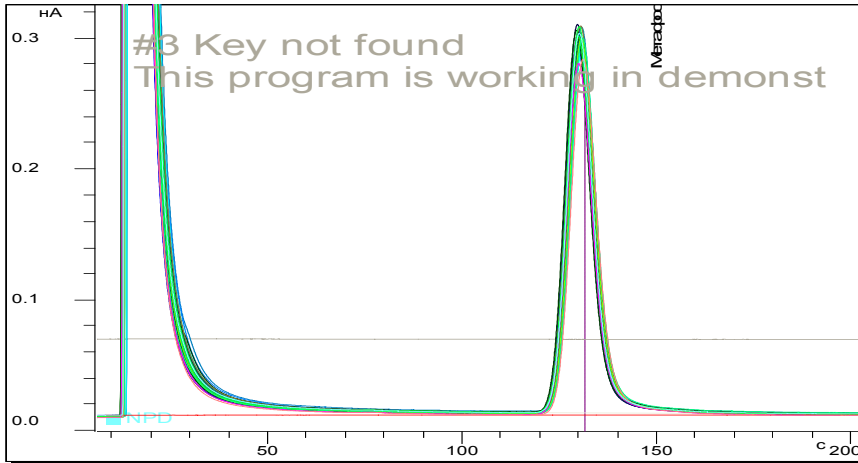
ЗАО СКБ "Хроматэк"

Методическая лаборатория Е.И.Токтаева

Воспроизводимость. Расчет ОСКОСЗ времени выхода, высоты пика, площади пика и определение предела детектирования через 48 часов.

Тип хроматографа: **Кристалл-5000** Тип детектора: **ТИД** Зав. номер: **5851**
 Контрольное вещество: **метафос** в **ацетоне**

Файл: *C:\UC-CD\UniChrom Analytical Solutions\Chromatograph Validation 1287 Templates - rus\Поверка Кристалл5000 с ПО UniChrom - ТИД - Шаблон от Хроматэк.uwb*



Формулы для расчета воспроизводимости величин времени выхода T , высоты H и площади пика S

$$\delta_{t,S} = \frac{S - S_t}{S} \cdot 100$$

$$\delta_{t,H} = \frac{H - H_t}{H} \cdot 100$$

$$\delta_{t,T} = \frac{T - T_t}{T} \cdot 100$$

Номер слоя	Выбор слоя	Время выхода, с	dT от среднего, %	Высота пика, пА	dH от среднего, %	Площадь пика, пА*с	dS от среднего, %
16	<input checked="" type="checkbox"/>	129,7	0,0	74,2	1,4	625,6	1,8
17	<input checked="" type="checkbox"/>	130,6	0,7	72,1	-1,5	611,1	-0,6
18	<input checked="" type="checkbox"/>	129,7	0,0	69,6	-4,8	588,7	-4,2
19	<input checked="" type="checkbox"/>	130,3	0,5	75,1	2,7	626,7	2,0
20	<input checked="" type="checkbox"/>	129,8	0,0	73,3	0,1	613,7	-0,1
21	<input checked="" type="checkbox"/>	129,3	-0,3	72,7	-0,6	615,8	0,2
22	<input checked="" type="checkbox"/>	129,8	0,1	73,3	0,2	614,8	0,0
23	<input checked="" type="checkbox"/>	129,5	-0,2	71,0	-2,9	597,0	-2,9
24	<input checked="" type="checkbox"/>	129,6	-0,1	73,6	0,5	613,9	-0,1
25	<input checked="" type="checkbox"/>	129,4	-0,2	72,4	-1,0	611,7	-0,5
26	<input checked="" type="checkbox"/>	129,4	-0,2	74,5	1,9	623,3	1,4
27	<input checked="" type="checkbox"/>	129,3	-0,3	76,1	4,0	633,5	3,1

Среднее ОСКОСЗ	129,7	0,31	73,2	2,41	614,6	2,02
Ранее Среднее ОСКОСЗ	130	0,31	74	1,39	625	1,40
Воспр-ть	0,12	0,79	1,69			

Поверку провел: _____ **Токтаев Е.И.**

Рис. 42. ТИД. Воспроизводимость.

Протокол поверки хроматографа

(наименование организации)

Тип хроматографа: Кристалл-5000

Зав. номер: 5851

Тип детектора: ТИД

Порядковый номер по системе нумерации предприятия-изготовителя: _____

Наименование и номера блоков: _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха, °C: _____ атмосферное давление, кПа: _____

относительная влажность, %: _____ напряжение питания питающей сети, В: _____

1. Определение предела детектирования.

Наименование параметра	Значение параметра, гP/c	
	По НД	действительное
Значение предела детектирования		3,33E-15

2. Определение ОСКОС3 выходного сигнала.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОС3 выходного сигнала, %		
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS
131	73	636						
130	74	617						
130	73	623						
130	76	637						
130	73	621	130	74	625	0,3	1,4	1,4
130	72	615						
129	75	635						
130	73	626						
130	73	622						
130	76	636						
130	73	623						
130	73	612						

3. Определение допускаемого предела значения изменения выходного сигнала через 48 часов.

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОС3 выходного сигнала, %		
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS
130	74	626						
131	72	611						
130	70	589						
130	75	627						
130	73	614	130	73	615	0,3	2,4	2,0
129	73	616						
130	73	615						
129	71	597						
130	74	614						
129	72	612						
129	75	623						
129	76	633						

Отклонение выходного сигнала, % **0,1** **0,8** **1,7**

Рис. 43. ТИД. Итоговый отчет о поверке.

Приложение А.

Функции Unichrom.XLA

Функции Unichrom.XLA предназначены для получения данных из активного окна хроматограмм, открытого в Unichrom или из окна клиента. Клиент - окно, в котором выполняется макрос автоматической обработки хроматограмм и которое не всегда бывает активным в режиме работы со многими окнами.

Стандартные функции

1) **SpectrumProperty** – возвращает значение свойства

Function SpectrumProperty(PropertyName As String, Optional LayIndex As Integer = -1) As Variant

PropertyName **Имя свойства** (см. третью графу таблицы свойств в Unichrom, которая в обычном режиме скрыта от пользователя и вытягивается из скрытого состояния аналогично колонкам в Excel) Строковый параметр. Задаётся строковой константой, заключённой в кавычки " ", или ссылкой на ячейку, в которой содержится имя свойства (например, **A1**)

LayIndex **Номер слоя.**
Опциональный целочисленный параметр.
Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой указан номер слоя.
Если параметр не указан или меньше нуля ($LayIndex < 0$), то функция SpectrumProperty возвращает значение глобального свойства (одно и тоже значение для всех слоёв – хроматограмм в окне).
Если задано нулевое значение для этого параметра ($LayIndex = 0$), то функция SpectrumProperty возвращает значение локального свойства (значения разные для каждого слоя-хроматограммы) для текущего (активного) слоя.
Если значение параметра больше нуля ($LayIndex = 1, 2, 3, \dots$), то функция SpectrumProperty возвращает значение локального свойства указанного слоя.
Глобальное свойство – свойство, значение которого одинаково для всех слоёв-хроматограмм (на странице свойств в Unichrom отображаются чёрным цветом).
Локальное свойство - свойство, значение которого разное для каждого слоя (на странице свойств в Unichrom отображаются зелёным и тёмно-синим цветом)

2) **UpdateSpectrumProperty** – устанавливает новое значение для свойства и возвращает это значение

Function UpdateSpectrumProperty(PropertyName As String, NewValue As Variant, Optional LayIndex As Integer = -1) As Variant

PropertyName **Имя свойства**
см. описание функции SpectrumProperty

LayIndex	Номер слоя. см. описание функции SpectrumProperty
NewValue	Новое значение свойства , которое устанавливается функцией UpdateSpectrumProperty. Тип свойства – Variant. Можно передать строковое значение, целое число или число с плавающей запятой (вещественное число). Строки передаются строковой константой, заключённой в кавычки " " или ссылкой на ячейку (например, A1), в которой содержится новое значение свойства. Значения целого и вещественного типа также передаются константно или ссылкой на ячейку.

3) **PeakIndex** – возвращает индекс пика из указанного слоя по имени пика

Function PeakIndex(LayIndex As Integer, PeakName As String) As Variant

LayIndex	Номер слоя от 0 и выше (0, 1, 2, 3, ...). 0 – текущий видимый слой. 1, 2, 3, ... - конкретный номер слоя. Целочисленный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой указан номер слоя.
PeakName	Имя пика , соответствующее имени пика в таблице пиков. Строковый параметр. Задаётся строковой константой, заключённой в кавычки " ", или ссылкой на ячейку, в которой содержится имя пика (например, A1).

Функция PeakIndex возвращает значения индексов от нуля и выше (0, 1, 2, ...), если пик обнаружен и -1 (минус один), если пик с именем PeakName в слое не обнаружен (в том числе, если указано неверное имя пика)

4) **PeakProperty** – возвращает значение свойства пика (позиция, высота, площадь, концентрация и др.)

Function PeakProperty(LayIndex As Integer, PeakIndex As Integer, Mask As Long) As Variant

LayIndex	Номер слоя от 0 и выше (0, 1, 2, 3, ...). 0 – текущий видимый слой. 1, 2, 3, ... - конкретный номер слоя. Целочисленный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой указан номер слоя.
PeakIndex	Индекс пика от нуля и выше (0, 1, 2, ...). Целочисленный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой содержится индекс пика (например, A1). Обычно задаётся ссылкой на ячейку, в которой вычисляется индекс пика по имени пика (см. PeakIndex)
Mask	Маска (идентификатор) свойства определяет свойство пика, значение которого требуется получить (см. таблицу идентификаторов свойств пика). Целочисленный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой содержится индекс пика (например, A1). Обычно задаётся константой.

Идентификаторы свойств пика:

Параметр пика	Мнемоника маски	Значение HEX	Значение DEC
Название пика	mName	\$00000001	1
Время выхода	mTime	\$00000002	2
Индекс удерживания	mIndex	\$00000004	4
Индекс группы	mGroup	\$00000008	8
Масса	mWeight	\$00000010	16
Температура кипения	mTemperature	\$00000020	32
Плотность	mDensity	\$00000040	64
Начало пика	mLeft	\$00000080	128
Конец пика	mRight	\$00000100	256
Площадь	mArea	\$00000200	512
Амплитуда	mAmplitude	\$00000400	1024
Коэффициент чувствительности	mFactor	\$00000800	2048
Объемная концентрация	mVolume	\$00001000	4096
Массовая концентрация	mMass	\$00002000	8192
Мольная концентрация	mMolar	\$00004000	16384
Титр	mTitre	\$00008000	32768
Молярность	mMolarity	\$00010000	65536
Состояние пика	mState	\$00020000	131072
Число теоретических тарелок (ТТ)	mPlates	\$00040000	262144
Число эффективных теор. тарелок	mEffPlates	\$00080000	524288
Высота экв. эффективной ТТ.	mHeightETP	\$00100000	1048576
Фактор хвостатости пика на высоте 5%	mTailing5	\$00200000	2097152
Полуширина пика	mHalfWidth	\$00400000	4194304
Коэффициент извлечения	mExtraction	\$00800000	8388608
Разрешение со следующим	mResToNext	\$01000000	16777216
Фактор хвостатости пика на высоте 10%	mTailing10	\$02000000	33554432

Функции получения информации по градуировке

1) CalibTable

Получение полной градуировочной информации осуществляется вызовом функции CalibTable. Функция CalibTable возвращает строку, содержащую названия пиков и их градуировочные коэффициенты. Параметры в строке разделены точкой с запятой.

Function CalibTable() As Variant

Функция не имеет входных параметров.

Параметры градуировочной таблицы, получаемой из Unichrom:

Const ctName Имя калибровочной последовательности (имя пика)
= 1
Const ctFacA = Фактор А
2
Const ctFacB = Фактор В

3
 Const ctFacC = Фактор C
 4
 Const ctSDev = Стандартное отклонение
 5
 Const ctCVal = Достоверность аппроксимации (R2)
 6
 Const ctType = Тип градуировки
 7
 Const ctMode = Параметр градуировки
 8

Типы градуировки:

Const ctLin0 = $y=Bx^1$
 0
 Const ctLine = $y=Bx^1+Cx^0$
 1
 Const ctQuad = $y=Ax^2+Bx^1+Cx^0$
 2
 Const ctPowr = $y= B \cdot \exp(C)$
 3

Параметры градуировки:

Const cpArea = Градуировка по площади пика
 0
 Const cpHeight Градуировка по высоте пика
 = 1

2) **GetCalibData** – возвращает значение указанного параметра градуировки по имени градуировочного пика

Function GetCalibData(PeakName As String, Parameter As Integer) As Double

PeakName	Имя пика градуировки , соответствующее имени пика в таблице градуировки. Строковый параметр. Задаётся строковой константой, заключённой в кавычки " ", или ссылкой на ячейку, в которой содержится имя пика (например, A1).
Parameter	Параметр градуировки Целочисленный параметр от 1 до 8 (см. Параметры градуировочной таблицы, получаемой из Unichrom)

Вставка картинок

1) **InsertPicture**

Function InsertPicture(LayIndex As Integer, _
 PictureName As String, _

Position As Range, Optional Width As Integer = 300, Optional Height As Integer = 200) As String

LayIndex	Номер слоя от 0 и выше (0, 1, 2, 3, ...). 0 – текущий видимый слой. 1, 2, 3, ... - конкретный номер слоя. Целочисленный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой указан номер слоя.
PictureName	Подпись к рисунку. Строковый параметр. Задаётся строковой константой, заключённой в кавычки " ", или ссылкой на ячейку, в которой содержится имя пика (например, A1). Может быть пустой строкой. Функция InsertPicture возвращает значение этого параметра.
Position	Начальная позиция рисунка. Задаётся ссылкой на ячейку, в которую будет помещён левый верхний угол картинка.
Width	Ширина картинка в точках. Оptionальный целочисленный параметр.
Height	Высота картинка в точках. Оptionальный целочисленный параметр.

Функции получения шума

1) **GetNoise** - стандартный алгоритм определения шума в Unichrom

Function GetNoise(LayIndex As Integer, Window As Double, BeginTime As Double, EndTime As Double) As Variant

LayIndex	Номер слоя от 0 и выше (0, 1, 2, 3, ...). 0 – текущий видимый слой. 1, 2, 3, ... - конкретный номер слоя. Целочисленный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой указан номер слоя.
Window	Окно , в котором определяется шум. Вещественный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой указано значение этого параметра. Единицы измерения этого параметра должны соответствовать текущим единицам измерения шкалы X в Unichrom
BeginTime	Начало фрагмента , в котором определяется шум. Вещественный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой указано значение этого параметра. Единицы измерения этого параметра должны соответствовать текущим единицам измерения шкалы X в Unichrom
EndTime	Конец фрагмента , в котором определяется шум. Вещественный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой указано значение этого параметра. Единицы измерения этого параметра должны соответствовать текущим единицам измерения шкалы X в Unichrom

Окно **Window** двигается во фрагменте от **BeginTime** до **EndTime** с шагом в одну точку.
Результат функции - усреднённое значение шума в указанном диапазоне

2) **GetNoiseEx** - определение шума по алгоритму NoiseType (см. ниже)

Function GetNoiseEx(LayIndex As Integer, Window As Double, Step As Double, BeginTime As Double, EndTime As Double, NoiseType As Integer) As Variant

LayIndex	Номер слоя см. описание функции GetNoise
Window	Окно см. описание функции GetNoise
Step	Шаг , с которым перемещается окно Window в диапазоне от BeginTime до EndTime . Вещественный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой указано значение этого параметра. Единицы измерения этого параметра должны соответствовать текущим единицам измерения шкалы X в Unichrom
BeginTime	Начало фрагмента см. описание функции GetNoise
EndTime	Конец фрагмента см. описание функции GetNoise
NoiseType	Идентификатор алгоритма от 0 до 9. Целочисленный параметр. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой указан идентификатор алгоритма.

Step - шаг смещения окна **Window** в тех же единицах, что и **Window**

Идентификаторы алгоритмов расчёта характеристик шума:

NoiseType	Обозначение	Описание алгоритма
0	ntPeakToPeak	Амплитуда шума
1	ntChrPeakToPeak	Амплитуда шума по МП 214.2.840.043Д
2	ntRMS	СКО от среднего
3	ntSTB	Шум по СТБ 1287-2001
4	ntNoise	Шум (Стандартный алгоритм определения шума в Unichrom, см. GetNoise)
5	ntNoiseBand	Полоса шума
6	ntDrift	Дрейф базовой линии
7	ntChrDrift	Дрейф базовой линии по МП 214.2.840.043Д
8	ntMiddle	Середина диапазона
9	ntAverage	Среднее значение сигнала

Статистические функции

1) **MedianFilter** – выбор данных, которые наилучшим образом сходятся

This is function for MS Excel to filter measure results

Function MedianFilter(R As Range, ByVal KeepRows As Long, ParamArray CompareBy())

R	incoming Range of Cells to filter
KeepRows	if greater than 0 - Number of Rows in Result if lower than 0 - Number of Rows to remove from Result
CompareBy()	Rows to use for comparing

Разные функции

1) **UpdatePeakConcs** – задание массовой и объёмной концентрации для пика в Unichrom из шаблона Excel

```
Function UpdatePeakConcs(LayIndex As Integer, PeakName As String, MasConc As Double,  
    VolConc As Double) As Integer
```

LayIndex	Номер слоя см. описание функции PeakProperty
PeakName	Имя пика см. описание функции PeakIndex
MasConc	Массовая концентрация. Вещественное число. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой содержится требуемое значение.
VolConc	Объёмная концентрация. Вещественное число. Задаётся константой или ссылкой на ячейку, в которой содержится требуемое значение.

Если пик с именем **PeakName** не обнаружен, функция добавит фиктивный пик с указанным именем. Если пик обнаружен или успешно добавлен, функция установит для него указанные концентрации.

Результат функции – индекс пика или -1 (минус один), если пик отсутствует.

2) **Author**

```
Function Author() As String
```

Функция не имеет входных параметров. Функция возвращает имя автора документа MS Excel, указанное в свойствах документа.

Установка Unichrom.xla

Установка **надстройки Excel – Unichrom.xla** – выполняется автоматически при установке Unichrom. Файл надстройки копируется в папку **..Unichrom\Reports\XLA**. Если Unichrom устанавливался более одного раза в разные папки, то файл надстройки будет находиться во всех этих папках (возможно даже разные версии). Excel при запуске загружает только зарегистрированный файл надстройки. Excel не может загружать более одной надстройки с одним именем. Для работы с этим файлом в Excel требуется выполнить регистрацию этой надстройки. Регистрация может быть выполнена несколькими способами:

1) После установки Unichrom требуется выполнить установку стандартных сервисов Unichrom, которые находятся на инсталляционном диске Unichrom. Среди стандартных сервисов имеется сервис регистрации шаблонов Excel. Этот сервис запускается автоматически при старте программы Unichrom и заставляет Excel регистрировать требуемые файлы надстроек. При этом Excel прописывает пути к файлам надстроек в реестре **HKEY_CURRENT_USER\Software\Microsoft\Office\11.0\Excel\Options**, параметр **OPEN**, OPEN1, OPEN2 и так далее. Цифра **11.0** в указанном пути означает версию Excel и может быть другой (например, 10.0). Если ранее был зарегистрирован файл надстройки с таким именем, но находящийся по другому пути, то эта регистрация останется, а новый шаблон-надстройка не будет зарегистрирован. Excel грузить его не

будет. Если Unichrom всегда устанавливается в одну и ту же папку, то таких проблем не будет, так как при установке Unichrom файл старой версии будет просто заменён файлом новой версии. Все пути к файлам останутся без изменения. Если же путаница произошла, то необходимо вручную удалить параметр **OPEN** (OPEN1, ...) из реестра. В этом случае сервис регистрации шаблонов выполнит свою задачу при запуске программы Unichrom.

2) Открываете Excel. Заходите в пункт меню **Сервис \ Надстройки....** В окне **Надстройки** нажимаете кнопку **Обзор** и выбираете новую версию файла **Unichrom.xla**.

Приложение Б.

Алгоритмы определения шума в UniChrom

Почти все алгоритмы поиска шума, реализованные в UniChrom, используют общую схему усреднения результатов на коротких интервалах со скользящим окном. Для этого вводятся дополнительные параметры: Window – окно вычисления шума и Step – шаг смещения окна. Также вводятся параметры x_1 и x_2 – полный интервал вычисления шума.

Если полный интервал меньше ширины окна, то вычисление сводится к однократному вычислению в полном интервале. Если больше – проводится усреднение значений, полученных сдвигом окна на указанный шаг.

Это позволяет уменьшить влияние плавных перепадов уровня базовой линии, таких, как пики, или дрейф базовой линии, на результат вычисления. При этом ширина окна выбирается примерно равной ширине пиков, шаг сдвига – обычно $1/10$ – $1/20$ от окна. Иногда – фиксированное значение в одну секунду (для хроматографии) или один интервал дискретизации (одна точка хроматограммы или спектра). Однако, шаг в одну точку приводит к длительному времени вычисления на длинных интервалах, и от его использования стоит отказаться. Также для уменьшения влияния дрейфа в каждом окне вычисляется базовая линия методом наименьших квадратов, и все значения сигнала берутся относительно базовой линии. Базовая линия вычитается из измеренных значений сигнала.

Размерность всех значений алгоритма расчёта шума совпадает с размерностью измеряемой детектором физической величины (мВ, нА, ЕА и т.д.). Если для получения конечного результата требуется дополнительный расчёт, например домножение на коэффициент преобразования, или отнесение к среднему значению сигнала, то это вычисление может быть выполнено во внешнем модуле, который использует функции UniChrom API.

Алгоритм поиска шума «ChrPeakToPeak - Амплитуда шума по МП 214.2.840.043Д», реконструкция алгоритма от «Хроматэк».

С учётом базовой линии в окне ищется наибольшее и наименьшее значение, разность между ними считается уровнем шума в окне. Результаты по отдельным окнам усредняются.

Алгоритм поиска шума «PeakToPeak - Амплитуда шума».

Для каждой трёх соседних точек окна вычисляется высота пика – вертикальное отклонение центральной точки от прямой, соединяющей две крайние точки. Максимальное по абсолютной величине отклонение считается значением уровня шума в окне. Результаты по отдельным окнам усредняются.

Прим.: Учёта базовой линии не требуется, поскольку прибавление линейной функции к данным не изменяет значения шума для этого алгоритма. Также данный алгоритм, в силу своей структуры, учитывает только высокочастотные шумы.

Алгоритм «RMS - СКО от среднего».

Из данных в окне вычитается базовая линия, после чего считается среднеквадратичное отклонение от среднего значения в окне, которое считается значением шума в окне. Результаты по отдельным окнам усредняются.

Алгоритм «Noise - Шум» – стандартный алгоритм UniChrom.

Это модификация алгоритма «RMS», с фиксированным значением шага в одну точку. Окончательный результат домножается на коэффициент Стьюдента, который равен 1,96 для интервалов, больших 24 точек, для получения статистической характеристики «стандартное отклонение», которая определяет полуширину интервала, в котором будут находиться 95% значений при условии нормального распределения случайных значений.

Алгоритм «NoiseBand - Полоса шума» – стандартный алгоритм UniChrom.

Модификация алгоритма «Noise», конечное значение которого домножается на константу $2\sqrt{3}$, что для больших интервалов в среднем соответствует ширине «шумовой дорожки» - разнице между максимальным и минимальным значением в интервале, за исключением единичных выбросов.

Алгоритм «Шум по СТБ 1287-2001».

В СТБ введена формула расчёта шума по алгоритму «RMS», но без учёта дрейфа базовой линии с помощью скользящего окна и вычитания линейной зависимости, с домножением на коэффициент Стьюдента 1,96.

Дрейф базовой линии.

Этот параметр характеризует изменение среднего значения сигнала за стандартный промежуток времени (1 час). Размерность величины: размерность сигнала (мВ, нА, ЕА), отнесённая к размерности промежутка времени (час), напр. мВ/час, нА/ч, ЕА/час.

Алгоритм «Drift - Дрейф базовой линии».

Для всего интервала рассчитывается линейная зависимость данных от времени, и наклон линии приводится к длине стандартного промежутка 1 час, т.е. домножается на частоту сбора сигнала, Гц, и на количество секунд в часе, 3600 с/час. Данная величина считается значением дрейфа базовой линии.

Алгоритм «ChrDrift - Дрейф базовой линии по МП 214.2.840.043Д», реконструкция алгоритма от «Хроматэк».

Значением дрейфа считается отношение разности максимального и минимального значений во всём интервале к длине интервала, выраженной в часах.

Алгоритм «Average - Среднее значение сигнала».

Рассчитывается среднее значение всех полученных сигналов в интервале.

Алгоритм «Middle - Середина диапазона».

Середина диапазона значений. Находится минимальное и максимальное значение в диапазоне. Результатом считается среднее между ними.