

**PROTOCOLLO DI COLLAUDO E TARATURA - PASSAPORTO
TAVOLE RIASSUNTIVE RISULTATI**

Tipo di Strumento	CROMATOGRAFO IONICO PORTLAB
Numero di Serie CD-510	
Data Produzione	
Data Validazione	
Responsabile Servizio	

ELENCO PROVE DI VALIDAZIONE

PROVE GENERALI DI SISTEMA

N.N	Test	Risultato
1	Ispezione Esterna	PASSED
2	Controllo Generico Tasti	PASSED
3	Controllo Memoria	PASSED
4	Test Elettronici – Calibrazione Conduttimetro	PASSED
5	Test Idraulici	PASSED
6	Test AutoZero	PASSED
7	Test Start-In	PASSED

PROVE ANALITICHE

PROGRAMMA

8	Rumore (RMS)	Valore
9	Deriva	Valore
10	Segnale Ione Potassio – (Sensibilità)	Valore
11	Compensazione	Valore
12	Risultato Complessivo	PASSED

CONFORMITA' ANALITICA

13	Test Rapporto Segnale/Rumore	PASSED
14	Test Riproducibilità	PASSED
15	Test Linearità (Calibrazione)	PASSED

Si certifica che lo strumento esaminato è conforme a tutte le specifiche di fabbrica e rispetta i parametri GLP.

Data, Luogo

Il Tecnico Incaricato

ELEMENTI FONDAMENTALI DELLA VALIDAZIONE

Con il presente Protocollo di Validazione GLP si intende:

- 1 - Dimostrare che lo Strumento è calibrato e lavora correttamente
- 2 - Confermare che il prodotto finale rispetta gli Standards di Qualità interni
- 3 - Confermare i parametri di Sensibilità e Riproducibilità Analitica del Sistema

DESCRIZIONE DEI TESTS E TAVOLE RISULTATI

N.N.1 – Ispezione Esterna

Il sistema non deve avere danni esterni. Il conduttimetro deve avere un normale fusibile esterno di serie (verificarne posizionamento) e deve avere il marchio CE oltre che il numero di serie. Non sono ammissibili le irregolarità sul pannello anteriore.

PROVE	RISULTATO
Il sistema ha danni visibili?	
Il fusibile è correttamente posizionato?	
Le marchiature sono regolari?	

N.N.2 & 3 – Controllo Generico Tasti e Controllo Memoria

- 1) Attivare l'apparecchio.
- 2) Premere consecutivamente tutti i cinque tasti del conduttimetro con l'intervallo di 10 secondi tra ogni pressione. Ogni digitazione deve essere accompagnato da un segnale acustico caratteristico.
- 3) Annotarsi i parametri di GAIN, POLARITA', FILTRO SECONDI, TEMPERATURA TERMOSTATO
- 3) Disattivare l'apparecchio.
- 4) Attivare l'apparecchio non prima di 30 sec. dopo la sua disattivazione e controllare la corrispondenza dei parametri a quelli prestabiliti prima della disattivazione.
- 5) Impostare la costante del tempo 4sec , per fare ciò:
Premere pulsante "Regime" (MODE) fino ad apparire la riga con la scritta:
«Time const. 1sec.», poi con l'aiuto dei pulsanti «←» e «→» mettere 4 secondi.
- 6) Impostare la polarità del conduttimetro «+»

PROVE	RISULTATO
Il conduttimetro e la pompa si accendono correttamente?	
I tasti funzionano correttamente?	
La memoria memorizza correttamente i parametri impostati prima dello spegnimento?	

N.N.4 – Test Elettronici e Ricalibrazione Conduttimetro

- 1) Installare a posto dei cavi di conduzione della cella la resistenza di precisione di $200 \pm 1\%$ Ohm
- 2) Installare il valore della compensazione della conducibilità elettrica di fondo sulla tastiera dell'apparecchio «Comp» 0
- 3) Installare il parametro di guadagno «Gain» 1
- 4) Il valore del segnale del conduttimetro sulla riga superiore del indicatore deve stare nel RANGE di 5000 ± 50 ($\pm 1\%$)
- 5) Togliere la resistenza di precisione e al suo posto mettere l'altra resistenza di precisione oppure il loro assemblaggio con valore nominale 50 Ohm ($\pm 1\%$)
- 6) Premere una volta il pulsante "Autozero" e aspettare il termine di lavoro della funzione assegnata.
- 7) Premere il pulsante "MODE", se non è visibile sul display il valore di "Compensazione" ,fino ad apparire la scritta «COMP.» Il valore di segnale del conduttimetro sulla riga inferiore deve stare nel RANGE di 7070 ± 50 , per es. «Comp. $7068 \mu\text{S}/\text{cm}$ »
- 8) Togliere la resistenza di precisione, oppure il loro assemblaggio, e al suo posto mettere l'altra resistenza di precisione, oppure il loro assemblaggio, avente il valore nominale 2 KOhm ($\pm 1\%$)
- 9) Premere una volta il pulsante "Azzeramento" e aspettare il termine di lavoro della funzione assegnata.
- 10) Premere il pulsante "Regime", se non c'è il menu "Compensazione" ,fino ad apparire la scritta «COMP.» Il valore di segnale del conduttimetro sulla riga inferiore deve stare nel RANG di 1080 ± 50 , per es. «Comp. $1105 \mu\text{S}/\text{cm}$ »

n.	TEST	VALORE TOLLERANZA	LETTURA	RISULTATO
1	Test elettronico con la resistenza 200 Ohm	5000 ± 50	5009	<input checked="" type="checkbox"/>
2	Test elettronico con la resistenza 50 Ohm	7070 ± 50	7069	<input checked="" type="checkbox"/>
3	Test elettronico con la resistenza 2 KOhm	1080 ± 50	1071	<input checked="" type="checkbox"/>

11) Qualora uno dei valori della prova non dovesse essere conforme, procedere alla ricalibrazione del rivelatore per mezzo delle resistenze di precisione e del software in dotazione come di seguito illustrato:

1. Attivare il Software "ConductXP" tramite doppio click sull'icona
2. Selezionare la porta COM di collegamento
3. Inserire la resistenza da 200 Ohm escludendo la cella e nella finestra del software inserire il valore $5000 \text{ mS}/\text{cm}^2$
4. Premere il tasto "Calibrate"
5. Attendere il completamento del processo

12) Rieseguire i tests come da punto 1

n.	TEST DOPO RICALIBRAZIONE	VALORE TOLLERANZA	LETTURA	RISULTATO
1	Test elettronico con la resistenza 200 Ohm	5000±50	5009	<input checked="" type="checkbox"/>
2	Test elettronico con la resistenza 50 Ohm	7070 ±50	7069	<input checked="" type="checkbox"/>
3	Test elettronico con la resistenza 2 KOhm	1080±50	1071	<input checked="" type="checkbox"/>

N.N.5 – Test Idraulici

POMPA ANALITICA

PRESSIONE

Questo test serve per confermare le prestazioni della pompa in accordo agli standards di fabbrica nonché a verificare il corretto montaggio di tutte le linee idrauliche.

La linea idraulica generata dalla pompa è inizialmente riempita con soluzione di Isopropanolo 30/70. Le connessioni di uscita (outlet) sono chiuse. I limiti minimi e massimi di pressione della pompa sono preselezionati: 10 psi MIN e 1900 psi MAX (pompa serie I) e 3000 psi MAX (pompa serie II). Una volta fatto ciò si avvia la pompa al flusso di 0,4 ml/min.

Successivamente la pompa verrà automaticamente fermata dal controller di pressione in quanto raggiungerà il limite massimo. Appena fermata, con tutti gli outlet chiusi, la caduta di pressione deve essere < 150 psi/min nell'arco dei primi 3 minuti. Si ripete la prova 3 volte.

PROVE	1° min	2° min	3° min	RISULTATO
PROVA 1	55	66	90	OK
PROVA 2	71	77	91	OK
PROVA 3	73	83	102	OK

Fatto questo si installa un resistore idraulico di precisione all'uscita della linea idraulica della pompa e si avvia il flusso a 0,4 ml/min. Quindi si incrementa lentamente il flusso (+0,1 ml/min) fino a raggiungere una pressione interna al sistema di 2000 psi (0,7-0,8 ml/min). Mantenendo costanti queste condizioni per 10 minuti, la fluttuazione di pressione deve sempre essere contenuta entro ± 50 psi. Si ripete la prova 3 volte.

PROVE	RISULTATO
PROVA 1	OK
PROVA 2	OK
PROVA 3	OK

DISPENSAZIONE

Si fa funzionare la pompa ai flussi selezionati per determinato tempo dentro una buretta tarata. Si verifica che il flusso indicato corrisponda la reale quantitativo di liquido dispensato (3 volte). Errore massimo accettato:

Riproducibilità: < 1%

Volume Dispensato: < 5%

PROVE		Dispensato	RISULTATO
PROVA 1	1 ml/min x 1 min		OK
PROVA 2			OK
PROVA 3			OK
PROVE	2 ml/min x 5 min	Dispensato	RISULTATO
PROVA 1			OK
PROVA 2			OK
PROVA 3			OK
PROVE	5 ml/min x 5 min	Dispensato	RISULTATO
PROVA 1			OK
PROVA 2			OK
PROVA 3			OK

RIVELATORE

- 1) Inserire la spina elettrica del conduttimetro nella rete di alimentazione e controllare la temperatura sulla cella (30°C).
- 2) Collegare attraverso il tubo capillare ,avente il diametro 0,5 mm (la striscia arancione) , il raccordo d'entrata mentre il capillare d'uscita viene direzionato allo scarico
- 3) Stabilire il flusso di 2 ml/min sulla pompa (controllare che la pompa flussi acqua e non alcool) .
- 4) Lanciare la pompa e tra 2-3 minuti annotare le lettura sul display di pressione della pompa stessa.
- 5) Scollegare l'entrata del conduttimetro dalla pompa (Il tubo capillare rimane attaccato all'outlet nella pompa), ed annotare la lettura della pressione della pompa, sempre con la pompa stessa in funzione
- 6) La pressione di lavoro sulla cella sarà la differenza tra i parametri del P. 4 e P.5.
- 7) La cella analitica dovrà lavorare in un range di pressione tra 2,0 fino a 5,5 bar (in caso di superamento della pressione, dalla parte d'entrata del tubo capillare tagliare 10 cm, se questo non aiuta, sostituire il tubo capillare sulla cella), quindi operare nuovamente la lettura.

PROVE	LETTURA BAR	RISULTATO
LETTURA POMPA + CELLA		
LETTURA SOLO POMPA		
DIFFERENZA		OK

OPERAZIONE ESEGUITA PER RIENTRARE NEI RANGE OPERATIVI:

PROVE DOPO OPERAZIONI	LETTURA BAR	RISULTATO
LETTURA POMPA + CELLA		
LETTURA SOLO POMPA		
DIFFERENZA		OK

N.N.6 – Test AUTOZERO

Questo test permette soltanto di verificare il corretto funzionamento del comando "AUTOZERO" via RS232 impartito dal pannello frontale del detector (NON VIA SOFTWARE).

PROVE	RISULTATO
PROVA 1	OK
PROVA 2	OK
PROVA 3	OK

N.N.7 - Test Start-In

Questo test verifica il funzionamento del contatto che genera l'iniettore passando dalla posizione "Carico" alla posizione "Iniezione" facendo partire il cromatogramma. Si fa partire la lettura della linea di base con "Start Determination" e si verifica l'acquisizione il tempo di risposta del software dopo l'iniezione (< 1 sec).

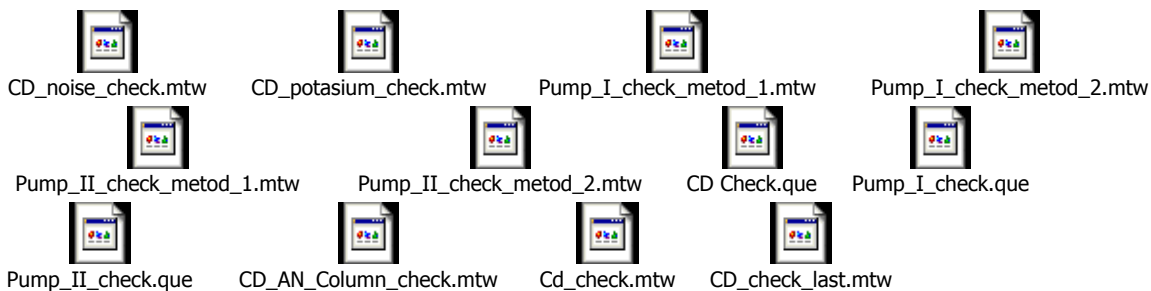
PROVE	RISULTATO
PROVA 1	OK
PROVA 2	OK
PROVA 3	OK
PROVA 4	OK
PROVA 5	OK

N.N.8 & 9 & 10 & 11 & 12

Il test di programma si esegue utilizzando il software Chrom&Spech versione 2.x
Il controllo dell'apparecchio si esegue sull'uscita digitale.

- 1) Il connettore RS 232 del conduttimetro deve essere collegato con la porta COM designata del PC
- 2) Il cavo di sincronizzazione deve essere collegato all'iniettore
- 3) Collegare l'uscita della colonna di separazione (Shodex YS-50) con l'entrata del conduttimetro, quindi direzionare il tubo capillare d'uscita nello scarico.
- 4) Lanciare la pompa con il tasto "PRIME" aprendo completamente la valvola di "PRIME", e pompare nella siringa attraverso la pompa non meno di 10 ml di eluente, tirando verso di se in caso di necessità lo stantuffo della siringa. Premere il pulsante "RUN/STOP" sulla pompa, aspettare l'arresto totale del motore della pompa e chiudere la valvola di PRIME .
- 5) Stabilire il flusso nella pompa di 1,0 ml e premere il pulsante "RUN" , la pompa comincia pompare l'eluente attraverso l'iniettore , la colonna, il conduttimetro (**eluente: Acido Nitrico 4 mM**)

6) Copiare i Files:



nella directory **C:\MLCW24\Methods (o MLCW26 o MLCW32)**

6) Avviare il Software Chrom&Spech

Durante l'avviamento del software si deve introdurre il nome e parola d'ordine (se presenti), (individuali per ogni l'esecutore del test) e premere il pulsante "Entrata" , dopodichè appare la finestra del programma, fig, 1

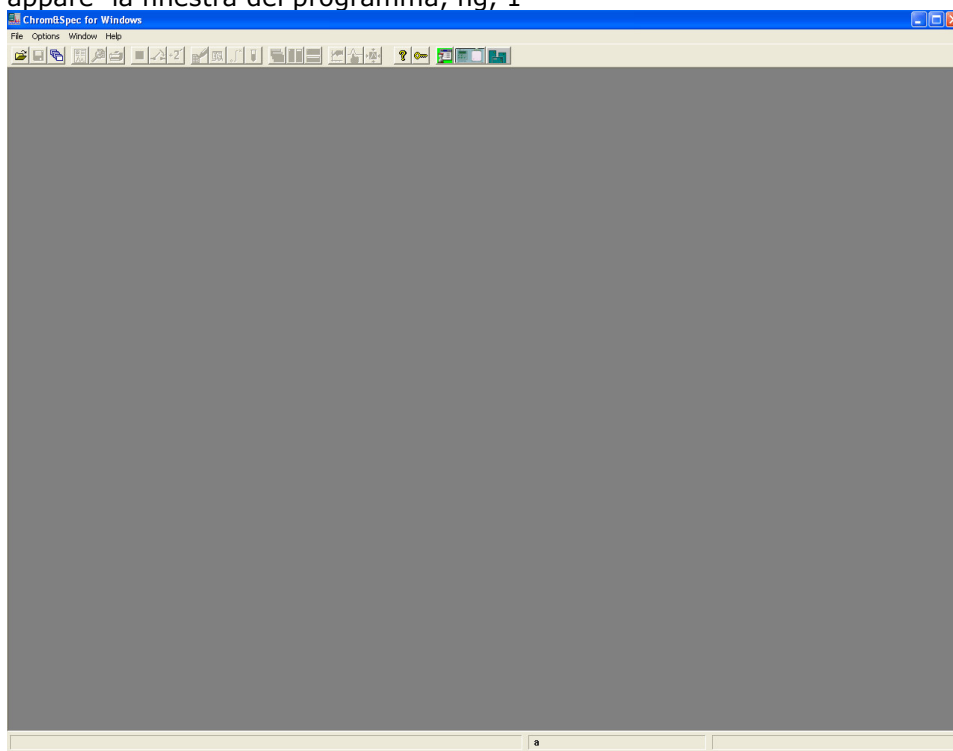


Fig. 1. Finestra principale del programma Chrom&Spech

8) Per il lancio del test si deve aprire il menu File/open/sample que e quindi scegliere CD CHECK.que, fig.2.

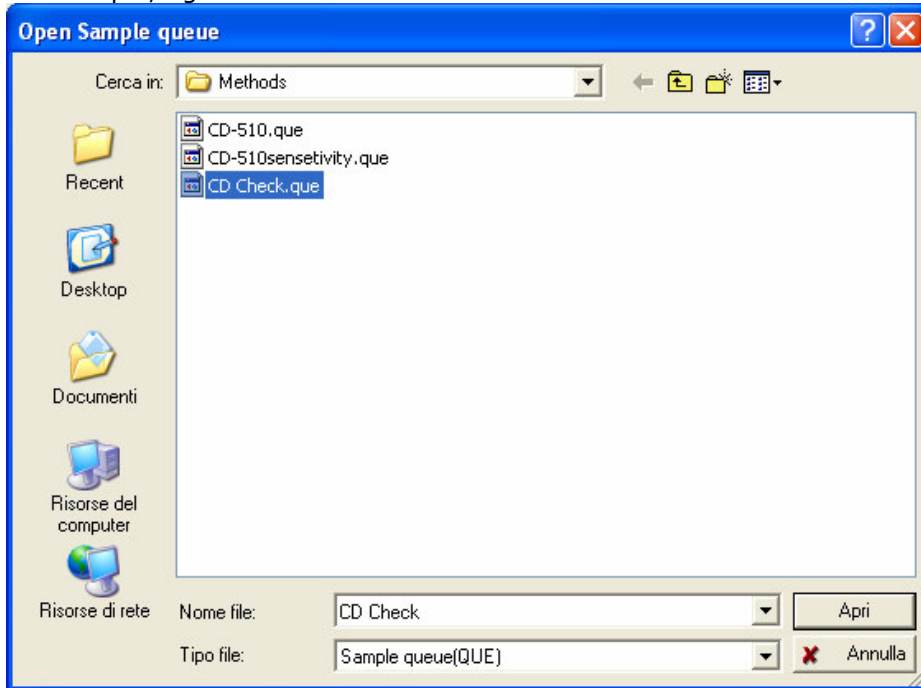


Fig. 2 Scelta del turno per il test del conduttimetro

9) Lanciare il programma

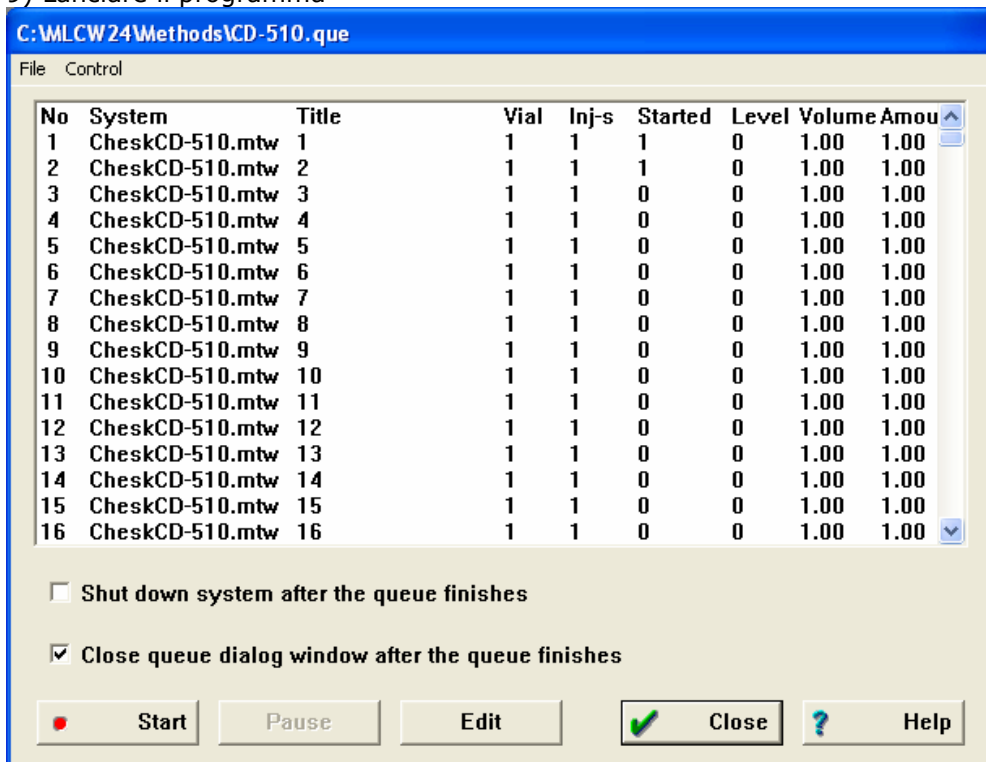
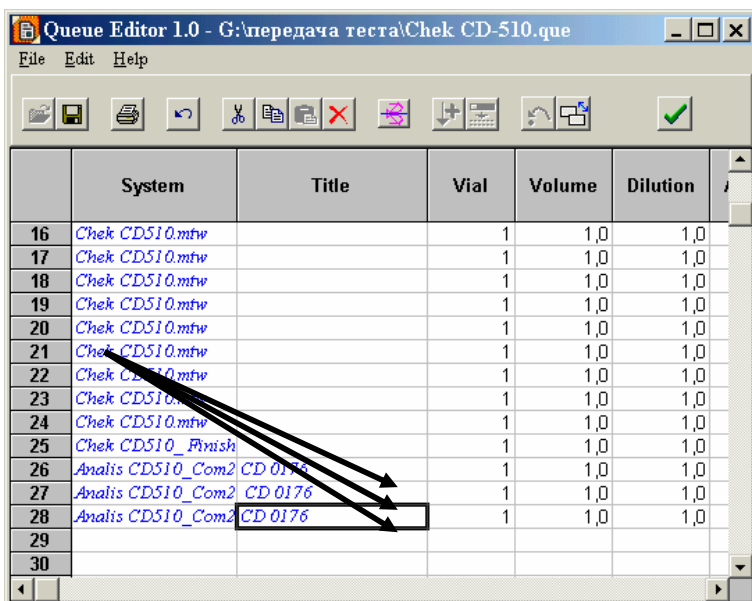


Fig.3. Menu lancio del programma di test

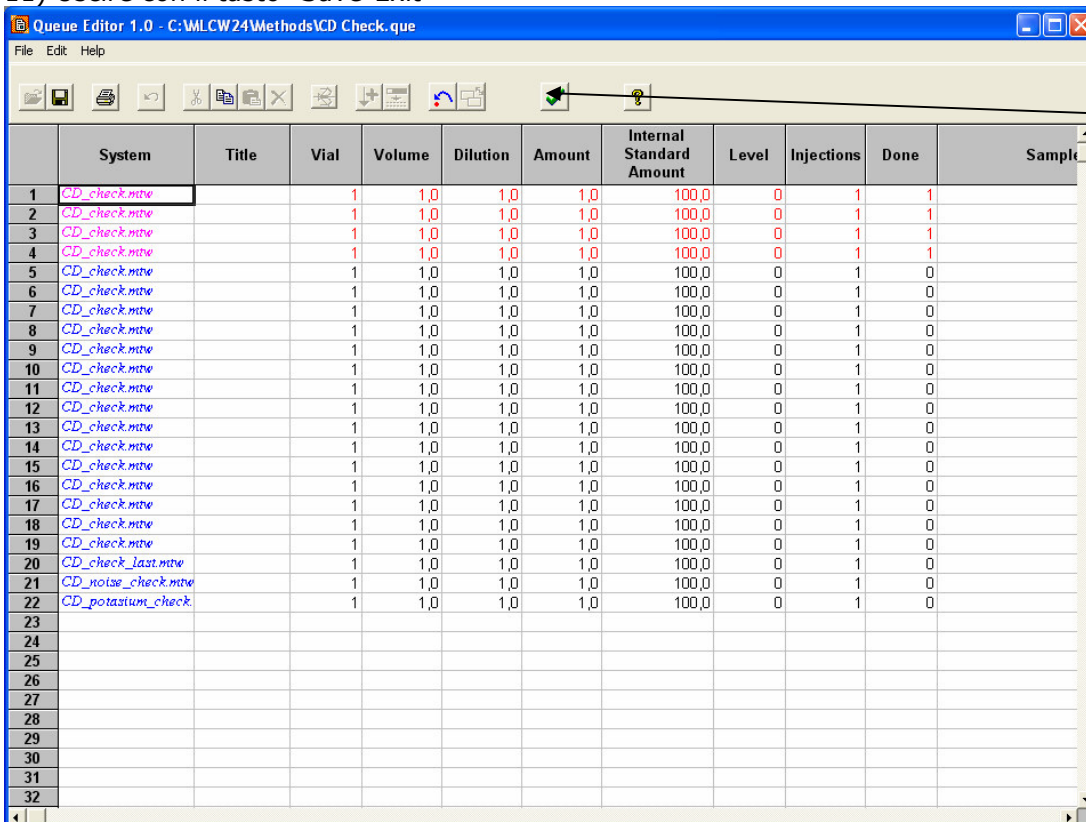
10) Per l'introduzione del numero del conduttimetro da testare, si deve premere il pulsante "EDIT" fig.3, nella finestra che appare, fig.4, introdurre nelle tre ultime righe della seconda colonna il numero del conduttimetro (righe 98-99 e 100) , indicato sul suo pannello posteriore.



	System	Title	Vial	Volume	Dilution
16	Chek CD510.mtw		1	1,0	1,0
17	Chek CD510.mtw		1	1,0	1,0
18	Chek CD510.mtw		1	1,0	1,0
19	Chek CD510.mtw		1	1,0	1,0
20	Chek CD510.mtw		1	1,0	1,0
21	Chek CD510.mtw		1	1,0	1,0
22	Chek CD510.mtw		1	1,0	1,0
23	Chek CD510.mtw		1	1,0	1,0
24	Chek CD510.mtw		1	1,0	1,0
25	Chek CD510_Finish		1	1,0	1,0
26	Analisi CD510_Com2	CD 0176	1	1,0	1,0
27	Analisi CD510_Com2	CD 0176	1	1,0	1,0
28	Analisi CD510_Com2	CD 0176	1	1,0	1,0
29					
30					

Fig 4. Menu del redattore del turno per l'introduzione del numero del conduttimetro

11) Uscire con il tasto "Save-Exit"



	System	Title	Vial	Volume	Dilution	Amount	Internal Standard Amount	Level	Injections	Done	Sample
1	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	1	
2	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	1	
3	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	1	
4	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	1	
5	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
6	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
7	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
8	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
9	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
10	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
11	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
12	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
13	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
14	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
15	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
16	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
17	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
18	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
19	CD_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
20	CD_check_last.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
21	CD_noise_check.mtw		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
22	CD_potassium_check		1	1,0	1,0	1,0	100,0	0	1	0	
23											
24											
25											
26											
27											
28											
29											
30											
31											
32											

12) Per un lancio del test , dopo l'esecuzione dei P.8 e P.9, premere il Pulsante "START", fig,3.

Dopo il lancio si comincia l'esecuzione del turno contenente i seguenti metodi, tabella 1.

Numero	Numero metodo	Durata, minuti	Numero di ripetizioni
1	CD_Check.mtw	1	19
2	CD_Check_last.mtw	1	1
3	CD_noise_check.mtw	5	1
4	CD_potassium_check.mtw	10	1

Tabella 1. Elenco di test dei metodi per il conduttimetro

La durata totale del test senza considerare l'introduzione manuale di 3 soluzioni standard è di 53 minuti .

Qualora le prime 19 operazioni (CD_Check.mtw) venissero eseguite correttamente, significa che il protocollo di trasferimento dati, il protocollo di controllo elettronico e le amplificazioni lavorano correttamente. Se qualunque problema si presenta il que list viene interrotta.

CD_noise_check.mtw ci fornisce un cromatogramma del rumore di fondo su bianco (senza iniezione), sul quale verifichiamo il NOISE e DRIFT (fig.5)

Fig.5 Il rapporto sul rumore il valore sottolineato è un valore incognito del rumore

Report date: 10/04/2007 19:03:00
Printed by: Fanelli Maria
Title: base line
Analysis from: 10/04/2007 18:39:59
File: C:\MLCW24\DATA\r4101839.chw
Last save: 10/04/2007 18:44:19 Modified!
Method: Potassio glp
Last save: 10/04/2007 18:39:36
Run operator:
Analysis number: 63

SAMPLE:

Vial number: 1
Volume: 200.0 µl
Dilution: 1.00
Amount: 100.00

COLUMN:
Size: 2.0x 60 mm
Number:
Part.size: 5.0 µm

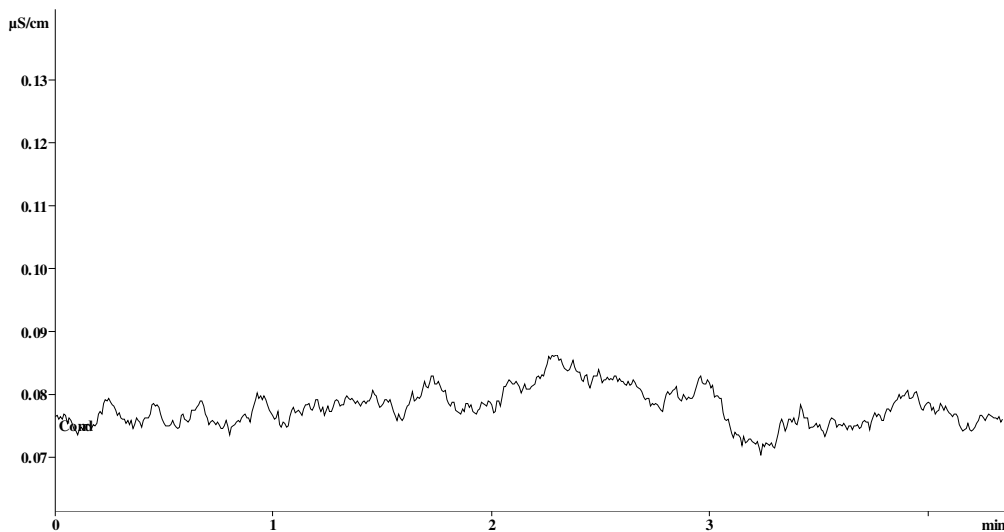
ELUENT A:

B:
C:
Flow: 1500.00 µL/min
Temperature: 20.0 C
Pressure: 37.0 bar

RESULTS

Quantitation method: Custom

Standard component: No



No peaks

CHANNELS TABLE

Total channel: None

Cond

No	Name	Units	Input	Minimum	Zero	Maximum	Range	Coefficient	Noise	Shift
1		Cond	µS/cm	1	-2147483647	0	2147483647			
				2.147e+03	1.000e-06	464.90	0			

#	Name/Units	Noise	RMS	PeakToPeak	Drift/hour
1	Cond	464.9	2952.3	16080.2	-134733.804
	µS/cm	<u>0.000465</u>	<u>0.00295</u>	0.0161	-0.135

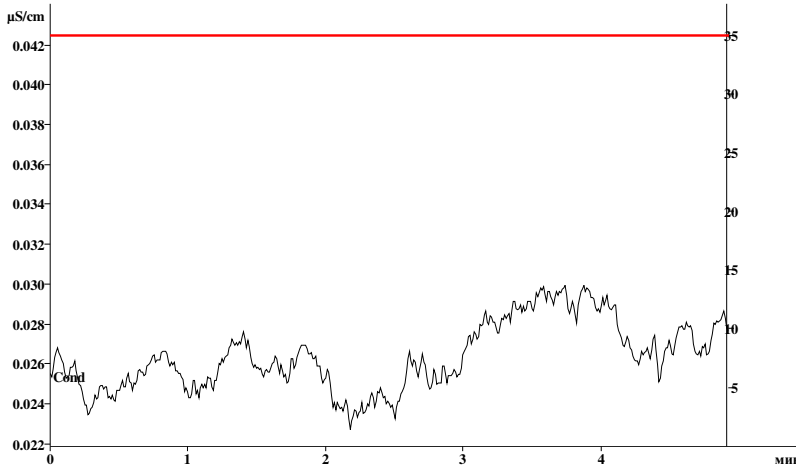
Fig.5 Il rapporto sul rumore il valore sottolineato è un valore incognito del rumore.

Report date: 14.05.2005 8:32:18
 Printed by: Denis Motovilov
 Ident: CD 0176
 Analysis from: 11.05.2005 16:41:56
 File: p5111641.chw Last save: 11.05.2005 16:46:58
 Method: Analis CD510_Com2_RMS(Noi Last save: 11.05.2005 16:31:04
 Run operator: 1
 Analysis number: 62
 SAMPLE: RMS(Noise) Determination
 :
 Vial number: 1
 Volume: 1.0 µl
 Dilution: 1.00
 Amount: 1.0000
 COLUMN: Aquilane C1P

Size: 4.6 x 100 mm
 Number: 0865
 Part.size: 10.0 µm
 ELUENT: 4 mmol HNO3

Flow: 1500.00 µL/min
 Temperature: 20.0°C
 Pressure: 3.7 MPa

Quantitation method: Su ordine



No peaks

CHANNELS TABLE

Cond No	Name	Units	Input	Minimum	Zero	Maximum	Range	Coefficient	Noise	Shift
1	Cond	µS/cm	1	-2147483647	0	2147483647	2.147e+03	1.000e-06	112.12	0
#	Name/Units	Noise	RMS	PeakToPeak	Drift/hour					
1	Cond	112.1	1365.3	6648.3	42392.008					
	µS/cm	0.000112	0.00137	0.00665	0.0424					

Report date: 10/04/2007 19:09:34
 Printed by: Fanelli Maria
 Title: Potassio 1 ppm
 Analysis from: 10/04/2007 18:47:02
 File: C:\MLCW24\DATA\r4101847.chw
 Last save: 10/04/2007 18:56:09 Modified!
 Method: Potassio glp
 Last save: 10/04/2007 18:39:36
 Run operator:
 Analysis number: 64

SAMPLE:

Vial number: 1
 Volume: 200.0 µl
 Dilution: 1.00
 Amount: 100.00

COLUMN:
 Size: 2.0x 60 mm
 Number:
 Part.size: 5.0 µm

ELUENT A:
 B:

C:
 Flow: 1500.00 µL/min
 Temperature: 20.0 C
 Pressure: 37.0 bar

ACQUISITION PARAMETERS

Channels: 1
 Method duration: 23.00 min
 Run duration: 9.21 min
 Measurements (run): 1845
 Freq.divisor: 1
 Sampling: 3.34 pts/sec
 Start mode: Extern.
 Device:
 Program before:
 Program after:
 Spikes filter: No
 Median filter: No
 smooth degree: 0
 Gauss filter: No
 smooth degree: 0

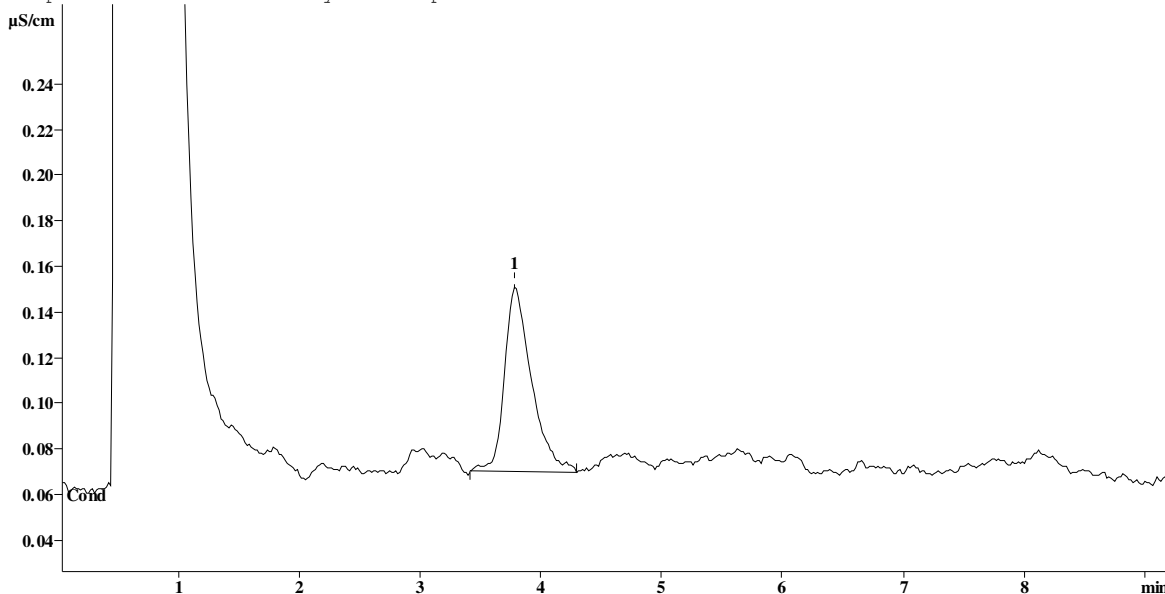
CHANNELS TABLE

Total channel: None

No	Name	Units	Input	Minimum	Zero	Maximum	Range	Coefficient	Noise	Shift
1	Cond	µS/cm	484.63	0	1	-2147483647	0	2147483647	2.147e+03	
#	Name/Units	Noise	RMS	PeakToPeak	Drift/hour					
1	Cond	484.6	11558153.1	117892570.9	-64218282.571					
	µS/cm	0.000485	11.6	118	-64.2					

Baseline noise with window 60.0s from 0.0min to 9.2min
 Channel 1 (Cond)
 RMS noise 3.56(3558312.8) +/- 10.6(10645973.4)µS/cm(pts)
 maximum 31.9 at position 0.0 min
 Peak to peak noise 14(13959856.3) +/- 41.8(41801281.2)µS/cm(pts)
 maximum 125 at position 0.0 min
 drift -64.2 µS/cm/hour

This report has been created by Chrom&Spec for Windows



CD_potassium_check.mtw ci fornisce un cromatogramma del picco di potassio sul quale verificare l'altezza (FIG.6).

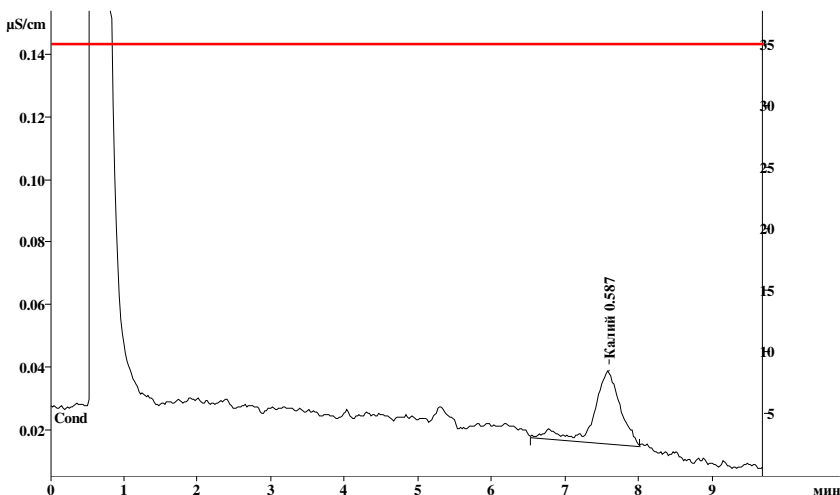
ATTENZIONE!! In questo caso è necessario iniettare uno standard di potassio 1 ppm quando il sistema ce lo richiede, su loop da 50 mkl.

Fig 6. Il Rapporto sul cromatogramma di standard, il valore sottolineato è un valore ricercato della altezza della punta di potassio

```

Report date:      14.05.2005 8:40:13
Printed by:      D.Motovilov
Ident:           K+ Test Sample
Analysis from:   11.05.2005 16:52:14
File:            p5111652.chw           Last save: 11.05.2005 17:02:16
Cambiato!
Method:          Analis CD510_Com2.mtw   Last save: 11.05.2005 16:50:01
Run operator:    1
Analysis number: 64
SAMPLE:
:
Vial number:     1
Volume:          1.0 µl
Dilution:        1.00
Amount:          1.0000
COLUMN:          Aquilane C1P
Size:            4.6 x 100 mm
Number:          0865
Part.size:       5.0 µm
ELUENT:          4 mMol HNO3

Flow:            1500.00 µL/min
Temperature:     20.0°C
Pressure:        3.7 MPa
    
```



Quantitation method: Su ordine

No	Retention мин	Height µS/cm	Name
1	7.59	<u>0.02</u>	Potassium

CHANNELS TABLE

Cond										
No	Name	Units	Input	Minimum	Zero	Maximum	Range	Coefficient	Noise	Shift
1	Cond	µS/cm	1	-2147483647	0	2147483647	2.147e+03	1.000e-06	113.67	0
#	Name/Units	Noise	RMS	PeakToPeak	Drift/hour					
1	Cond	113.7	846127.5	9321253.6	-3911001.369					

Conclusione: Il conduttimetro viene riconosciuto certificabile, se l'altezza del picco di potassio o più di nove 9 volte il rumore (RMS).

PROVE	RISULTATO
Il test elettronico è passato correttamente?	
Lettura NOISE	
Lettura DRIFT	
Lettura ALTEZZA PICCO POTASSIO	
Il Sistema è CONFORME?	

N.N.13 – Rapporto Segnale/Rumore

Calcolare LOD del sistema sul picco del potassio, verificando il segnale del picco stesso in altezza sull'asse delle ordinate e dividendolo per il rumore di fondo verificato moltiplicato 5 volte. Se il risultato ottenuto deve essere $>$ di 9.

PROVE	VALORE	RISULTATO
Rapporto Segnale/Rumore		

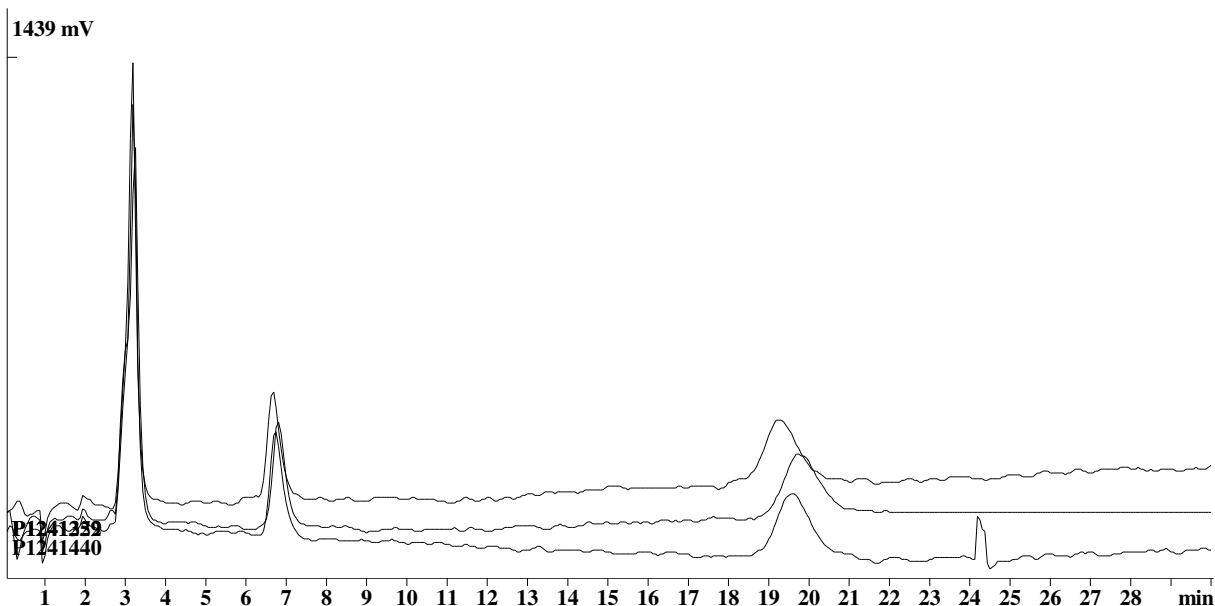
N.N.14 – Test Riproducibilità

Questo test consente di verificare la riproducibilità analitica del sistema.

Si inietta 3 volte la soluzione standard di calibrazione e si verifica l'area dei picchi. (potassio, 1 ppm)

Lo scostamento percentuale tra ciascun picco con il corrispondente nei successivi cromatogrammi deve essere < 2% dell'area. Questo ed il successivo test sono eseguiti per verificare la corretta funzionalità della colonna analitica.

BATCH RIPRODUCIBILITA'



CROMATOGRAMMA	PEAK 1	PEAK 2	PEAK 3
1241511	55,554	16,692	27,754
1241440	55,396	18,689	25,915
1241222	56,948	17,018	26,034
RISULTATO	ACCETT	ACCETT	ACCETT

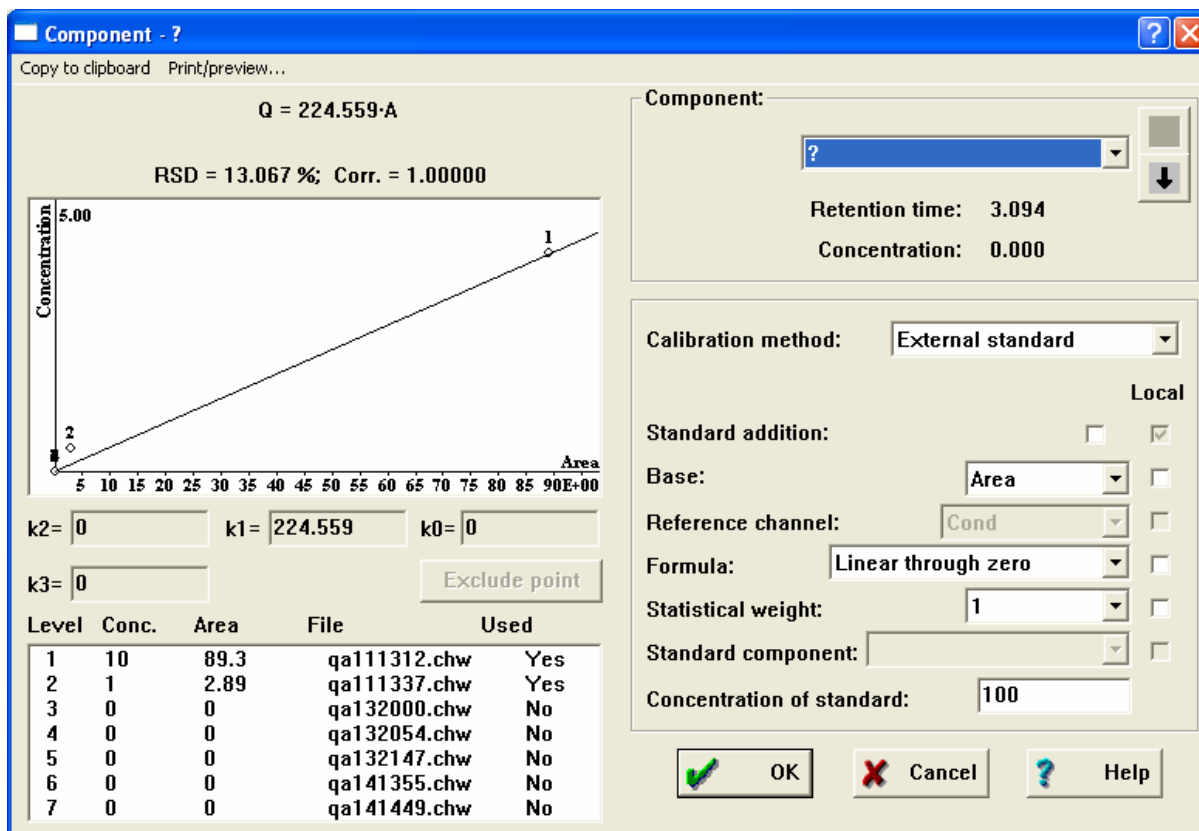
N.N.15 – Test Linearità (Curva di Calibrazione)

Questo test analitico è atto a verificare la linearità dei risultati tramite la costruzione di una curva di calibrazione su 5 punti a mezzo standard potassio, preparato come segue:

20ppm - 10 pmm - 5ppm - 1ppm - 0,5ppm.

L'RDS deve essere < 5% mentre il fattore di correlazione deve essere migliore di 0,998 - 1,002.

La calibrazione deve essere LINEARE PASSANTE PER LO ZERO MATEMATICO.



PROVA	VALORE	RISLUTATO
RSD		OK
CORRELAZIONE		OK