1 Введение

1.1 Программа **"NetChrom V2.0"** (далее по тексту программа) разработана и выпускается **НПФ "Мета-хром"** и предназначена для автоматизации работы хроматографа **"Кристаллюкс-4000М"** при проведении серийных анализов, исследовательских работ, а также разработки методик. Программа позволяет производить на одном компьютере типа IBM PC одновременную обработку сигналов и управление от одного до восьми хроматографов. Подключение хроматографов осуществляется к последовательному интерфейсу RS-232C или интерфейсу USB.

1.2 Программа обеспечивает управление и обработку хроматографического сигнала предыдущих моделей хроматографов **"Кристаллюкс-4000"** путем замены управляющего контроллера хроматографа и **"Кристалл-2000"**, который подключаются к компьютеру с помощью штатного устройства сопряжения.

Программа обеспечивает также обработку хроматографического сигнала неавтоматизированных хроматографов типа **"ЛХМ-80"**, **"модель 3700"**, серии **"Цвет"** и др., в т.ч. зарубежных. Неавтоматизированные хроматографы подключаются к компьютеру через блок аналогово-цифрового преобразования. Программа работает со следующими типами АЦП:

- 24-х разрядный блок АЦП фирмы "Мета-Хром" (от 1 до 8 входов),
- 24-х разрядное устройство ИТЛЦ фирмы "Мета-Хром" (1 вход),
- 16-ти и 24-х разрядное АЦП фирмы "МультиХром" (на 2, 4 и 8 входов);
- 24-х разрядное, встраиваемое в компьютер, АЦП фирмы "L-Card" (L-241 на 1 и 2 входа);
- 24-х разрядное, встраиваемое в компьютер, АЦП фирмы "Центр АЦП" (ЛА-И24 на 1, 2 и 3 входа).

Программа обеспечивает управление и обработку хроматографических сигналов комбинированного комплекса, состоящего из набора перечисленных в п.п. 1.1, 1.2 хроматографов в различной комбинации.

Количество хроматографов и других устройств, подключенных к компьютеру ограничено восемью.

1.3 В комплект поставки программы входит:

- CD-диск с программой "NetChrom V2.0";
- описание программы;
- электронный ключ, обеспечивающий возможность использования программы на одном компьютере.

1.4 По мере развития программы, в нее постоянно вносятся различные изменения, касающиеся как исправления замечаний, выявленных по результатам эксплуатации, так и появления новых функциональных возможностей. Поэтому текст описания может не соответствовать возможностям программы. Замечания как по тексту описания, так и по самой программе, равно как и по работе хроматографа просим направлять по электронной почте: m_chrom@mari.ru.

1.5 **Изготовитель предупреждает потребителей**, что использование хроматографа типа **"Кристаллюкс"** с другими программными продуктами, несертифицированными органами Госстандарта совместно с хроматографом, является **нарушением "Закона**

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Российской Федерации об обеспечении единства измерений"! Кроме того, использование этих программ может повлечь за собой выход хроматографа из строя. Вся ответственность за нарушение закона и выход из строя хроматографа при этом целиком ложится на потребителя!

1.6 В поставку программы входят ресурсы, призванные помочь пользователю быстро освоиться и приступить к работе. Эти ресурсы включают в себя контекстно-зависимую справочную систему, полезные советы, демонстрационные ролики, пошаговое руководство по выполнению типовых операций и печатную документацию. Кроме того, пользователь может получить техническую поддержку **специалистов НПФ "Мета-хром"**:
на регулярно обновляемом Web-сайте: **http://www.meta-chrom.ru**
по электронной почте: **m_chrom@mari.ru**,
по телефонам **(8-836-2)42-49-97, 46-87-28**.

1.7 Хроматограф **"Кристаллюкс-4000М"** разработан **НПФ "Мета-хром"**, прошел в 2003 году приемочные испытания, в результате которых был внесен в Государственный реестр средств измерений под **№ 24716-03**, а НПФ "Мета-хром" были выданы **сертификат** об утверждении типа средств измерений **RU.C.31.003.A №14704** от 01.05.2003 и **лицензия** на изготовление и ремонт средств измерений **№000685-ИР** от 08.09.2003, **санитарно-эпидемиологическое заключение** № 77.99.04.430.Д.006693.09.03 от 10.09.2003 о соответствии санитарным правилам.

Хроматограф серийно выпускается НПФ "Мета-хром" с 2003 года. Срок окончания действия сертификата - 1 мая 2008 года.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

2 Требования к оборудованию

Программа работает на компьютерах IBM PC или совместимых с ними следующей (минимальной комплектации) комплектации:

· Компьютер с процессором, тактовая частота которого составляет не менее 300 МГц.* Использоваться могут процессоры семейств Intel Pentium/Celeron, AMD K6/Athlon/Duron, или другие совместимые процессоры. Рекомендуемая частота процессора – 1700 МГц и выше.

· ОЗУ объемом не менее 256 МБ, рекомендуется 512 МБ и выше (при работе с двумя и более хроматографами).*

· Жесткий диск HDD объемом не менее 10 ГБ; рекомендуется 40 ГБ и выше.* Свободный объем диска для работы программы должен быть не менее 1,5 ГБ.

· Видеоплата с объемом памяти не менее 8 МБ, с поддержкой 16bit/32bit цвета, DirectX 7.0 и выше. Не рекомендуется использовать интегрированную графику и видеокарты, использующие в своей работе ОЗУ (в этом случае рекомендуется увеличить объем ОЗУ).

· Монитор Super VGA, с разрешением не менее 1028x768 точек, для комфортной работы лучше использовать мониторы с более высоким разрешением.*

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

· Дисковод для компакт-дисков CD или дисков DVD.*
· Клавиатура и мышь Microsoft Mouse или совместимое устройство ввода.
· Порт принтера LPT или USB.
· Порт для подключения хроматографа Serial (COM) или USB, к одному порту можно подключить один хроматограф.
· Лицензионная версия Microsoft® Windows® XP (SP1) или Windows® 2000.

(*) - требования к компьютеру обусловлены требованиями операционной системы Microsoft® Windows® XP.

Кроме вышеперечисленного потребуется принтер для печати отчетов, предпочтение следует отдать современным принтерам (лазерным и струйным). Отдельных требований к принтеру нет.

Операционная система **должна быть настроена** следующим образом:
- нумерация COM-портов рекомендуется последовательной (COM-1, COM-2, COM-3...);
- если мышь подключена к COM-порту, то лучше, если это будет порт с наибольшим номером;
- уровень чувствительности мыши должен быть в среднем положении;
- разрешение экрана должно быть не менее 1024 x 768 точек;
- в настройках экрана должны быть установлены шрифты крупного размера (более 98 точек на дюйм);
- оформление окон и кнопок - классический стиль, цветовая гамма - стандартная, размер шрифтов - обычный, качество цветопередачи - 32 бита;
- схема управления питанием не должна отключать питание в ждущем режиме (функция "никогда");
- в настройках матричных принтеров установить наиболее симметричное разрешение печати, либо корректировать размеры печати, задаваемые пользователем, в соответствии с выбранным разрешением;
- в настройках матричных принтеров установить высокое разрешение и низкую скорость печати (повышенное качество), в настройках программы включить функцию "упрощенная печать" и возможно «график на отдельном листе», по возможности подобрать для хроматограммы такие цвета, которые будут адекватно воспроизводится в черно-белом варианте;
- для хроматографов "Кристалл-2000" в устройстве сопряжения МХ-1 на разъеме СНП-59 (96конт.) соединить выводы С3 и А1;
- если в компьютере установлена звуковая карта, а колонки отсутствуют, то для работы "спикера" компьютера необходимо проделать следующие операции в системе Windows. Открыть папку "Настройка" - "Панель управления" - "Звуки и аудиоустройства" компьютера. В папке открыть вкладку "Оборудование". Выбрать в списке "Устройства" вкладки название аудиокарты компьютера. Нажать кнопку "Свойства", в открывшемся окне найти пункт "Применение устройства". Выбрать опцию "Устройство не используется (отключено)" и закрыть окна с помощью кнопок ОК. Перезагрузить компьютер.

Во время работы программы потребитель не должен запускать программы, которые переключают разрешение экрана, а также стараться избегать сильной загрузки компьютера программами, например, играми.

Тип платы расширения RS дополнительно устанавливаемой в компьютер, должен быть согласован в обязательном порядке с изготовителем во-избежание

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

возможных проблем с подключением хроматографа к компьютеру.

Некоторые неисправности, которые могут возникать из-за неправильных настроек операционной системы:
- после загрузки операционной системы указатель мыши беспорядочно прыгает по экрану. Причиной является алгоритм поиска мыши. Если хроматограф, подключенный к COM-порту, был включен раньше компьютера, то операционная система может интерпретировать его сигналы, как сигналы мыши. Необходимо включать в сеть сначала компьютер, а затем хроматограф;
- при печати отчетов размеры хроматограммы не совпадают с заданными пользователем. На некоторых принтерах (обычно матричных) разрешение (количество точек на единицу длины) различается по горизонтали и вертикали, в связи с чем пропорции хроматограммы искажаются. Необходимо подобрать разрешение под конкретный принтер, например, для принтера Epson LX-300 разрешение должно быть - 120x144;
- при работе в окне хроматограммы, при нажатии на левую клавишу мыши происходит полное или частичное пропадание сигнала. Если при нажатии на клавишу мыши происходит ее сдвиг, хотя бы на один пиксел экрана, программа воспринимает это как режим выделения участка хроматограммы и выводит на экран выделенный участок. Необходимо уменьшить чувствительность мыши;
- при работе в окне хроматограммы и видеосамописца мигает курсор мыши. Видеокарта компьютера не поддерживает программную эмуляцию функций "DirectX 7", или имеет малое быстродействие, или малый объем видеопамяти. Необходимо применить современную видеокарту;
- программа медленно выполняет функции обработки ("тормозит"). На компьтере запущена программа, требующая большого объема памяти и машинного времени (игра, программа обработки изображений, программа разработки конструкторских чертежей, программ и др.). Выгрузить мешающую программу.
- при свертывании окна "Хроматограф - Состояние" окно уходит за пределы экрана (под главное окно программы). Изменить разрешение экрана (см. выше). Удалить файл "state.dat" (см. п.5.9.2) и запустить программу вновь.

3 Основные отличия программы

3.1 Программа предоставляет пользователю весь базовый набор операций по автоматизации хроматографического процесса. Некоторые из них реализованы более удачно, чем в других аналогичных программах. Основными достоинствами программы являются:

· автоматическое выявление и разметка до 2000 хроматографических пиков с возможностью ручной настройки алгоритма детектирования пиков, возможность выявления пиков на хроматограмме при помощи процедуры «события интегрирования»;

· удобная процедура ручного редактирования расположения характерных точек пиков на хроматограмме;

· идентификация до 1000 анализируемых соединений (компонентов) и до 200

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

групп соединений по заранее созданным пользователем в процессе градуировок моделям, с использованием абсолютного и относительного времени удерживания, соотношения сигналов одновременно работающих детекторов, индексов удерживания (Ковача), температуры кипения компонентов;

· расчет концентрации и количества вещества различными методами непосредственно в программе;

· многоточечная градуировка (до 100 точек), построение градуировочной характеристики компонентов с использованием как линейных, так и нелинейных (до кривой третьего порядка) характеристик, возможность объединения нескольких характеристик, расчет отклонения точек от построенной характеристики;

· запись на винчестер компьютера хроматограмм почти неограниченной длительности, результатов расчета и условий проведения анализа;

· возможность визуального сравнения нескольких хроматограмм на одном графике, в т.ч. в трехмерном виде;

· полностью автоматизированное управление режимами работы хроматографа;

· функция «plug-n-play», т.е. автоматическое распознавание хроматографа, подключенного к компьютеру, при загрузке операционной системы компьютера;

. запись и графическое представление основных параметров диагностической информации, в т.ч. в процессе анализа;

· отображение на экране компьютера информации о результатах различных этапов обработки выходных сигналов детекторов, в т.ч., параметров созданных методов и компонентов, параметров диагностического контроля, результатов статистической обработки и т.д.;

· расчеты различных физических свойств анализируемых соединений;

· редактирование записанных хроматограмм, переобработка, переидентификация и вывод на принтер;

· регистрация изменений, произведенных пользователем в хроматограмме;

. запись неисправностей возникших при проведении анализа в электронный журнал, автоматическая сигнализация о необходимости проведения регламентных работ;

. проведение операций над хроматограммами (сложение, вычитание, сравнение, фильтрация), расчет площади зашкаленных пиков, флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования, среднего квадратического отклонения, параметров расхода потока через капиллярные колонки;

· диагностика неисправностей хроматографа не только по значению параметров режима, но и по форме хроматографического сигнала;

· интуитивно понятный интерфейс пользователя и наличие контекстно-зависимой справочной системы;

· экспорт/импорт данных в различные форматы: Word, Excel, XML и др.

· возможность добавления новых полей к компонентам и пикам и новых процессов обработки данных, позволяющие пользователям самостоятельно реализовать свои специфические расчеты и отчеты;

· возможность повысить производительность хроматографа, путем независимой обработки сигналов от каждого из двух каналов разделения при одинаковых температурных параметрах разделения ("два хроматографа в одном");

· возможность обработки сигнала неавтоматизированного хроматографа с

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

помощью незадействованного канала обработки (усилитель и АЦП) хроматографа;
· возможность сбора данных и управление в реальном времени одновременно от одного до восьми хроматографов на одном компьютере;
· ведение журнала состояния хроматографа на различных этапах работы;
· ограничение доступа к программе посторонним лицам и управление доступом к программе обслуживающего персонала;
· автоматическая оптимизация параметров разделения хроматографической колонки с целью уменьшения времени анализа при заданных критериях разделения;
· возможность подключения к программе дополнительных пользовательских программ для расчетов результатов по требованиям Заказчика;
· возможность общения с программой на русском и английском языках (в дальнейшем и др.), причем языки переключаются нажатием кнопки.

3.2 Программа продолжает линию развития программного обеспечения для автоматизации хроматографии, нашедшую свое воплощение в предыдущих версиях программы "NetChrom". Система дополнена возможностями, делающими работу с ней более гибкой для тех, кто ее настраивает, и одновременно более простой для регулярного использования. Наиболее заметные нововведения перечислены ниже:
· программа обработки хроматографической информации, работающая в среде Windows, имеющая дружественный интерфейс и позволяющая работать с другими программами;
· градуировочные точки теперь не хранятся вместе с компонентом, а берутся непосредственно из хроматограмм, где присутствует компонент с таким же названием, градуировочной группой, единицей концентрации, заданной концентрацией и некоторыми другими совпадающими параметрами;
· редактирование компонентов, событий интегрирования и др. производится непосредственно в таблице;
· таблицы имеют возможность сортировки, группировки, подведения промежуточных итогов, настройки формата представления чисел;
· переработано отображение графиков и работа с ними;
· изменена процедура ручной корректировки положения характерных точек пика на хроматограмме;
· введены пароли доступа к программе для различных пользователей.

4 Общие сведения о хроматографии

4.1 Основы хроматографии

4.1.1 Хроматография - физико-химический метод анализа и исследования веществ и смесей, основанный на разделении компонентов за счет распределения их при перемещении через слой неподвижной фазы потоком подвижной фазы. В основе хроматографических процессов лежат явления сорбции и десорбции, многократное повторение которых, приводит к разделению компонентов за счет разницы в константах распределения веществ между двумя фазами, несмешивающимися и перемещающимися друг относительно друга. Или, проще говоря, хроматография –

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

процесс разделения смесей веществ, основанный на различии скоростей движении этих веществ в системе несмешивающихся и движущихся друг относительно друга фаз.
В зависимости от агрегатного состояния движущейся фазы – газ, жидкость или флюид, хроматография разделяется соответственно на газовую, жидкостную и флюидную.
В газовой хроматографии неподвижная фаза может быть твердым телом - адсорбентом, этот вид хроматографии называется газоадсорбционной, или жидкостью, в виде пленки, нанесенной на поверхность твердого носителя, этот вид хроматографии называется газожидкостной. В качестве подвижной фазы (элюента), используется газ, который называется газом-носителем.

4.1.2 В общем, виде устройство хроматографа можно представить следующим образом (см. рисунок 1).
С помощью устройства ввода в хроматограф, в поток газа-носителя вводится определенное количество анализируемой смеси в газообразном состоянии (газ или пар). Ввод в устройство ввода определенного количества анализируемой смеси позволяет выполнить дозирующее устройство, в качестве которого чаще всего применяются микрошприц и газовый кран-дозатор.

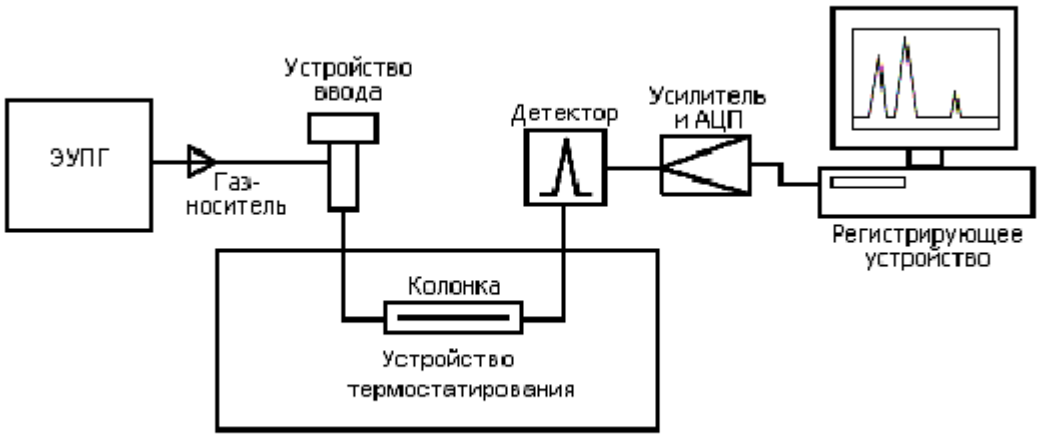


Рис. 1. - Схема устройства хроматографа

В хроматографической колонке осуществляется разделение смеси на отдельные компоненты. При разделении одновременно протекают процессы сорбции-десорбции веществ между неподвижной и подвижной фазами. При этом вещества, слабо сорбируемые неподвижной фазой, будут продвигаться по колонке с большей скоростью и наоборот.
Из колонки разделенные компоненты смеси вместе с газом носителем (элюат) попадают в детектор, который регистрирует вещества, отличающиеся по физическим или физико-химическим свойствам от газа-носителя, и преобразует их в электрический сигнал.
Далее происходит усиление или преобразование сигнала в аналоговое напряжение, с последующим преобразование его в цифровую форму.
Регистрирующее устройство, в качестве которого в настоящее время обычно

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

используется персональный компьютер, строит график зависимости сигнала детектора от времени. Этот график называется хроматограммой. В общем виде, хроматограмма представлена на рисунке 2.

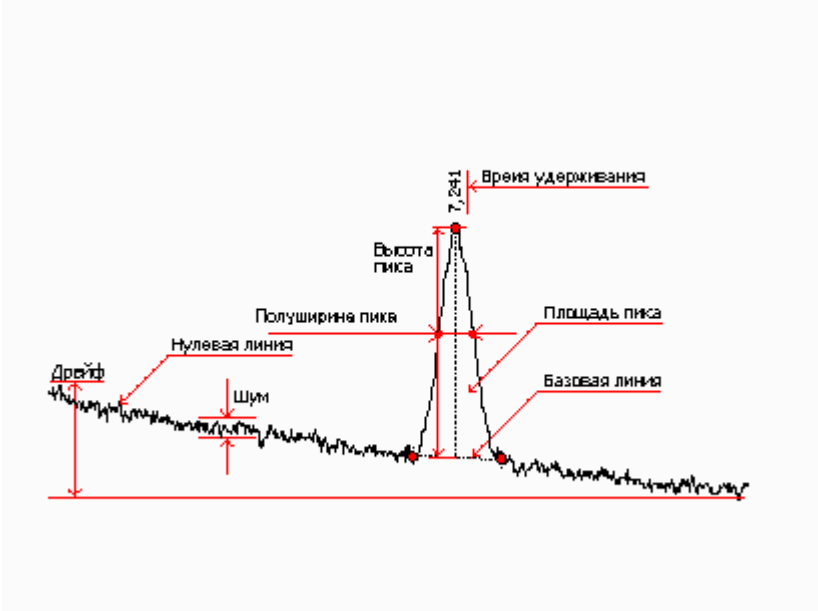


Рис. 2. - Хроматограмма

Формирование, очистка и стабилизация потока газа-носителя, а также вспомогательных газов (если они необходимы для питания детектора) выполняются системой подготовки газов. В последнее время эта система получила название "электронное управление потоками газов" (ЭУПГ).

Требуемые температурные режимы устройства ввода, колонки и детектора поддерживаются с помощью соответствующих термостатов, входящих в систему термостатирования вместе с датчиками измерения температуры, нагревателями, терморегуляторами и, если это необходимо, системами перемешивания воздуха или охлаждения.

Для более подробного знакомства с хроматографией можно рекомендовать следующую литературу:

- "Практическая газовая и жидкостная хроматография" Б.В. Столяров и др., издательство С.-Петербургского университета, 2002г.
- "Аналитическая хроматография" под редакцией К.И. Сакодынского, "Химия", Москва, 1993г.
- "Справочник по газовой хроматографии" Н. Пецев, Н. Коцев, "Мир", Москва, 1987г.
- "Газохроматографический анализ газов" Ю.С. Другов, А.А. Родин, "Анатолия", С.-Петербург, 2001г.
- "Детекторы для хроматографии" В.В. Бражников, "Машиностроение", Москва, 1992г.
- "Высокоэффективная газовая хроматография" под редакцией К. Хайвера, "Мир", Москва, 1993г.
- "Руководство по газовой хроматографии" под редакцией Э. Лейбница, Х. Штруппе, "Мир", Москва, 1988г.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

4.2 Обработка хроматографического сигнала

4.2.1 Прохождение в детекторе газа-носителя без анализируемой пробы на хроматограмме вызывает фоновый сигнал детектора, изменение которого во времени называется нулевой линией. Нулевая линия всегда имеет колебания, которые можно подразделить на высокочастотные (шум) и низкочастотные (дрейф).
При прохождении через детектор вместе с газом-носителем анализируемого компонента, происходит отклонение уровня сигнала детектора от нулевой линии. Это отклонение отображается на хроматограмме в виде пика.

Хроматографический пик имеет следующие характеристики:

· Время удерживания пика - время от ввода пробы до максимума пика.
· Площадь пика - область, ограниченная профилем пика и базовой линией.
· Высота пика - расстояние от вершины (максимума) пика до базовой линии.
· Ширина пика на половине высоты пика (полуширина пика) – расстояние между передним и задним фронтом пика на половине его высоты.
· Базовая линия – воображаемое продолжение нулевой линии под пиком.

Время удерживания – качественная характеристика анализируемого компонента, используется для отнесения пика к какому либо компоненту (веществу).
Площадь и высота - количественные характеристики компонента, используется для расчета количества компонента в пробе.
Ширина пика на половине высоты пика – характеристика, используемая для настройки алгоритма нахождения и разметки пика, а также оценки его симметрии.

4.2.2 После получения хроматограммы программой автоматически без участия оператора проводится ее обработка, которая включает в себя несколько последовательных этапов:

· Фильтрация шумов - сглаживание нулевой линии хроматограммы с целью повышения стабильности автоматической обработки хроматограммы.
· Разметка пиков (интегрирование) - определение базовой линии под пиками, нахождение начала, вершины и окончания пика и измерение его параметров (время удерживания, площадь, высота, ширина на половине высоты).
· Идентификация пиков - отнесение пиков на хроматограмме к тому или иному компоненту в таблице по параметрам удерживания. Как правило, анализ производится с целью получения информации о количественном содержании компонентов в анализируемой пробе. Определение количества вещества в анализируемой пробе требует измерения площади (высоты) пика и знания коэффициента чувствительности детектора к этому веществу. Измерение площади выполняется программой на этапе разметки пиков. Коэффициенты чувствительности детектора по каждому анализируемому компоненту вычисляются программой на этапе градуировки хроматографа. Таким образом, хроматограмма, в зависимости от поставленной цели может служить для выполнения градуировки, либо для расчета концентрации компонента в пробе при неизвестном его содержании.
· Градуировка - анализ проб с известным содержанием анализируемого компонента с целью вычисления коэффициента чувствительности детектора к данному компоненту или определения зависимости чувствительности детектора от концентрации компонента (построение градуировочного графика). В тех случаях, когда

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

градуировочные коэффициенты известны заранее, градуировка компонентов не проводится. При этом известные коэффициенты заносятся в таблицу компонентов.

· Количественный расчет - завершающая стадия количественного анализа, в которой производится расчет концентрации компонента в анализируемой пробе.

4.3 Фильтрация шумов

4.3.1 На хроматограмме всегда присутствуют шумы и выбросы, которые обусловлены неидеальностью аналитической и электронной систем хроматографа, в т.ч. ЭУПГ, терморегуляторов, детектора, АЦП и их соединения. Высокое значение шума снижает предел детектирования, а вместе с высоким значением дрейфа затрудняет автоматическую обработку хроматограммы.

Существует ряд методов фильтрации шумов, отличающихся по принципу действия. Основная часть из них заключается в выполнении определенных действий над значением точки хроматограммы, причем в расчет принимаются значения соседних точек. Количество точек, расположенных справа и слева от точки, над которой совершается действие, определяют ширину окна фильтрации (см. рисунок 3). Чем точек больше, тем больше степень сглаживания шумов. Поскольку любая фильтрация искажает форму пиков, то ее использование оправдано лишь при высоких значениях шума. Для оптимального сглаживания хроматограммы рекомендуется начинать с минимальной ширины окна фильтрации и при неудовлетворительных результатах постепенно ее увеличивать до получения удовлетворительного результата. Возможно сглаживание флуктуационных шумов за несколько проходов.

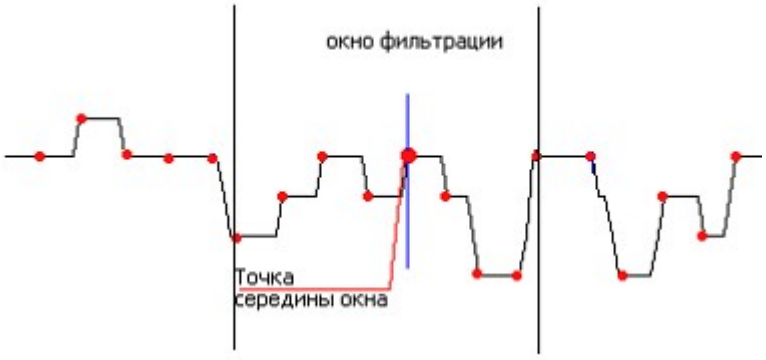


Рис. 3. - Фильтрация шумов

4.3.2 В программе реализованы четыре метода фильтрации шумов и выбросов на хроматограмме:

· фильтрация выбросов – фильтр, устраняющий одиночные выбросы и неискажающий исходную хроматограмму. При этом точка выброса заменяется средним арифметическим значением двух соседних точек, выброс детектируется по превышению шума сигнала над заданным порогом выбросов.

· фильтр среднего ("гауссова" фильтрация) - наиболее эффективный фильтр, сглаживающий шумы сигнала, но искажающий форму пиков: пики после сглаживания

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

становятся ниже и шире, их площадь при этом не изменяется, а высота пиков уменьшается. Вычисляется среднее значение всех точек внутри окна фильтрации с весом, распределенным по Гауссовой функции с центром в середине окна и значение средней точки окна заменяется вычисленным значением.

· фильтр медианы - эффективный фильтр, сглаживающий как шумы сигнала, так и выбросы, в меньшей степени искажающий форму пиков, особенно на склонах. При этом ширина окна фильтрации должна быть не меньше ширины самого большого выброса. Значения точек внутри окна фильтрации сортируются в порядке возрастания и точка, соответствующая середине окна, заменяется значением, попадающим в центр отсортированного массива. Фильтр слегка "сглаживает" вершины пиков и ложбины между пиками и соответственно изменяет как высоту, так и площадь хроматографических пиков.

· фильтр "полиномиальный" - эффективный фильтр, сглаживающий как шумы сигнала, так и выбросы, в наименьшей степени искажающий форму пиков. По точкам внутри окна фильтрации вписывается кривая второго порядка методом наименьших квадратов.

· фильтр "биномиальный" - самый эффективный фильтр, сглаживающий как шумы сигнала, так и выбросы, практически неискажающий форму пиков. Каждая точка внутри окна фильтрации расчитывается с учетом своего биномиального коэффициента.

4.4 Интегрирование хроматографических пиков

4.4.1 Разметка пиков - операция вычисления параметров пиков, полученных на хроматограмме путем определения характерных точек (начало, вершина и конец пика). При этом пики ограничиваются базовой линией (прямой, соединяющей точки начала и конца пика на нулевой линии), которая проводится по методу «резиновой ленты», натягивающейся снизу от точки начала до точки конца базовой линии на протяжении всей хроматограммы.

На основании вычислений оцениваются:

· время удерживания - время от начала анализа до максимума пика;

· площадь - область, заключенная между пиком и ограничивающей его базовой линией;

· высота - расстояние между базовой линией и максимумом пика;

· ширина пика на половине его высоты.

Особенностью программы является полностью автоматизированный процесс ее настройки под конкретный хроматографический сигнал, непрерывное отслеживание изменения характеристик хроматографического сигнала в ходе обработки хроматограммы: уровня шумов и дрейфа, а также уровня самого сигнала.

Для определения характерных точек пиков: начала, конца и вершины – в программе используется алгоритм на основе вычисления первой сглаженной производной хроматографического сигнала, скорректированной на дрейф базовой линии. При превышении или достижении определенного уровня этой производной, называемой порогом, определяются характерные точки пиков. Уровень порога определяется на основе шума производной на участках хроматографического сигнала,

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

свободного от пиков.

Кроме уровня шума, дрейфа и уровня сигнала, большое значение имеет также зависимость изменения ширины хроматографических пиков от времени их удерживания в процессе анализа (ширина пика в начале и в конце анализа). Как известно, ширина хроматографических пиков непрерывно увеличивается в процессе анализа, причем в изотермическом режиме эта зависимость имеет линейный характер, в режиме программирования температуры колонок эта зависимость имеет более сложный характер. Программа использует эту зависимость для автоматической настройки программных фильтров под хроматографический сигнал во время анализа. Кроме этого, пользователю предоставлена возможность сформировать или отредактировать зависимость изменения ширины хроматографических пиков от времени удерживания самостоятельно. При неправильном задании этой зависимости возможно некорректное определение характерных точек пика и даже пропуск небольших пиков. Зависимость изменения ширины хроматографических пиков от времени индивидуальна для каждого метода, и после изменения условий анализа: температуры колонок или расхода газа-носителя необходимо откорректировать зависимость. Пики могут быть нескольких типов, основные из которых: простые пики (начало и конец пика принадлежат базовой линии), хвостатые пики (ассиметрия заднего фронта пика), пики наездники (пики на хвосте большего по величине пика), неразделенные пики (конец первого пика совпадает с началом второго и эта точка не принадлежит базовой линии), зашкаленные пики (пики с плоской вершиной). Разделение слившихся пиков производится по перпендикуляру или тангенте в зависимости от соотношения ширины и высоты этих пиков. Пики наездники отделяются по тангенте и площадь под ними включается в площадь хвостатого пика.

Следует иметь в виду, что никакой алгоритм не может в ряде случаев (сложная форма базовой линии, плохое разделение хроматографических пиков, малые пики-наездники, высокий уровень шумов и т.д.) гарантировать корректную разметку на пики, поскольку само понятие "пик" во многом субъективно и зависит от конкретной аналитической задачи. При этом правильность получаемых результатов зачастую зависит от опыта пользователя.

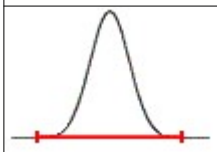
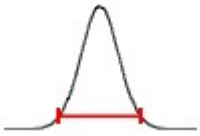
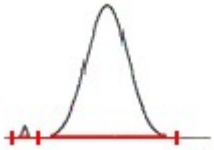
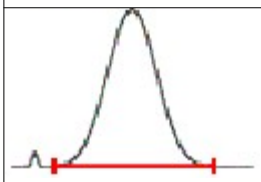
В программе реализованы два подхода для проведения разметки пиков:

- автоматическая разметка пиков;
- ручная (графическая) разметка пиков.

4.4.2 Автоматическая разметка пиков (интегрирование) имеет смысл, если ожидается обработка серии хроматограмм со сходными, повторяющимися особенностями базовой линии, значениями величины и последовательностью хроматографических пиков. Параметры интегрирования, с помощью которых пользователь может влиять на процесс обнаружения пиков на хроматограмме, перечислены в таблице 1.

Таблица 1

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Ширина пика, с	
	Оптимальное значение параметра "Ширина пика".
	Значение параметра "Ширина пика" слишком мало, в результате чего данный участок хроматограммы принимается за дрейф базовой линии и не размечается как пик.
	Значение параметра "Ширина пика" недостаточно, в результате чего данный пик размечается как пик меньшей длительности.
Порог	
	Оптимальное значение параметра "Порог" (порог может быть задан по высоте и (или) по площади пика).
	Значение параметра "Порог" слишком большое, в результате чего первый пик оказался необработанным.

Иногда все же не удается добиться желаемой разметки при использовании данных параметров, которые действуют для всей хроматограммы. Тогда могут применяться два подхода для достижения желаемого результата:

- настройка процедуры "события интегрирования";
- ручная разметка пиков.

4.4.3 События интегрирования позволяют установить значения перечисленных выше параметров (ширина пика и порог), а также дополнительных параметров еще более тонко, позволяя пользователю еще сильнее влиять на процедуру детектирования пиков на хроматограмме. Событие можно задать так, что оно начнет действовать с указанного момента времени до тех пор, пока не будет переопределено другим событием такого же типа, или пока не завершится хроматограмма. В качестве дополнительных событий интегрирования используются такие параметры как ассиметрия пика, запрет (разрешение) разметки, задержка обработки, тип пика и др. Настройка алгоритма разметки с использованием событий интегрирования имеет смысл, если ожидается обработка серии хроматограмм со сходными, повторяющимися особенностями базовой линии. В противном случае рекомендуется ручная разметка пиков.

4.4.4 Ручная разметка пиков, как правило, используется, если не удается добиться желаемой разметки при использовании параметров и событий интегрирования. Ручная разметка производится непосредственно на графике хроматограммы. При этом все действия, выполняемые пользователем, относятся к выделенному фрагменту хроматограммы или к выделенному пику. В общем случае существуют следующие

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

типовые операции по ручному редактированию пиков на хроматограмме:
- создание нового пика;
- удаление пика или группы пиков;
- определение типа пика;
- корректировка положения характерных точек пика;
- корректировка принадлежности точек пика базовой линии.

4.5 Идентификация пиков

4.5.1 Идентификация - отнесение пиков на хроматограмме к тому или иному компоненту из списка компонентов рабочего метода. При этом производится сравнение рассчитанных параметров удерживания всех обнаруженных на хроматограмме пиков с информацией, хранящейся в таблице компонентов. Идентификация компонентов по одному или по нескольким детекторам осуществляется следующими способами:
- по абсолютному времени удерживания;
- по относительному времени удерживания;
- по относительному объему удерживания;
- по времени удерживания и соотношению интенсивностей пиков на параллельно (последовательно) работающих детекторах;
- по индексам (Ковача);
- по температурам кипения.

4.5.2 Наиболее простой способ идентификации – идентификация по времени удерживания, т.е. сравнение времени удерживания анализируемого компонента со временем удерживания известного соединения при строго заданных условиях анализа. Для проведения идентификации пика по времени удерживания, в библиотеке компонентов должна содержаться информация:
- название компонента;
- время удерживания;
- окно поиска по времени (в единицах времени).

Окно поиска - границы области, в которой будет осуществляться поиск пика, как в положительную, так и в отрицательную сторону от заданного в таблице параметра удерживания. При задании окна необходимо стремиться, чтобы ширина окна с одной стороны была достаточной для попадания пика в окно при неизбежных изменениях времени удерживания, но не слишком большой, чтобы в окно не попадали соседние пики. В случае если в окно поиска попадают несколько пиков, то среди них выбирается пик, имеющий максимальную вероятность идентификации (наиболее интенсивный или ближайший к библиотечному времени).

4.5.3 Второй способ – идентификация по относительному времени удерживания. При изменении условий в процессе анализа (расход газа-носителя, температура колонки), а также в процессе "старения" колонок, пики могут не попасть в окно поиска. Это происходит чаще всего, когда нельзя задать достаточно широкое окно поиска, чтобы в него не попали соседние пики, а также при длительных анализах с программированием температуры колонок, когда время удерживания может измениться в большей степени. Выход из положения состоит в том, что один из пиков (или несколько) назначается

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

"стандартом времени", для него задается увеличенное окно поиска (2-5%), а для остальных пиков рассчитывается относительное время удерживания. Стандартом времени, как правило, выбираются стоящие отдельно или большие пики обязательно присутствующие на хроматограмме. Таким образом, при одновременном сдвиге по той или иной причине времен удерживания всех компонентов, наличие пиков-стандартов времени поможет правильно идентифицировать вещества, несмотря на то, что их время удерживания не будет попадать в окно поиска по времени.

В этом случае идентификация производится следующим образом:

· производится поиск пика стандарта времени по времени удерживания;

· для стандарта времени удерживания рассчитывается коэффициент отклонения реального времени удерживания по сравнению с библиотечным временем по формуле:

$$K = T_{ст.реал.} / T_{ст.библ.}; \quad (1)$$

· для остальных пиков рассчитывается ожидаемое время удерживания, исходя из времени, заданного в библиотеке для данного компонента, и рассчитанного коэффициента отклонения времени стандарта по формуле:

$$T_{i-ожид.} = T_{i-библ.} \cdot K. \quad (2)$$

4.5.4 Третий способ – идентификация по относительному объему удерживания является более точным расчетным параметром по сравнению с относительным временем удерживания, т.к. в нем учитывается время на прохождения подвижной фазой расстояния от устройства для ввода пробы до детектора (иногда это время называют мертвым временем или временем удерживания несорбирующегося вещества). При этом относительный объем удерживания стандарта времени принимают за единицу, а относительный объем удерживания компонентов (R_i) рассчитывают по формуле:

$$R_i = \frac{T_{уд\,i} - T_м}{T_{уд.ст.} - T_м}, \quad (3)$$

$T_{уд\,i}$ - время удерживания анализируемого компонента;

$T_{уд.ст.}$ - время удерживания стандарта времени;

$T_м$ - мертвое время.

4.5.5 Если в процессе анализа используются несколько (чаще всего два) параллельно или последовательно работающих детектора, то для более достоверной идентификации можно применить четвертый способ идентификации, заключающийся в том, что наряду со временем удерживания (абсолютным или относительным), можно использовать отношение интенсивностей пиков соответствующих детекторов. Вначале пик идентифицируется по времени удерживания на ведущем детекторе (детекторе, по интенсивности пика которого рассчитывается концентрация компонента). Затем сравниваются отношения интенсивностей пика на различных детекторах с библиотечным отношением. Для идентификации может использоваться не только отношение интенсивностей, но также наличие или отсутствие пика на другом (не ведущем) детекторе.

4.5.6 Пятый способ - идентификация по индексам удерживания.

Для идентификации могут использоваться и другие относительные параметры

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

удерживания, которые в меньшей степени зависят (в отличие от времени удерживания) от условий анализа. Одним из таких параметров является индекс удерживания - безразмерная величина, характеризующая положение пика вещества на хроматограмме относительно пиков выбранных стандартов. Если в качестве стандартов используются насыщенные углеводороды (алканы, парафины), то индекс удерживания называется индексом Ковача. Выбор типа индекса (линейный или логарифмический) зависит от условий анализа. Для изотермического режима температуры колонки во время анализа характерна логарифмическая зависимость индексов, при программировании температуры - линейная. Однако между этими двумя зависимостями нет четкого разделения, поэтому при использовании режима программирования температуры колонок с начальным изотермическим участком, используется смешанный тип индекса. При этом на изотермическом участке выбирается логарифмический тип индекса, до первого реперного пика, который попадает на участок программирования температур, и в дальнейшем - линейный тип индекса. Начало программирования температуры колонок выбирается согласно заданным параметрам управления соответствующего метода.

При идентификации по индексам удерживания в таблицу компонентов должны быть занесены табличные значения индекса компонентов и ширина окна поиска по индексу. Пикам – стандартам индексов удерживания необходимо присвоить тип: реперный в таблице компонентов и задать увеличенное окно поиска (2-5%) от времени удерживания.

Идентификация по индексам удерживания производится следующим образом:

· Производится идентификация реперных пиков по времени удерживания.

· Реперным пикам присваиваются соответствующие индексы из таблицы компонентов.

· Используя индексы удерживания реперных пиков, рассчитываются индексы удерживания обычных пиков и сравниваются с табличными данными.

Индексы удерживания Ковача по шкале алканов рассчитываются по формулам (4 - линейный индекс удерживания, 5 - логарифмический индекс удерживания):

$$I_{лин.i} = 100 \cdot N + 100 \cdot \frac{T_{уд\,i} - T_{уд\,N}}{T_{уд\,N+1} - T_{уд\,N}}, \qquad (4)$$

где N - число атомов углерода алкана, выходящего из хроматографической колонки до анализируемого компонента;

$T_{уд\,i}$ - время удерживания анализируемого компонента;

$T_{уд\,N}$ - время удерживания алкана, выходящего из хроматографической колонки до анализируемого компонента;

$T_{уд\,N+1}$ - время удерживания алкана, выходящего из хроматографической колонки после анализируемого компонента.

$$I_{лог\,i} = 100 \cdot N + 100 \cdot \frac{\lg T_{уд\,i} - \lg T_{уд\,N}}{\lg T_{уд\,N+1} - \lg T_{уд\,N}}. \qquad (5)$$

Для увеличения точности расчета индексов удерживания в качестве времени удерживания необходимо брать приведенное время удерживания, т.е. время удерживания компонента за вычетом мертвого времени. Мертвое время определяется

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

либо экспериментально, либо расчетом, выполненным с помощью газового калькулятора. В качестве несорбирующегося вещества чаще всего используют метан.
В окно ожидаемого времени или индекса удерживания одного компонента может попасть несколько пиков. В этом случае выбор пика, в зависимости от настройки, может осуществляться по следующим критериям:

- ближайший к ожидаемому (библиотечному) времени или индексу удерживания;
- максимальный по высоте;
- максимальный по площади.

Один и тот же пик может попасть в окна поиска разных компонентов, в этом случае необходимо уменьшить ширину окон поиска.
Указанная схема распознавания (идентификации) компонентов оказывается достаточно универсальной и гибкой для того, чтобы проблема корректного распознавания пиков в подавляющем большинстве случаев было решена. Все, что требуется от оператора - на этапе настройки грамотно выбрать пик стандарта времени или реперные пики и в дальнейшем время от времени корректировать их ожидаемые времена удерживания по текущей хроматограмме.

4.5.7 Частным случаем расчета индексов удерживания является расчет температур кипения. При расчете температур кипения используются те же формулы, что и при расчете индексов. Для расчета температур кипения необходимо в библиотеке методов выбрать тип индекса (линейный или логарифмический) и задать известные температуры кипения реперных компонентов.

4.6 Градуировка

4.6.1 Градуировка проводится с целью получения градуировочной зависимости, которая характеризует связь между величиной отклика детектора (площадь или высота пика) и количеством компонента в пробе. Градуировочная зависимость компонента в общем случае имеет вид: $Q = K_2 \cdot R^2 + K_1 \cdot R + K_0$, (6)

где Q - количество компонента в пробе;

R - отклик детектора (площадь или высота);

K_0, K_1, K_2 - градуировочные коэффициенты компонента.

Для получения градуировочной зависимости проводят анализы одного или нескольких образцов пробы с известным содержанием анализируемых компонентов. Концентрации компонентов в градуировочных смесях в идеале должны охватывать весь диапазон измеряемых концентраций. Для получения достоверных результатов анализ каждой градуировочной смеси проводят не менее двух раз.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

По полученным результатам строится градуировочный график зависимости отклика пика от концентрации, представленный на рисунке 4.

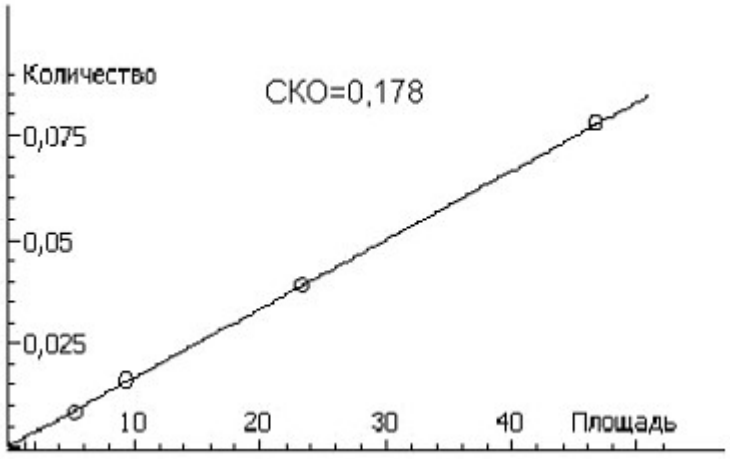


Рисунок 4. - Градуировочный график

Градуировочные коэффициенты (K_0, K_1, K_2) рассчитываются исходя из градуировочного графика.

4.6.2 При многоточечной градуировке зависимость может быть аппроксимирована кривой любого, необязательно линейного типа. Градуировочные коэффициенты рассчитываются методом наименьших квадратов для кривой, наилучшим образом описывающей экспериментальные данные. Тип кривой для расчета выбирается оператором из предложенных программой функциональных зависимостей, при этом предложенный график не должен противоречить объективной зависимости сигнала для данного детектора, известной по литературе.

Если градуировочная зависимость представляет собой прямую линию, проходящую через начало координат, т.е. $Q = K_1 \cdot R$, (7)

она может быть построена по одной точке (с применением одной градуировочной смеси с известными концентрациями компонентов).

4.6.3 Выбор интенсивности отклика (площадь или высота) для формирования графика градуировочной зависимости не всегда однозначен. В большинстве случаев площадь является более объективным показателем, однако есть много результатов в пользу лучшей воспроизводимости высоты. Общие закономерности таковы:

- Если пики узкие и высокие, то их высота измеряется более точно, чем площадь.
- Для несимметричных пиков расчеты, основанные на высотах, непригодны.
- Площади пиков более устойчивы к колебаниям условий анализа.

При некоторых методах расчета, например, методе внутренней нормализации, часто используются относительные коэффициенты отклика детектора, которые известны заранее из литературы. В этом случае можно, не выполняя градуировочных измерений, вручную задать коэффициент K_1.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

4.7 Количественный расчет

4.7.1 Количественный расчет является завершающей стадией обработки хроматографического сигнала, на которой производится расчет концентраций компонентов в пробе с неизвестным содержанием анализируемых компонентов. При проведении количественного расчета на основании измеренного отклика анализируемого компонента и по имеющейся градуировочной зависимости рассчитывают его концентрацию.

Наиболее часто используются следующие методы количественного расчета:

- метод процентной нормализации;
- метод внутренней нормализации;
- метод абсолютной градуировки (внешний стандарт);
- метод внутреннего стандарта;
- метод стандартной добавки.

4.7.2 **Метод процентной нормализации** основан на том, что сумма площадей или высот всех пиков на хроматограмме принимается за 100%. Этот метод не требует предварительной градуировки и предполагает ряд условий:

- все компоненты анализируемой пробы элюируются из колонки;
- все компоненты имеют одинаковые коэффициенты чувствительности детектора;
- сигнал детектора линеен во всем диапазоне концентраций.

Концентрацию каждого компонента вычисляются по формуле:

$$C_i = \frac{R_i}{\sum_{i=1}^{n} R_i} \cdot (100 - D_u)\% \quad , \qquad (8)$$

где C_i - концентрация i-го компонента;

R_i - отклик детектора (площадь или высота) i-го компонента;

D_u - концентрация необнаруживаемого компонента, которая определена другими аналитическими методами. Примером необнаруживаемого вещества может быть вода для детектора ПИД. Измеряют концентрацию компонента в % (объемных, массовых, мольных). Воспроизводимость объема пробы при этом методе не обязательна.

4.7.3 **Метод внутренней нормализации** отличается от предыдущего тем, что в нем учитывают коэффициенты чувствительности детектора к различным компонентам анализируемой смеси, заранее известные или определенные экспериментально. Концентрацию каждого компонента пересчитывают с учетом этих коэффициентов.

Концентрацию каждого компонента вычисляются по формуле:

$$C_i = \frac{R_i \cdot K_i}{\sum_{i=1}^{n} R_i \cdot K_i} \cdot (100 - D_u)\% \quad , \qquad (9)$$

где C_i - концентрация i-го компонента;

R_i - отклик детектора (площадь или высота) i-го компонента;

K_i - градуировочная коэффициент, который берется из градуировочного графика

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

компонента, построенного заранее;

D_u - концентрация необнаруживаемого компонента, которая определена другими аналитическими методами.

В простейшем случае, когда градуировочная зависимость имеет вид согласно формулы (7), тогда $K_i = K_{1i}$. Коэффициент чувствительности может быть абсолютным или относительным, в последнем случае он рассчитывается по формуле:

$$K_{1i} = \frac{R_{ст.} \cdot Q_i}{R_i \cdot Q_{ст.}}, \qquad (10)$$

где $R_{ст.}$ - отклик детектора (площадь или высота) стандарта относительной чувствительности ($K_{1ст.}=1$);

Q_i - количество компонента в пробе;

R_i - отклик детектора (площадь или высота) i-го компонента;

$Q_{ст.}$ - количество стандарта в пробе.

4.7.4 Метод абсолютной градуировки (метод внешнего стандарта) основан на прямом сравнении интенсивности пика анализируемого компонента в пробе с неизвестной его концентрацией с интенсивностью пика того же компонента в пробе с известной его концентрацией. Для реализации этого метода предварительно снимают градуировочную зависимость интенсивности пика анализируемого компонента от его концентрации в пробе во всем диапазоне измеряемых концентраций. Важнейшими требованиями при проведении абсолютной градуировки и последующих анализов являются: минимальная погрешность дозирования компонента при градуировке и точность дозирования пробы при вводе в хроматограф, а также строгое соблюдение условий хроматографирования при проведении градуировки и при определении содержания анализируемого компонента.

Концентрация анализируемого компонента в пробе находится прямо по градуировочной зависимости по формуле:

$$C_i = \frac{K_i \cdot R_i}{V}, \qquad (11)$$

где C_i - концентрация i-го компонента;

K_i - градуировочная коэффициент, который берется из градуировочного графика компонента, построенного заранее;

R_i - отклик детектора (площадь или высота) i-го компонента;

V - объем пробы.

4.7.5 Метод внутреннего стандарта основан на сопоставлении интенсивности пика анализируемого компонента, с интенсивностью пика добавленного в известном количестве к пробе не содержащегося в ней вещества, называемого "внутренним стандартом". Концентрацию компонента в пробе определяют по формуле:

$$C_i = \frac{K_i \cdot R_i \cdot Q_{ст.}}{R_{ст.} \cdot Q_{пробы}} \cdot 100\%, \qquad (12)$$

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

где C_i - концентрация i-го компонента;

K_i - градуировочная коэффициент, который берется из градуировочного графика компонента, построенного заранее;

R_i - отклик детектора (площадь или высота) i-го компонента;

$Q_{ст.}$ - количество стандарта в пробе;

$R_{ст.}$ - отклик детектора (площадь или высота) стандарта;

$Q_{пробы}$ - объем (масса) пробы без добавленного в нее стандарта.

Предварительно проводится градуировка с использованием смеси с известным содержанием анализируемого вещества и внутреннего стандарта. По данным градуировки строится зависимость отношения интенсивностей пиков анализируемого компонента и внутреннего стандарта от количества анализируемого компонента. В простейшем случае градуировки по одной точке эта зависимость имеет вид относительного коэффициента чувствительности, который рассчитывается по формуле (10).

При использовании метода внутреннего стандарта нет необходимости точного дозирования анализируемой пробы, а также исключается влияние изменений скорости газа-носителя и температуры колонки. Требования к погрешности дозирования внутреннего стандарта точно такие же, как и при абсолютной градуировке. К внутреннему стандарту предъявляются определенные требования:

· вещество должно быть инертно по отношению к пробе, не вступать в реакцию с компонентами пробы, полностью растворяться в пробе;
· вещество должно иметь хорошее разделение с анализируемыми компонентами на хроматограмме;
· вещество должно быть близко по своей природе к анализируемым компонентам;
· вещество не должно иметь примесей, которые могут повлиять на расчет.

4.7.6 Метод стандартной добавки является вариантом метода внутреннего стандарта и основан на добавлении к пробе известного количества вещества, уже присутствующего в пробе. В этих условиях получают две хроматограммы: исходной анализируемой смеси и смеси с добавленным к ней известным количеством одного из компонентов, играющего роль внутреннего стандарта. Концентрация в исходной смеси анализируемых компонентов рассчитывается по формуле:

$$C_i = \frac{Q_{ст.} / Q_{пробы}}{R_{ст.(2)} / K_i \cdot R_{i(2)} - R_{ст.(1)} / K_i \cdot R_{i(1)}} \cdot 100\%, \qquad (13)$$

$$C_{ст.} = \frac{Q_{ст.} / Q_{пробы}}{(R_{i(1)} / R_{ст.(1)}) \cdot (R_{ст.(2)} / R_{i(2)}) - 1} \cdot 100\%, \qquad (14)$$

где C_i - концентрация i-го компонента;

$C_{ст.}$ - концентрация стандарта в пробе;

$Q_{ст.}$ - количество стандарта в пробе;

$Q_{пробы}$ - объем (масса) пробы без добавленного в нее стандарта;

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

$R_{ст.(1)}$, $R_{ст.(2)}$ - интенсивность пика внутреннего стандарта в анализируемой смеси соответственно до и после добавления его известного количества ($Q_{ст.}$);

$R_{i(1)}$, $R_{i(2)}$ - интенсивность пика определяемого компонента в анализируемой смеси соответственно до и после добавления внутреннего стандарта.

4.7.7 Кроме четырех основных методов расчета, в программе реализованы дополнительные расчеты:

· **расчет примесей в этиловом спирте** - разновидность внешнего стандарта (см. формулу 11), позволяющий определить объемную и массовую долю каждого компонента в пробе в пересчете на безводный спирт:

$$C_i = \frac{K_i \cdot R_i \cdot 100}{V \cdot N}, \qquad (15)$$

где N - объемная доля этилового спирта в анализируемой пробе (%).

Кроме этого результаты расчета можно откорректировать на реально введенный объем пробы, используя в качестве величины объема пробы интенсивность (чаще всего площадь) пика основного компонента "свидетеля", если он есть (в данном случае этанол). По соотношению площадей пиков этанола, полученных при калибровке и в конкретном анализе корректируется объем пробы (крепость анализируемой пробы при этом должна быть одинаковой).

· **расчет массового или объемного содержание основного вещества** (%) - разновидность внутренней нормализации, позволяющий определить процентное содержание основного вещества в пробе, когда пик основного вещества зашкален или точно не определяется:

$$C_{осн.в-ва} = 100 - \sum_{i=1}^{n} Ci - D_u, \qquad (16)$$

где $C_{осн.в-ва}$ - концентрация основного вещества;

C_i - концентрация примесей (%), определяется по формуле (12);

D_u - концентрация необнаруживаемого компонента, которая определена другими аналитическими методами.

· **расчет "сухого газа"** - разновидность внутренней нормализации (см. формулу 9), позволяющий при расчете объединить результаты двух хроматограмм одной пробы, полученные на колонках с различными фазой, при этом на обеих хроматограммах должен выходить пик одного и того же, объединительного, компонента по которому рассчитывается коэффициент, учитывающий различие условий анализа и количество проб на двух колонках:

$$C_i = \frac{K_i \cdot R_i}{\sum_{i=1}^{n} K_{1i} \cdot R_{1i} + (R_1/R_2) \cdot \sum_{i=1}^{n} K_{2i} \cdot R_{2i}} \cdot (100 - D_u), \qquad (17)$$

где K_{1i}, K_{2i} - градуировочные коэффициенты чувствительности для компонентов, полученных соответственно на первой и второй колонке;

R_{1i}, R_{2i} - отклик детекторов от компонентов, полученных соответственно на

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

первой и второй колонке;

R_1, R_2 - отклик детекторов от объединительного компонента, полученного соответственно на первой и второй колонке;

· **расчет сжиженного газа** - разновидность внутренней нормализации, позволяющей рассчитать плотность углеводородного сжиженного газа при заданной температуре:

$$P = \frac{100}{\sum_{i=1}^{n} C_i / \rho_i}, \qquad (18)$$

где P - плотность углеводородного сжиженного газа;

C_i - массовая доля i-го компонента, рассчитанная по формулам (8) или (9);

ρ_i - плотность i-компонента при данной температуре, кг/м^3;

· **расчет горючего газа** – расчет по ГОСТ 23781-87 "Газы горючие природные", ГОСТ 22667-82 "Расчетный метод определения теплоты сгорания, относительной плотности и числа Воббе", с возможностью корректировки результатов расчета на воздух, попавший в пробу при отборе по инструкции ВНИИГАЗ "Хроматографический анализ природных газов";

· **анализ бензина** - разновидность внутренней нормализации, позволяющей по компонентному составу произвести расчет плотности бензина, исследовательского октанового числа, давления насыщенных паров, фракционного состава по температурам кипения согласно ASTM D5134-92 и методике "Криминалистическое исследование нефтепродуктов";

· **расчет концентрации вещества в анализируемом образце до пробоподготовки** производится при расчете концентрации компонента методами внешнего или внутреннего стандарта по формуле:

$$C_i = \frac{C_i \cdot V_f}{W}, \qquad (19)$$

где C_i - концентрация компонента в пробе после пробоподготовки;

V_f - объем экстракта, затраченного при пробоподготовке;

W - масса навески анализируемого образца.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

5 Структура программы

5.1 Структура программы

5.1 Общий вид главного окна программы приведен на рисунке 5. Главное окно программы состоит из следующих элементов:

· заголовок окна;
· меню приложений программы (на рисунке – кнопки и иконки);
· верхняя часть рабочей области окна (на рисунке - хроматограмма);
· нижняя часть рабочей области окна (на рисунке - результаты расчета хроматограммы);
· строка состояния.

Рабочая область программы по горизонтали разделена на две части. Граница верхней и нижней частей может передвигаться курсором мыши. Строка состояния расположена в нижней части окна программы.

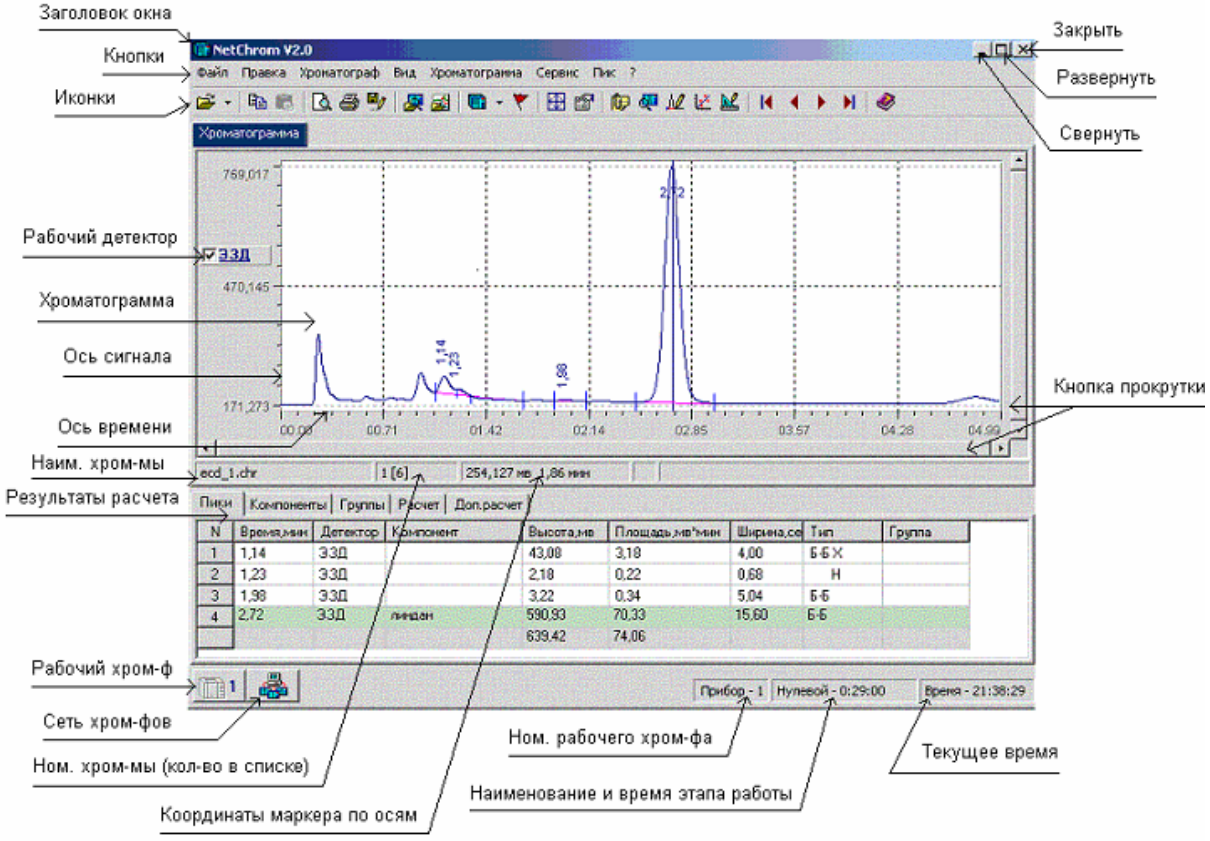


Рисунок 5. - Общий вид главного окна программы

5.2 Хроматограф при работе последовательно проходит несколько этапов: "нулевой", "подготовка", "ввод пробы", "анализ", "продувка" (при задании соответствующего режима). По окончании этапа "анализ" или "продувка" хроматограф возвращается на этап "подготовка". Этап "**нулевой**" начинается сразу после запуска программы вплоть до передачи в хроматограф метода анализа. При фатальной аварии

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

(авария, при которой дальнейшая работа хроматографа невозможна) хроматограф также переходит на этап "нулевой". Этап "**подготовка**" начинается после передачи метода анализа в хроматограф вплоть до достижения параметров аналитических объектов хроматографа (термостаты, регуляторы расходов и давления и др.) заданных значений. Этап "**ввод пробы**" начинается по окончании этапа "подготовка" вплоть до нажатия пользователем кнопки «Старт» хроматографа (при этом, как правило, вводится проба, за исключением "холостых" анализов). Этап "**анализ**" начинается после нажатия кнопки "Старт" вплоть до окончания хроматографического анализа по времени, заданному в методе анализа, или досрочно по желанию пользователя, реализованному повторным нажатием на кнопку "Старт" (на этапе "анализ" кнопка выполняет функцию досрочного окончания анализа), или после нажатия кнопки "Досрочное окончание анализа" в окне "Запуск анализа". Этап "**продувка**" (если он задан в методе) начинается по окончании анализа вплоть до окончания заданного времени продувки или повторной передачи метода анализа.

5.3 Управление программой осуществляется путем воздействия на соответствующие элементы диалога программы. Элементы диалога снабжены для удобства работы всплывающими подсказками. Для взаимодействия программы с пользователем используются следующие элементы диалога:

- кнопки (объемные прямоугольники с текстом внутри, назначение которых написано на них). "Нажатие" на кнопку вызывает немедленное выполнение действия, соответствующего названию кнопки.

- кнопки (объемные круглые с текстом справа), предназначенные для выбора одного параметра из перечня, состоящего из таких же кнопок. Выбранный параметр отмечается черным кругом внутри кнопки, при этом может быть выбрана только одна из кнопок.

- кнопки (объемные квадратные с текстом справа), предназначенные для выбора данного параметра из перечня, состоящего из таких же кнопок. Выбранный параметр отмечается черной "галкой" (V) внутри кнопки, при этом могут быть выбраны несколько кнопок.

- строки ввода (вдавленные прямоугольники), предназначенные для ввода и редактирования строки информации с помощью клавиатуры компьютера. Ввод с клавиатуры осуществляется справа от того места, где находится маркер курсора мыши, который меняет свою форму из стрелки в вертикальную черту при вхождении в строку ввода. Для ввода информации в IS строку используются все цифровые и символьные клавиши, а также клавиши "Пробел", "-", "+", ".", "Shift", "Backspase", "Ins", "Del", "<", ">". Клавиша "Ins" используется для переключения режима "Вставка/Замена". Параметры, вводимые в строку ввода, бывают текстовые и числовые. Для текстовых параметров нет ограничений на вводимые символы. Числовые параметры бывают двух типов: целые, состоящие из цифр, знаков "+" и "-" и дробные, состоящие из двух частей, разделенных ".". Допускается дробное число представлять в показательной степени, а именно: [знак числа]целая часть[.][дробная часть]E[знак порядка]порядок. Например: 4.35E23, -3E-4, 0.1234 и др. (число 5E-05 соответствует числу 0.00005).

- полоска прокрутки (две стрелки с курсором в виде прямоугольника между ними), предназначенная для просмотра текста в окне небольшого размера, может располагаться и вертикально и горизонтально.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

- иконка (небольшая графическая картинка или пиктограмма), предназначенная для выбора одного параметра из перечня или для информирования пользователя о дальнейших действиях, иконка может быть выполнена в виде объемной кнопки, в этом случае "нажатие" на кнопку с иконкой вызывает немедленное выполнение какого либо действия.
Для информирования пользователя при наведении курсора мыши на соответствующую кнопку под курсором появляется подсказка с обозначением функции кнопки и горячими клавишами, которые вызывают аналогичное действие.

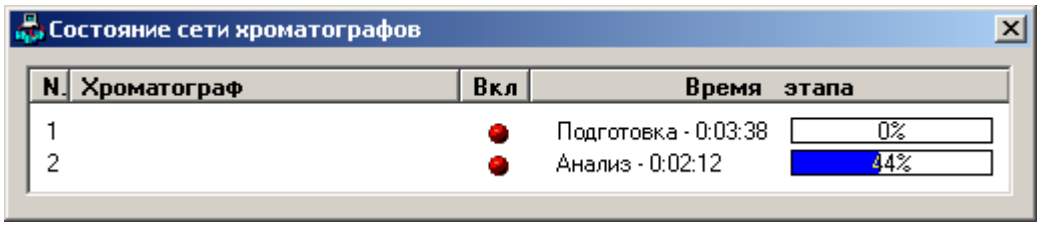
5.4 В левом нижнем углу главного окна в строке состояния выведена информация о количестве хроматографов, которыми управляет программа, причем каждый хроматограф имеет свою кнопку с номером. У хроматографа, для которого открыто главное окно кнопка нажата. Кроме собственно хроматографов кнопкой выведены хроматографы-сателлиты, которые бывают внутренние (второй параллельный канал обработки информации хроматографа) и внешние (другой неавтоматизированный хроматограф, выход детектора или усилителя которого подключен к свободному каналу АЦП хроматографа для обработки сигнала).
На кнопках хроматографов для наглядности отражается состояние (этап), на котором находится данный хроматограф:

- хроматограф выключен или отсутствует связь ( );
- хроматограф-сателлит ( )
- хроматограф включен и находится на "нулевом" этапе ( );
- этап "нулевой", фатальная авария ( ), т.е. авария при которой дальнейшее продолжение работы невозможно, например, превышение предельных температур термостатов, неверное напряжение АЦП и др.;
- этап "подготовка" ( );
- этап "ввод пробы" ( );
- этап "анализ" ( ).

Кроме того, при определенных условиях на кнопках хроматографа могут появиться значки, обозначающие некоторые наступившие события:
- необходимость проведения регламентных работ (например, замены прокладки) - ;
- задание для контроля параметров пуско-наладки - ;
- режим охлаждения хроматографа - ;
- режим сна - .

Последней расположена кнопка , при нажатии на которую отражается состояние сети хроматографов: номер и название хроматографа, на каком этапе он находится, время этапа, время этапа "анализ" в процентах от заданного в методе.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



5.5 Элементы диалога объединяются в окна. В одном окне может находиться сколько угодно элементов диалога. Элементы диалога в окне также могут объединяться во вкладки - объемные или выделенные прямоугольники, предназначенные для выполнения одной функции. В окне может быть несколько вкладок. Окна могут накладываться друг на друга. Один из элементов диалога в окне всегда "активный" - он отличается от других тем, что его заголовок расположен на синем поле (у остальных на сером). Вне окон могут находиться иконки или кнопки в виде горизонтального меню. Изменение размеров окна производится аналогично принятым в Windows правилам. Окна можно сворачивать, разворачивать на полный экран или в окно, закрывать с помощью стандартных кнопок . Некоторые окна в программе позволяют регулировать их размеры, о чем свидетельствует знак в правом нижнем углу окна.
Для работы с элементами диалога может использоваться клавиатура:
- клавиши ">", "^" и "Page Up" - для перехода на следующий элемент диалога по кругу;
- клавиши "<", "v" и "Page Down" - для перехода на предыдущий элемент диалога по кругу;
- клавиша "Tab"-для перехода на следующий элемент диалога;
- клавиша "Enter" - для изменения или выполнения действия над "активным" элементом диалога;
- клавиша "Esc" - для закрытия текущего окна без ввода информации из него.
Назначение кнопок и иконок меню приложений программы приведено в таблице 2 (выделенным шрифтом отмечены названия кнопок, находящихся в меню программы или открывающихся при нажатии последних).

Таблица 2

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Кнопка	Функция (действие)	Объект воздействия	«Горячая» иконка	«Горячие» клавиши	Примечание
Файл (при нажатии открываются функции)	**Открыть** (При нажатии открываются объекты воздействия)	**Метод**		Ctrl+1	Открыть библиотеку методик
		Хроматограмма		Ctrl+2	Открыть библиотеку хроматограмм
		Градуировка	-	Ctrl+3	Открыть библиотеку градуировок
		Пакет	-	Ctrl+4	Открыть библиотеку методик, собранных в пакет
	Настройка печати	Интерфейс печати	-	-	Выбор типа принтера, режима печати
	Предварительный просмотр	Отчет по результатам анализа		Ctrl+R	Просмотр вкладки отчета до печати
	Печать отчета	Отчет по результатам анализа		Ctrl+P	Печать отчета
	Экспорт отчета	Отчет по результатам анализа		Ctrl+D	Экспорт отчета в любой каталог компьютера, в выбранном формате
	Настройки (при нажатии открываются объекты воздействия)	Звук	-	-	Настройка подачи звукового сигнала
		Удаление	-	-	Автоматическое удаление файлов по времени
		Общие	-	-	Включение режимов наладки
		Запреты	-	-	Запрет на действия
	Выход	-	-	-	Выход из программы
Правка (при нажатии открываются функции)	**Копировать**	Файл		Ctrl+C	Копировать файл в буфер
	Вставить	Файл		Ctrl+V	Вставить файл из буфера
	Добавить запись	Файл		-	Добавить или удалить запись в библиотеке компонентов, градуировок, файле статистики и др.
	Удалить запись	Файл		-	
	Удалить все	Файл		-	Удалить все записи из

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Хроматограф (при нажатии открываются объекты воздействия)	Контроль параметров и состояния объектов управления хроматографа и выходного сигнала	**Состояние**		F5	Основные параметры хроматографа: термостатов, регуляторов расхода, давления, основные неисправности
		Диагностика	-	F6	Вспомогательные параметры хроматографа
		Видеосамописец	-	F7	Визуализация изменения сигнала хроматографа
		Неисправности	-	F8	Неисправности хроматографа по хроматограмме
	Задание методики выполнения анализа	**Запуск метода**		Ctrl+T	Запись совокупности параметров хроматографа для выполнения анализа
	Задание конфигурации хроматографа	**Конфигурация**	-	-	Задание предварительных условий и ограничений проведения анализа
Вид (при нажатии открываются объекты воздействия)	Операции над хроматограммой	**Показать все**		Ctrl+A	Выбор соответствующего масштаба и положения хроматографического сигнала в окне хроматограммы по осям высот и времени для более детального изучения изменения сигнала
		Все по времени	-	-	
		Все по высоте	-	-	
		Начало по времени	-	-	
		Конец по времени	-	-	
		Верх по высоте	-	-	
		Низ по высоте	-	-	

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Пик	**Создать**	Пик	-	-	Создать на хроматограмме пик
	Назначить ⇒	**Пик-наездник**	-	-	Назначить пик наездником (деление по тангенте)
		Пик-наездник впереди			Назначить пик, который выходит перед большим пиком, - наездником
		Хвостатый пик	-	-	Назначить пик хвостатым (деление от наездников по тангенте)
		Разделенный пик	-	-	Пик-наездник, который отделяется от основного по перпендикуляру
		Базовый пик	-	-	Слившиеся пики, начало и конец которых принадлежат базовой линии
		Слившиеся пики	-	-	Слившиеся пики, которые отделяются друг от друга по перпендикуляру
	Удалить ⇒	**Пик**	-	-	Удалить выбранный пик
		Пики слева	-	-	Удалить все пики слева от выбранного пика
		Пики справа	-	-	Удалить все пики справа от выбранного пика
	Удалить все	Пики	-	-	Удалить все пики на хроматограмме
?	Оказание помощи в работе	**Справка**		F1	Контекстно-зависимая справочная система, призванная помочь пользователю при работе с программой
	Использование справки	**Использование справки**	-	-	Инструкция по использованию справки
	-	**О программе**	-	-	Данные о номере программы и разработчике

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Хроматограмма (при нажатии открываются функции и объекты воздействия)	Запись информации	**Паспорт**		Ctrl+I	Запись информации о методике и хроматограмме с целью их идентификации
	Запись параметров для вторичной обработки	**Метод**		Ctrl+M	Совокупность параметров хроматографа, при которых выполнен данный анализ
	Редактировать	Хроматограмма		Ctrl+E	Включение режима ручного (графического) редактирования хроматограмм
	Градуировать	Компоненты		Ctrl+G	Градуировка компонентов в хроматограмме
	Обработать	Параметры обработки методики		F9	Обработка хроматограммы с параметрами, заданными в методике (игнорируется ручное редактирование)
	Заполнить	**Проба**	-	-	Объем пробы, коэффициенты для расчета
	Дополнительные функции	**Дополнительно**	-	-	Дополнительные операции над хроматограммами (сложение, сравнение, вычитание, фильтрация и др.)
Сервис	**Корректировать времена**	Хроматографический пик	-	-	При изменении времен удерживания пиков по причине старения колонки, они корректируются автоматически по команде
	Генерировать компоненты	Хроматографический пик	-	-	Ввести в таблицу наименование неидентифицированного пика, например, его номер
	Расчет для поверки приборов	**Шум/дрейф**	-	-	Расчет уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевой линии, предела детектирования
	Усреднение данных	Результат анализа	-	-	Усреднение результатов нескольких анализов
	Расчет для поверки приборов	**Статистика**	-	-	Расчет относительного среднего квадратического отклонения сигнала (пика)
	Расчет потока газа	**Калькулятор газовый**	-	-	Расчет расхода или давления для капиллярной колонки по ее геометрическим размерам, температуре, типе газа-носителя и др.
	Наладка прибора	**Параметры пуско-наладки**	-	-	Возможность контроля любого параметра хроматографа, в т.ч. в процессе анализа

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

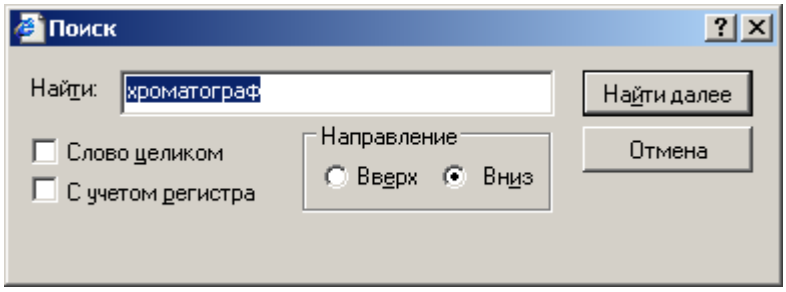
5.6 Кроме приведенных в таблице 2 кнопок, в меню приложений программы, а также в некоторых окнах программы имеются иконки для листания хроматограмм (методов, компонентов и др.), ввода и удаления записей и прочие:
ОК - запись в память компьютера выбранных действий, заданных параметров;
Отмена - отмена выбранных действий, заданных параметров;
- переход к первой хроматограмме в библиотеке хроматограмм, компоненту в списке компонентов;
- переход к последней хроматограмме в библиотеке хроматограмм, компоненту в списке компонентов;
- переход к предыдущей хроматограмме в библиотеке хроматограмм, компоненту в списке компонентов;
- переход к следующей хроматограмме в библиотеке хроматограмм, компоненту в списке компонентов;
- очистить окно (массив данных).
5.7 Операции, которые проводятся над кнопками, иконками и прочими органами управления, осуществляются с помощью манипулятора "мышь" и клавиатуры компьютера. Курсор мыши в основном имеет форму наклонной стрелки ( ), но также может принять форму вертикальной черты (|)при установке на строку ввода и песочных часов ( )- для информирования пользователя о задержке при выполнении программой каких либо действий. Действия над элементами диалога имеют однотипный характер и представляют собой следующее:

- нажать на кнопку, иконку – подвести стрелку курсора мыши на кнопку (иконку) и нажать левую клавишу мыши;
- выбрать строку - подвести стрелку курсора мыши на строку и нажать левую клавишу мыши;
- активизировать строку (функцию) - подвести стрелку курсора мыши на белый квадрат перед строкой и нажать левую клавишу мыши (в строке появится знак "v" или "·");
- выбор нужной строки из списка - нажать кнопку с правой стороны окна, подвести стрелку курсора мыши на нужную строку, возможно с использованием «линейки прокрутки», и нажать левую клавишу мыши;
- запись в строке ввода - подвести стрелку курсора мыши на нужную (белую) строку и нажать левую клавишу мыши, с помощью клавиатуры компьютера произвести запись в строку;
- вспомогательные функции окна – нажать на правую клавишу мыши;
- выбор необходимого файла из списка – двойное нажатие левой клавиши мыши на выбранную строку в списке.

5.8 Методы и хроматограммы каждого хроматографа хранятся в отдельных папках соответственно "Method1" и "Chrom1" для хроматографа-1 и т.д. Причем хроматограммы записанные при выбранном методе хранятся в папках имеющих имя метода. Папки методов и хроматограмм всех хроматографов хранятся соответственно в папках "Methods" и "Chroms" в общем каталоге программы.
5.9 Описание функций программы (помощь) приведены внутри самой программы

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

под кнопками ? и . Описание разбито на разделы, подразделы и пункты. В левой части справки расположено содержание, вкладка поисковой системы по ключевым (целым) словам всего текста справки. В правой части расположено собственно описание. Доступ к описанию раздела возможен из "содержания", а также по тексту с помощью кнопок "Previous" - предыдущий раздел, "Top" - первый раздел, "Next" - следующий раздел. Кроме того, в командной строке справочной системы имеются кнопки управления: "Вперед", "Назад", "Домой", "Печать" и др.
Поиск по словам в каждом разделе осуществляется при нажатии клавиш Ctrl+F лавиатуры компьютера, при этом появляется окно "Найти", в котором заполняются строки:
- "Что" - слово, которое надо найти в списке;
- "Только слово целиком" - при активизации этой строки, система ищет выбранное название, в противном случае название ищется в любом месте (контекст);
- "С учетом регистра" - при активизации этой строки, учитывается выбранный регистр в названии (прописные или строчные буквы), в противном случае на регистр не обращается внимание;
- "Направление" - при активизации соответствующей строки, задается направление поиска.



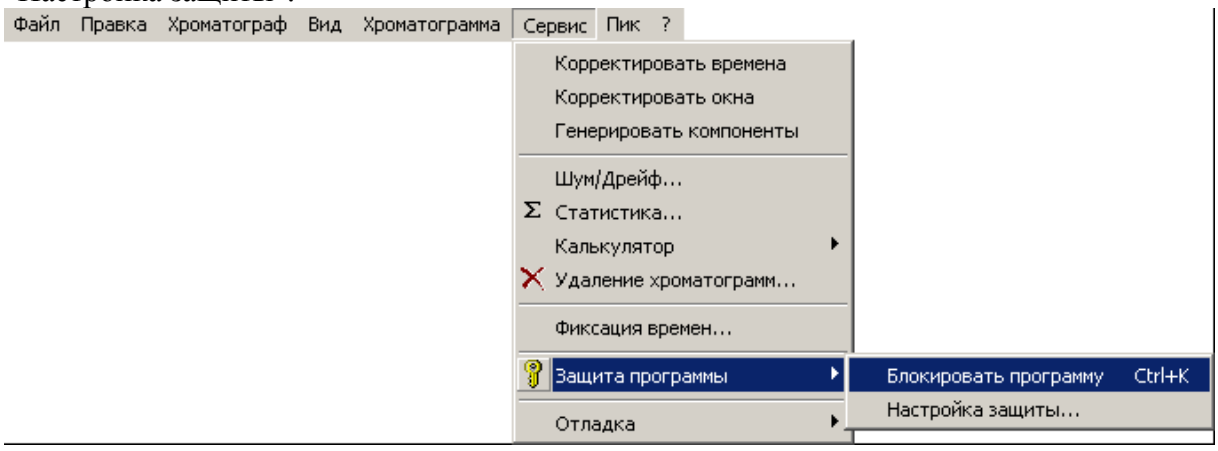
При необходимости можно ознакомиться с пунктом описания, на который дана ссылка (выделен фиолетовым цветом), курсор мыши на этом месте меняет форму на . , при нажатии на левую клавишу мыши открывается соответствующий пункт. Вернуться назад можно нажав кнопку "Назад" в командной строке справочной системы. При нажатии кнопки "Печать" в командной строке справочной системы, можно распечатать описание программы на бумаге (весь документ, выбранный раздел). Кроме того, в каталоге программы имеется описание программы "Netchromwin.pdf".

5.2 Система допуска

5.9 Система допуска к программным ресурсам обеспечивает ограниченный допуск к программе лицам, которым по мнению руководителя работ доступ ко всем ресурсам программы по той или иной причине должен быть ограничен.
Ограничение допуска предотвратит попытки запуска программы посторонним, сделает невозможным фальсификацию результатов анализа по крайней мере со стороны персонала низшего звена, защитит уже запущенную программу от несанкционированного вмешательства со стороны посторонних лиц и др. Система допуска основана на требованиях стандарта GLP.
5.9.1 Защита программы настроена на четыре уровня допуска (снизу вверх): лаборант,

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

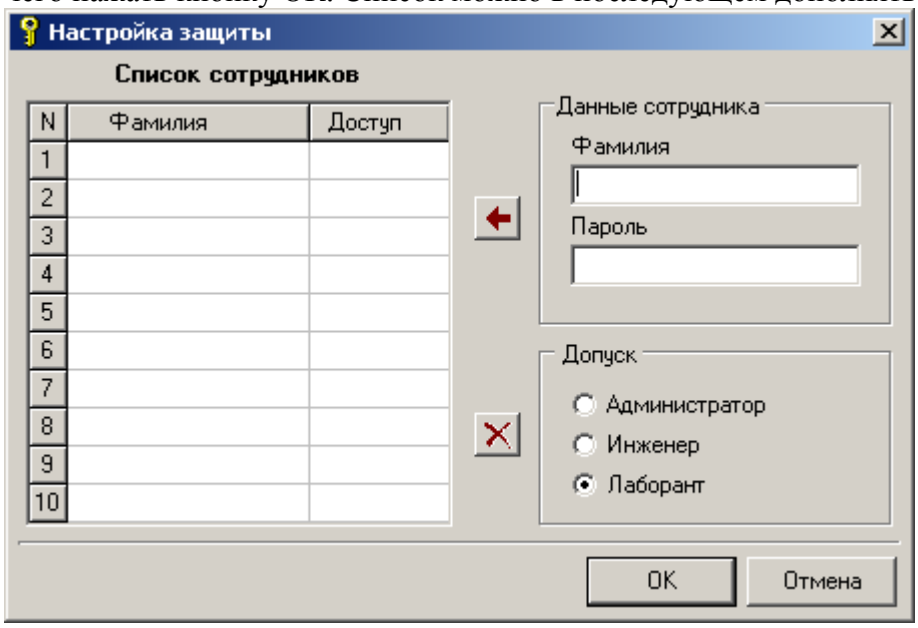
инженер, администратор, наладчик оборудования.
Наивысший уровень допуска **"Наладчик оборудования"** имеет сотрудник разработчика и изготовителя хроматографа НПФ "Мета-хром" или лицо, которому НПФ "Мета-хром" делегирует свои полномочия. Этот уровень позволяет входить в программу, которая заблокирована чьим либо паролем, менять первоначальные настройки хроматографа, установленные изготовителем (см. п.6.3.2), пользоваться тестовой программой, минуя ограничения, наложенные программой для обычного пользователя (см. п.8.11).
Уровень допуска **"лаборант"** - низший уровень пользователя, позволяет запускать рабочий метод в хроматограф (см. п.7.6.2), проводить анализы (см. п.7.7.1), получать хроматограммы и результаты анализа (см. п.7.8.1), производить распечатку протокола (см.п.7.12.1).
Уровень допуска **"инженер"** позволяет выполнять действия "лаборанта" а, кроме того, редактировать рабочий метод по результатам анализа хроматограммы (см. п.7.5.1), создавать новые методы анализа (см. п.7.5.1), менять различные настройки программы, просматривать настройки конфигурации хроматографа (см. п.7.8.17), редактировать хроматограмму (см. п.7.9.1).
Уровень допуска **"администратор"** - высший уровень допуска для пользователей, позволяет выполнять действия "лаборанта" и "инженера" а, кроме того, менять при необходимости настройки конфигурации хроматографа (см. п.7.4.1) и программы (см. п.6.2.1), пользоваться отладочными средствами (см. п.8.9). Этот уровень позволяет проводить настройку защиты программы, т.е. определять допуск к программе подчиненных сотрудников.
Для настройки системы допуска необходимо настроить защиту программы. Для этого сначала необходимо активизировать строку "Защита програмы" в начальных настройках программы (см. п. 7.3.3). После активизации защиты при последовательном нажатии кнопок "Сервис", "Защита программы", "Настройки защиты" появится окно "Настройка защиты".



Эту операцию первый раз должен выполнить, а в последующем проводить изменения руководитель работ - "администратор". "Администратор" должен заполнить графы "Фамилия" (имя) сотрудника, пароль, под которым последний будет входить в программу, и уровень допуска, который определен для данного сотрудника. После набора нажмите кнопку и запись переместится в "Список сотрудников". Чтобы удалить соответствующую запись, необходимо ее выбрать и нажать кнопку .

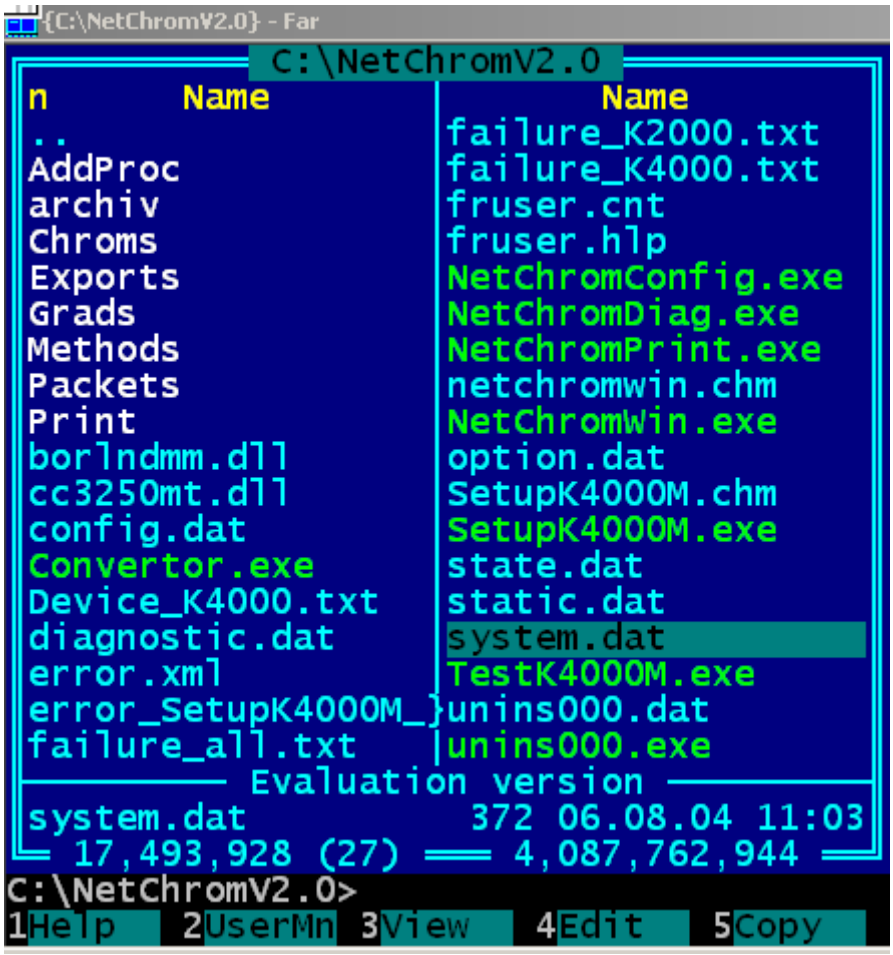
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Необходимо внести в "Список сотрудников" всех, кто так или иначе будет пользоваться прибором каждого со своим паролем (пароль может быть общим) и допуском, после чего нажать кнопку ОК. Список можно в последующем дополнять и изменять.



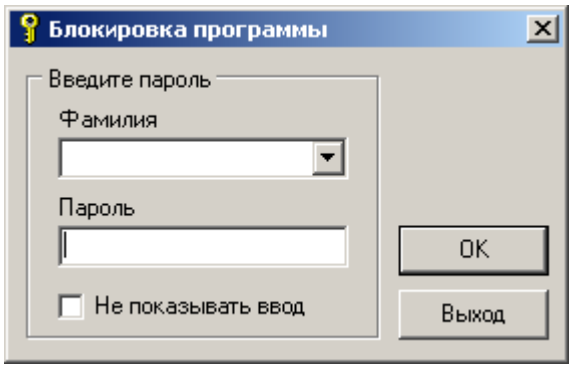
5.9.2 Если каким либо сотрудником пароль забыт или утерян, а работать с программой необходимо, выйдете из программы, войдите в рабочий каталог программы "NetChrom" и удалите файл "system.dat", загрузите программу вновь. Программа загрузится без пароля с уровнем допуска "администратор", после чего настройку защиты программы нужно выполнить вновь.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



5.9.3 Кроме защиты программы от несанкционированного входа, в программе реализована функция блокировки уже запущенной программы во время вынужденной отлучки пользователя. Эта функция доступна для сотрудников внесенных в соответствующий список (см. выше). Чтобы блокировать программу нажмите последовательно кнопки "Сервис", "Защита программы", "Блокировать программу". Программа блокируется для доступа, а на экране появляется окно "Блокировка программы". Чтобы разблокировать программу необходимо ввести фамилию и пароль сотрудника, внесенного в соответствующий список и нажать ОК. При трехкратном неверном вводе данных программа автоматически закроется. Чтобы вводить данные сотрудников скрытно, предусмотрена функция "Не показывать ввод", которую необходимо активизировать. При нажатии кнопки "Выход" - программа закроется согласно п 6.4.1.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



6 Установка и запуск программы

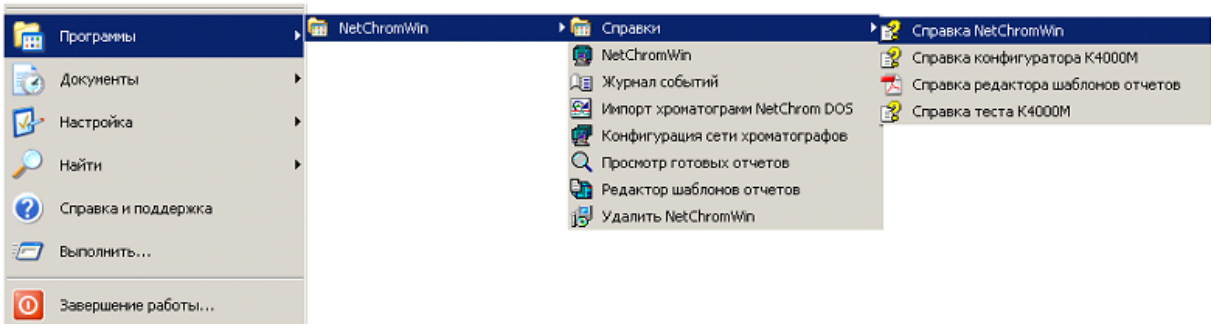
6.1 Установка программы

6.1.1 Программа устанавливается в компьютер, отвечающий требованиям раздела 2 настоящего описания. В персональный компьютер должна быть установлена операционная система "Windows XP" ("Windows 2000"). Установить в LPT или USB разъем персонального компьютера электронный ключ из комплекта программы. Включить персональный компьютер в сеть. После загрузки операционной системы, установить CD-диск с программой в CD-ROM персонального компьютера. Далее следовать инструкциям по установке программы, появляющимся на экране монитора. После установки программы на экране монитора (рабочем столе) появляется "иконка" запуска программы.
Прежде чем запустить программу необходимо ввести в нее настройки, позволяющие, во-первых, сформировать сеть подключения хроматографов к персональному компьютеру (см. п.6.2.2) и, во-вторых, если это необходимо, внести изменения в настройки программы, записанной в контроллере хроматографа (см. п.6.3.2).

6.2 Установка конфигурации подключения хроматографа

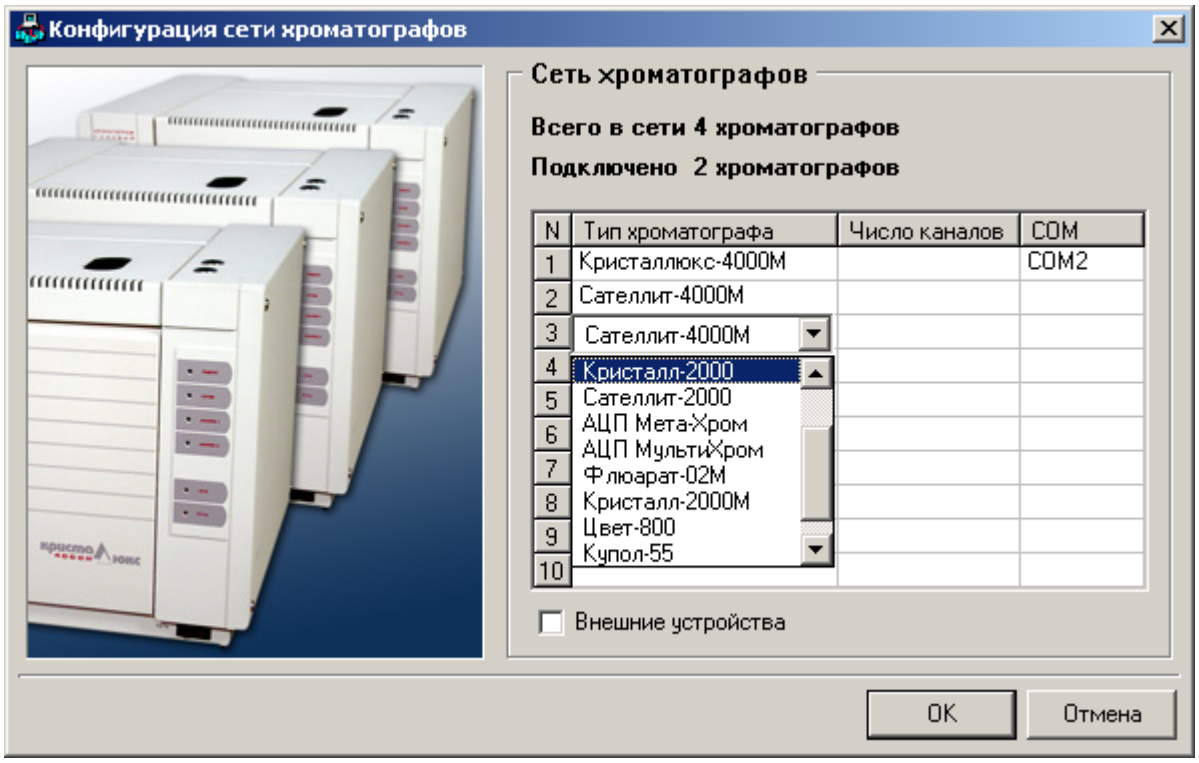
6.2.1 При установке программы одновременно устанавливается программа "Конфигурация подключения хроматографов", которая запускается с помощью последовательного нажатия кнопок "Пуск", "Программы", "NetChromWin", "Конфигурация сети хроматографов".

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

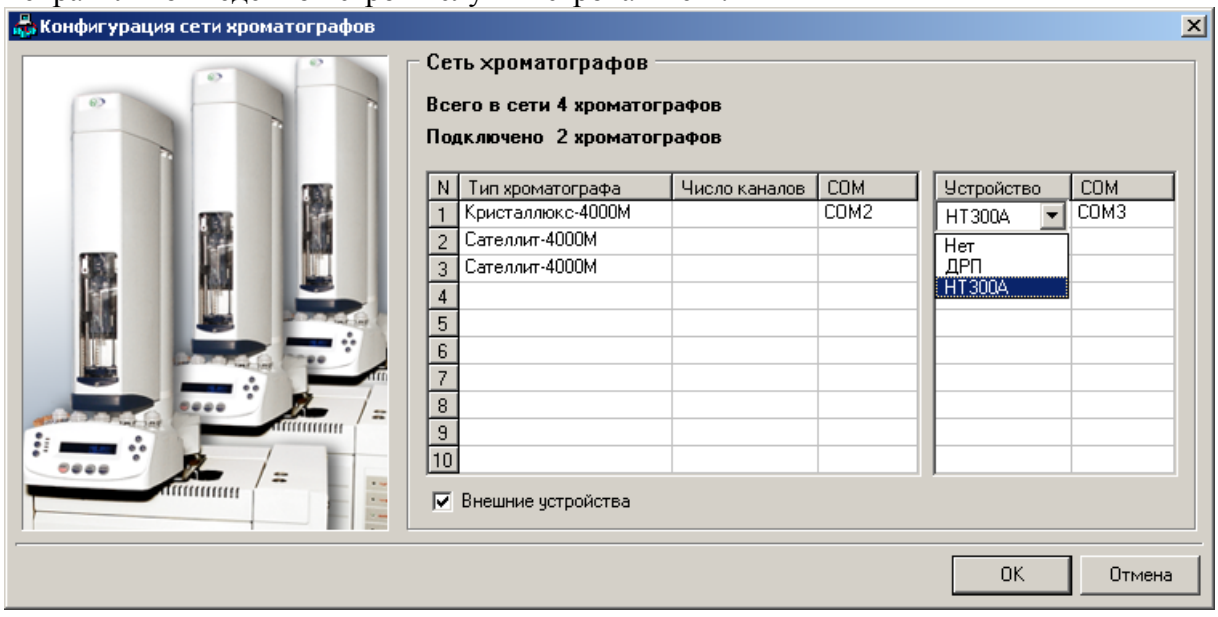


6.2.2 После запуска программы «Конфигурация сети хроматографов» появляется одноименное окно . В этом окне нужно создать сеть хроматографов, т.е. ввести необходимые данные в каждую строку таблицы "Тип хроматографа", "Число каналов", "Номер Ком-порта". Количество хроматографов, которые могут быть подключены в сеть, определяемое информацией, записанной в электронном ключе, указано в первой строке "Всего в сети хроматографов". Количество реально подключенных хроматографов указано во второй строке. Чтобы ввести тип хроматографа, наведите стрелку курсора мыши на первую пустую строку в колонке "Тип хроматографа" и нажмите на левую клавишу мыши. Справа в строке появится кнопка , на которую необходимо нажать, чтобы появилось меню. Выберите из предлагаемых меню наименований то, которое необходимо включить в сеть. Для подключения предыдущей модели хроматографа "Кристаллюкс-4000" используется строка "Кристаллюкс-4000М" (хроматограф дорабатывается заменой контроллера). Далее установите количество каналов, которое имеет смысл только для АЦП, для хроматографов - количество каналов равно 1. Далее установите номер COM-порта, к которому подключен хроматограф или АЦП (вводится аналогично типу хроматографов). Количество COM-портов и их номера для включения в меню определяются программой автоматически. Чтобы убрать неправильно введенную строку используйте строку типа "Хроматографа нет". По окончании заполнения таблицы нажмите кнопку "ОК". Кроме указанных в меню хроматографов можно подключить также масс-спектрометрический детектор типа "Маска".

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



К хроматографам можно подключить внешние устройства. Для этого необходимо активизировать кнопку "Внешние устройства" вкладки, после чего вкладка приобретет другой вид (см. ниже), где можно задать тип внешнего устройства: ДРП (дозатор равновесного пара) и НТ300А (автоматический дозатор жидких проб). Для удаления неправильно введенной строки служит строка "Нет".



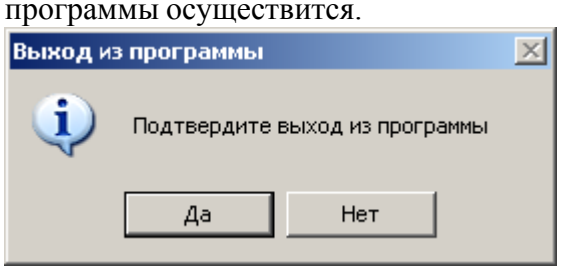
6.2.3 Кроме конфигурации сети хроматографов здесь же из списка (см. п.6.2.1) можно запустить саму программу "NetChromWin", редактор шаблонов отчетов "Редактор шаблонов отчетов", программу конвертирования хроматограмм из предыдущей версии программы "NetChromV1.5" ("Импорт хроматограмм NetChromDOS"), посмотреть

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

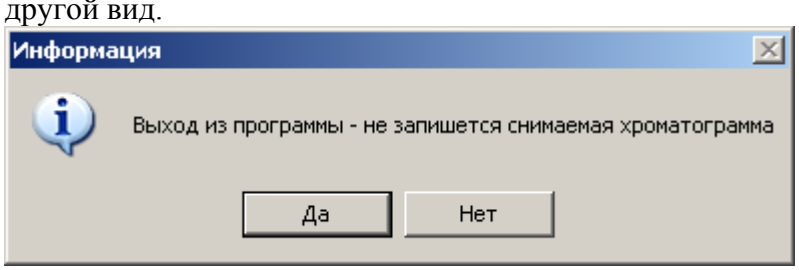
"Журнал событий", готовые отчеты ("Просмотр готовых отчетов"), удалить программу "NetChromWin". По кнопке "Справки" можно ознакомиться со справочной системой "Справка NetChromWin", "Справка конфигуратора К4000М" и "Справка теста К4000М", справкой редактора шаблонов отчетов "Справка редактора шаблонов отчетов".

6.3 Запуск программы

6.4.1 Для запуска программы, наведите стрелку курсора мыши на иконку , и нажмите подряд два раза левую клавишу мыши. После входа в программу включите хроматограф тумблером "Сеть". После включения хроматографа, запускается стартовый тест, при этом тестируется исправность аппаратной части системы управления хроматографа, в т.ч. ПЗУ, внешнего и внутреннего ОЗУ, энергонезависимой памяти, внутренних регистров и др., о чем свидетельствует перемигивание индикаторов на передней панели хроматографа. После окончания теста индикаторы должны погаснуть. Горящий индикатор свидетельствует о неисправности хроматографа (см. МКУБ.415338.001 РЭ). На экране компьютера хроматограф, соответствующий включенному, становится цветным (см. п.5.4). Отключенный от сети хроматограф или хроматограф, у которого отсутствует связь с компьютером, на экране монитора имеет серый цвет.
Выход из программы осуществляется аналогично выходу из других программ операционной системы Windows. Нажмите на кнопку или "Файл" и в открывшемся меню на кнопку "Выход", на экране появится окно "Выход из программы", в котором для подтверждения выхода из программы нажмите на кнопку "Да" и выход из программы осуществится.



При выходе из программы на этапе "анализ" окно для подтверждения выхода имеет другой вид.

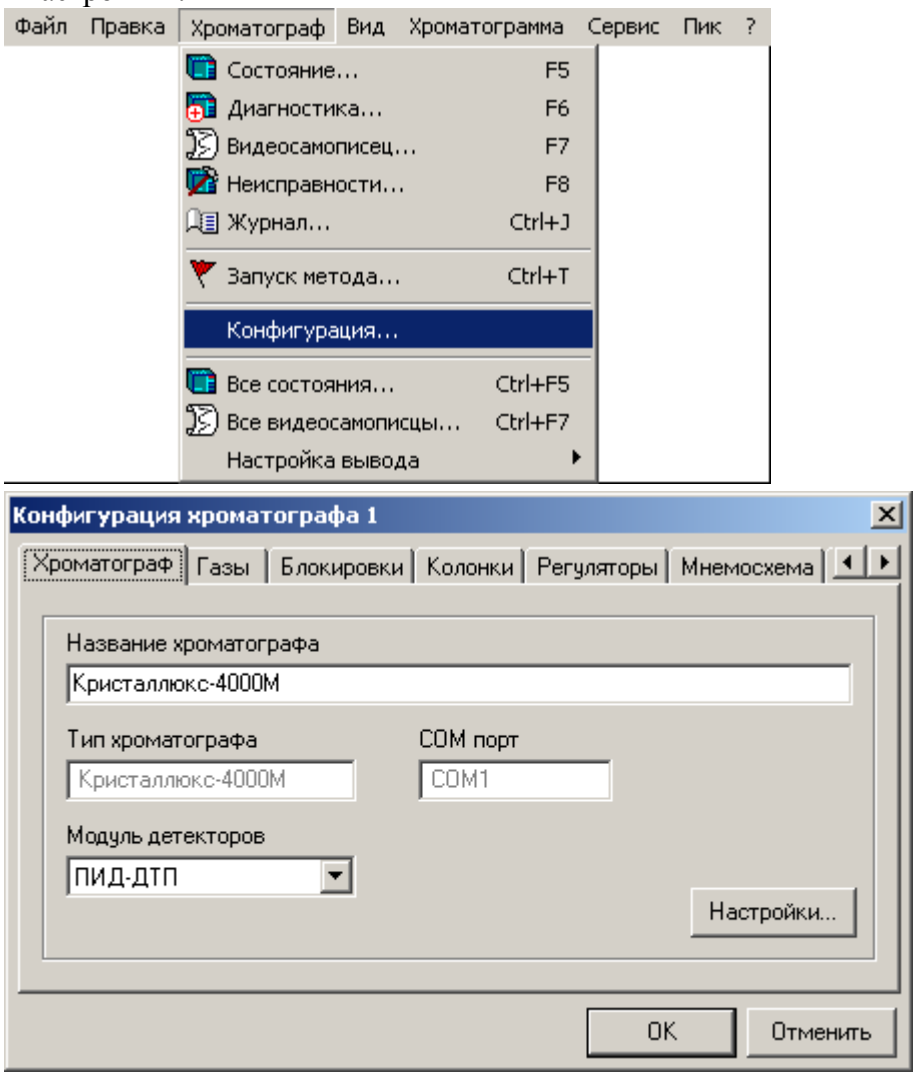


6.4 Конфигуратор хроматографа

6.3.1 При установке программы "NetChrom", одновременно устанавливается программа "Setup", которая задает параметры хроматографа, записываемые во "флеш"-

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

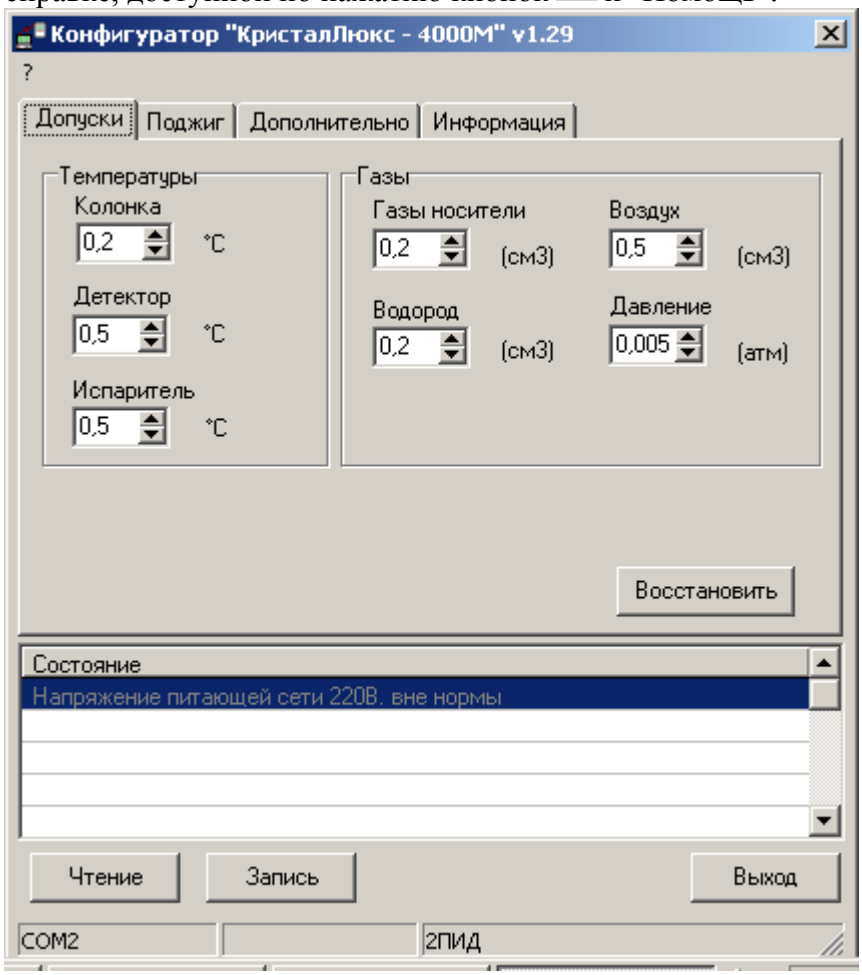
память. Обычно программа устанавливается при разгонке хроматографа изготовителем, повторная установка может потребоваться при установке новой версии программы или модернизации хроматографа, которая заключается в установке новых узлов, не предусмотренных в первоначальной комплектации. Программа "Setup" запускается с помощью последовательного нажатия кнопок "Хроматограф", "Конфигурация", "Настройки".



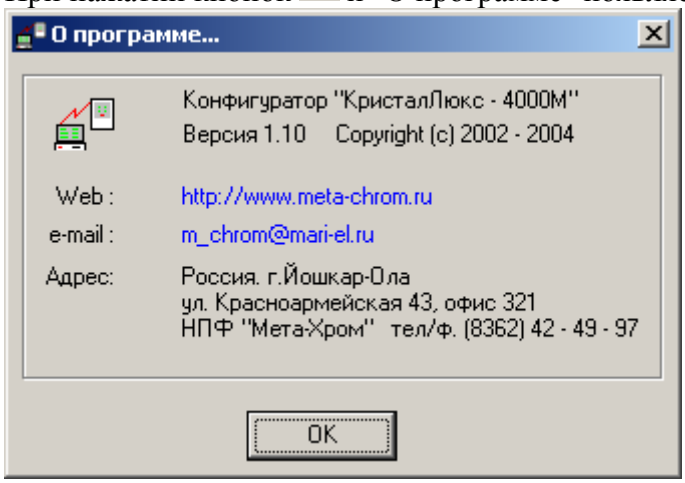
6.3.2 После нажатия кнопок открывается окно "Конфигуратор "Кристаллюкс-4000М", вкладка "Допуски". Окно открывается, если хроматограф включен и температура термостата колонок не превышает 50 ^{o}C (поскольку связь с хроматографом по управлению на время открытия вкладки прерывается), в противном случае возникает соответствующее предупреждение. Необходимо отметить, что вкладки, касающиеся настройки собственно хроматографа (на рисунке не показаны), доступны только наладчикам НПФ "Мета-хром" при введении специального пароля (см. п.5.9).
Во вкладке "Допуски" установите допуски на поддержание температур термостатами колонок, детектора, испарителя и расходов газа-носителя, водорода, воздуха и давления. В зависимости от типа модуля, используемого в хроматографе, часть вкладок в меню ("Поджиг", "ДТП") приложений конфигуратора может отсутствовать.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Описание работы с программой "Конфигуратор "Кристаллюкс-4000М" приведены в справке, доступной по нажатию кнопок ? и "Помощь".



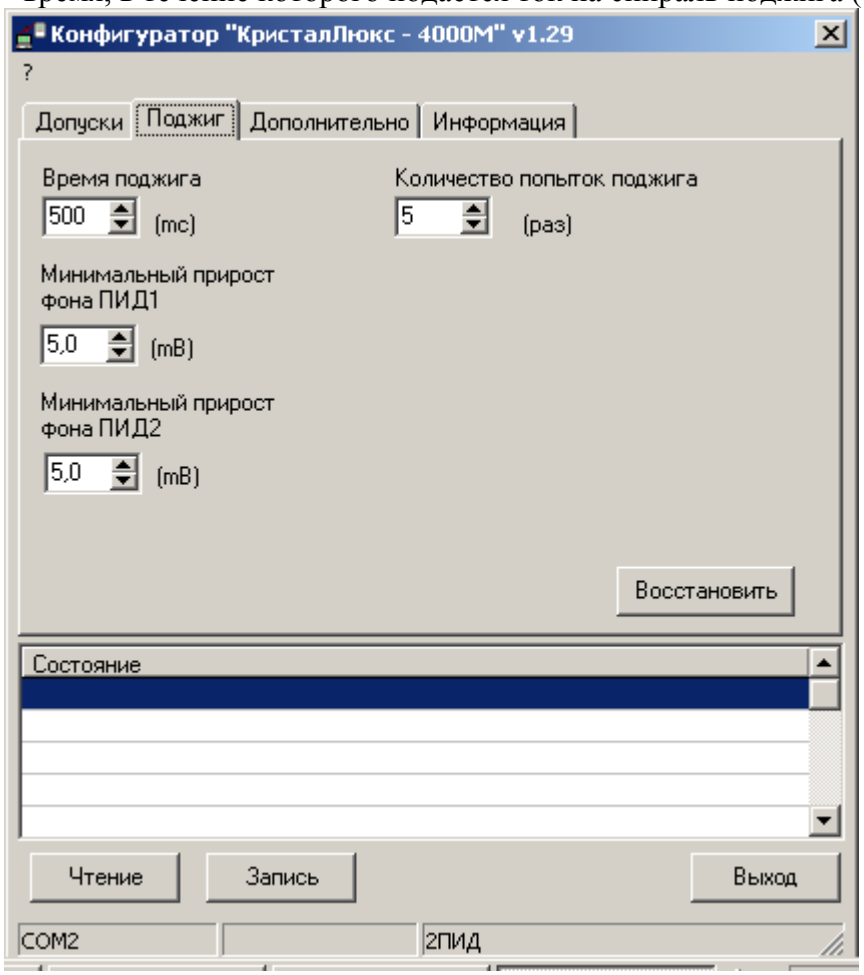
При нажатии кнопок ? и "О программе" появляется соответствующее окно.



6.3.3 Откройте вкладку "Поджиг" и установите в ней:
- минимальный прирост фона при поджиге пламени в детекторе, в зависимости от типа детектора от 1 мВ (ПФД) до 5 мВ (ПИД,ТИД);

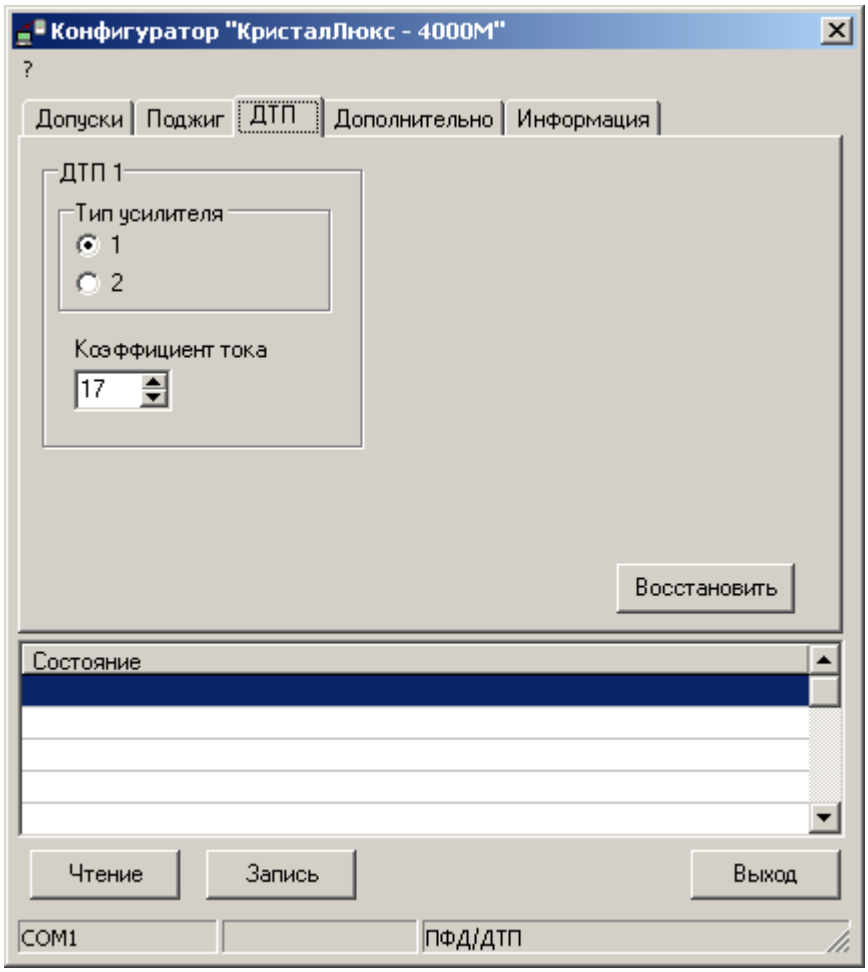
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

- количество попыток поджига (от 1 до 10), после исчерпания установленного количества попыток поджига хроматограф переходит в нулевой этап;
- время, в течение которого подается ток на спираль поджига (от 300 до 990 мс).



6.3.4 Откройте вкладку "ДТП" или "ЭЗД" в зависимости от типа модуля.
Во вкладке "ДТП" установите типы усилителей ДТП1 и ДТП2 (если в модуле один ДТП, то для ДТП2 строки не заполняются) и коэффициент тока ДТП (коэффициент зависит от типа усилителя ДТП и дополнительно служит для подгонки заданного и измеренного значений тока ДТП, чем больше коэффициент, тем больше ток).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



Во вкладке "ЭЗД" установите коэффициент для задания ионизационного тока через камеру ЭЗД (коэффициент устанавливается изготовителем в зависимости от характеристик конкретного ЭЗД, чем больше коэффициент, тем больше ток, а, следовательно, и чувствительность ЭЗД).

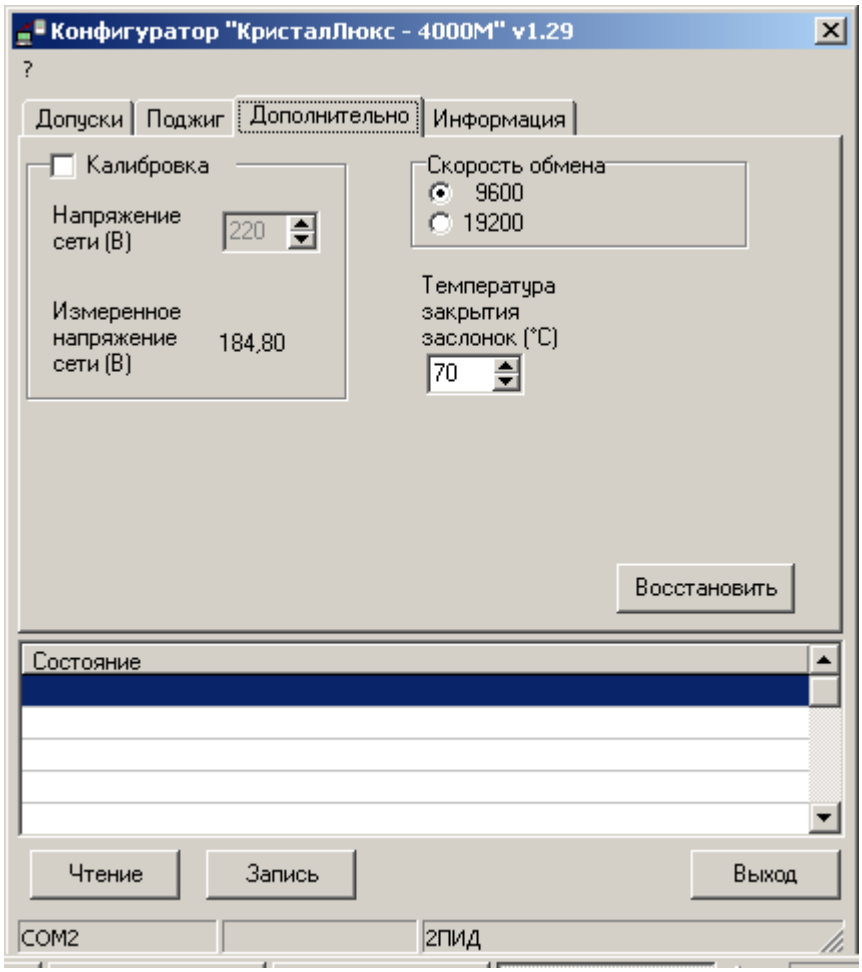
6.3.5 Откройте вкладку "Дополнительно" и установите в ней:

- признак выключения любого из трех каналов АЦП, незадействованных в конкретном хроматографе;
- признак отключения контроля за регуляторами расходами водорода и воздуха;
- скорость обмена;
- температура термостата колонок, выше которой закрываются заслонки;

которой заслонки термостата закрыты (от 30 до 70 ^{o}C в зависимости от температуры окружающей среды);

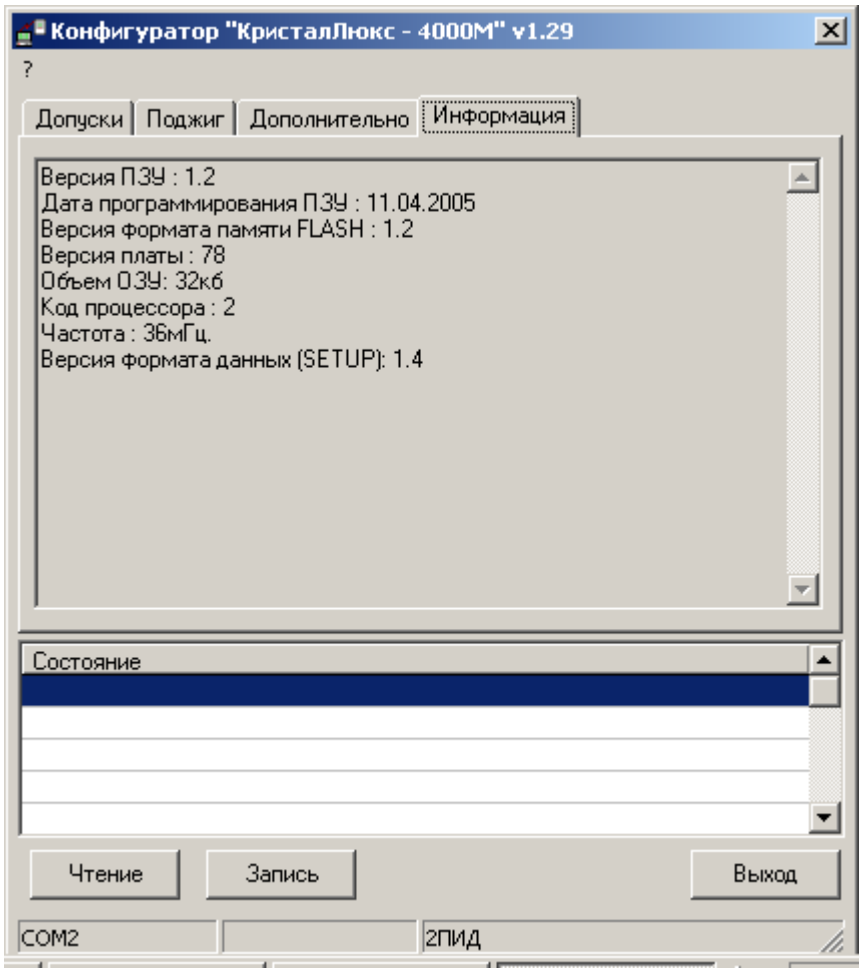
- время срабатывания заслонок (от 1 до 9 в зависимости от типа заслонок);
- напряжение сети, измеренное в данной момент в розетке сети переменного тока, от которой питается хроматограф (служит для настройки вольтметра переменного напряжения АЦП, а также для настройки длительности поджига от напряжения сети - зависимость обратно-пропорциональная).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



6.3.6 Откройте вкладку "Информация", в соответствующем окне появляются данные о внутренней программе контроллера хроматографа, типе самого контроллера и реквизиты, в т.ч. и адрес, разработчика программы НПФ "Мета-хром".

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



6.3.7 Нижний ряд кнопок окна выполняет следующие функции:
- "Чтение" - чтение информации, записанной в память контроллера хроматографа;
- "Запись" - запись заданной информации в память контроллера хроматографа;
- "Восстановить" - восстановить информацию, записанную в память контроллера самой программой по умолчанию;
- "Выход" - выход из программы.

В окне "Состояние" приведено текущее состояние хроматографа в момент действия программы "Конфигуратора".

В нижней строке приведены номер Com-порта, к которому подключен программируемый хроматограф, и тип аналитического модуля, установленного на хроматограф (для справки).

7 Работа с программой

7.1 Общие положения

7.1.1 В зависимости от того, когда производится работа с программой, различают два режима работы: первоначальный запуск программы и ежедневную работу.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Первоначальный запуск программы производится после первого включения хроматографа, замены старой версии программы на более новую, замены аналитического модуля на хроматографе или хроматографической колонки и включает в себя следующие операции:

- настройка печати (п.7.2);
- первоначальные настройки программы (п.7.3);
- задание конфигурации хроматографа (п.7.4);
- создание метода анализа (п.7.5), при необходимости пакета методов (п.7.13);
- запуск метода анализа (п.7.6);
- проведение анализа (п.7.7);
- работа с хроматограммой (п.7.8);
- редактирование хроматограммы при необходимости (п.7.9) и идентификация компонентов (п.7.10);
- градуировка хроматографа (п.7.11);
- протоколирование (распечатка) результатов анализа (п.7.12).

Ежедневная работа с программой при рутинных анализах включает в себя операции:

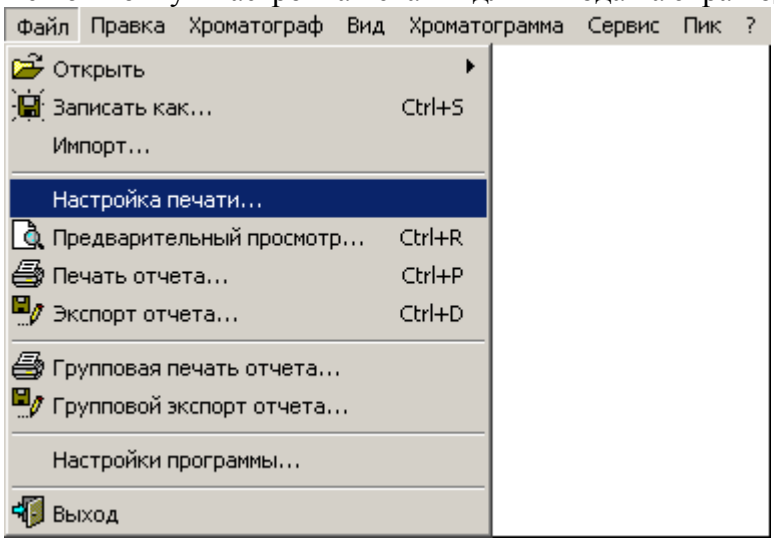
- запуск метода анализа (п.7.6);
- проведение анализа (п.7.7);
- протоколирование (распечатка) результатов анализа (п.7.12).

Отдельные операции, если в них по решению пользователя нет необходимости, могут не проводиться или проводиться частично. Большая часть предварительных операций проводится наладчиком на этапе ввода хроматографа в эксплуатацию

7.2 Настройка печати

7.2.1 Настройка печати производится после первоначального запуска программы или после замены принтера на принтер другого типа (при этом в компьютер должны быть установлены драйверы нового принтера).

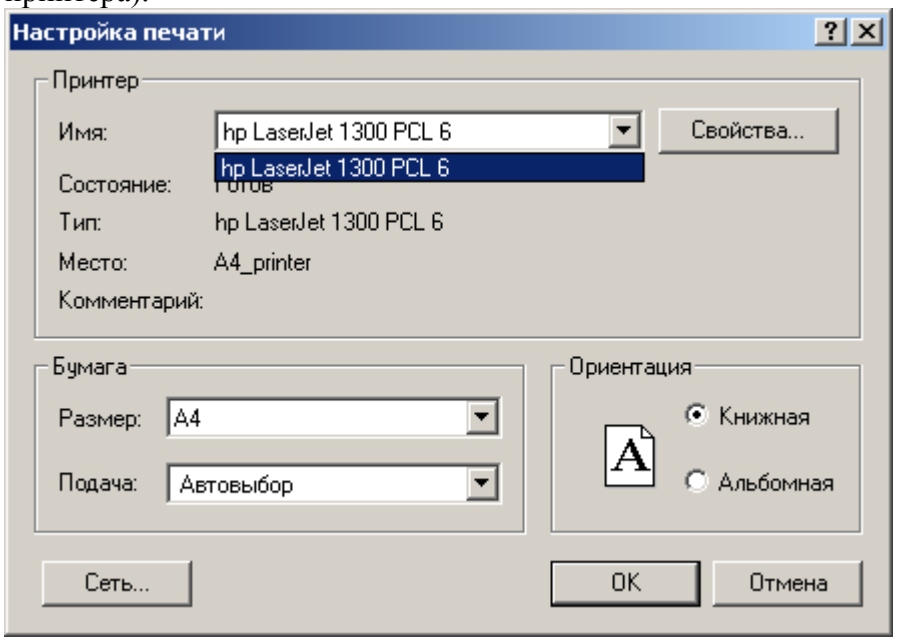
7.2.2 Нажмите последовательно кнопку "Файл" в меню приложений и в открывшемся меню кнопку "Настройка печати" для вывода на экран одноименного окна.



7.2.3 В данном окне установите режим работы принтера:

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

- "имя" принтера, который в данный момент подключен к компьютеру (выберите соответствующую строку из предлагаемого перечня);
- размер листа бумаги, на котором намечена распечатка протокола ("Размер");
- ориентация листа бумаги для подшивки (книжная или альбомная);
- тип подачи бумаги;
- свойства принтера для распечатки (при необходимости, в зависимости от типа принтера).



Запись выбранных параметров в память компьютера здесь и далее производится только после нажатия кнопки "ОК". После нажатия кнопки "Отмена" происходит стирание записанных параметров.
При наличии в составе комплекса матричного принтера следует обратить внимание на требования раздела "Требования к оборудованию".

7.3 Начальные настройки

7.3.1 После установки программы на компьютере и ее запуска, необходимо выполнить начальные установки в программе. Эта операция выполняется один раз после первого запуска программы для того, чтобы настроить программу под конкретный хроматограф (хроматографы, если их несколько). В дальнейшем настройки могут изменяться по мере необходимости по решению пользователя.
7.3.2 Нажмите кнопку "Файл" в меню приложений и в открывшемся меню кнопку "Настройки программы" для вывода на экран окна "Настройки программы" с вкладкой "Общие" (см. п.7.2.2).
7.3.3 При активизации кнопок вкладки "Общие", выполняются соответствующие функции:
- "Один пользователь за компьютером" - распространение фамилии оператора на все бланки протоколов;

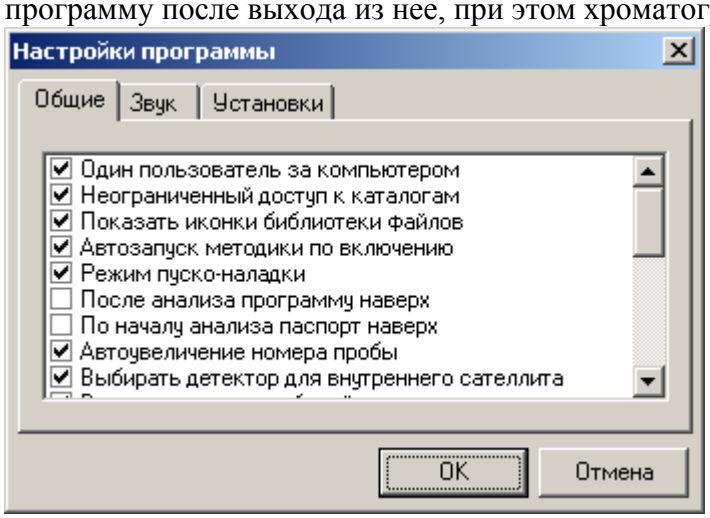
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

- "Неограниченный доступ к каталогам" - обеспечение доступа к файлам, в т.ч. хроматограмм, находящимся вне каталога рабочей программы (на любом диске компьютера);
- "Показать иконки библиотеки файлов" – включение в меню приложений программы иконок "Библиотека методов" и "Библиотека хроматограмм";
- "Автозапуск методики по включению" – запуск последнего метода анализа из окна "Запуск анализа" после запуска программы или при возврате в программу после выхода из нее, при этом хроматограф должен быть включен (интервал действия функции задается в п.7.3.6);
- "Режим пуско-наладки" – проведения наладки и диагностики хроматографа при ремонтных работах (см. п.8.10);
- "После анализа программу наверх" - выход программы поверх других открытых программ по окончании анализа на хроматографе (при работе с программой в фоновом режиме) для просмотра результатов анализа;
- "По началу анализа паспорт наверх" - выход окна "Паспорт" поверх других открытых окон при вводе пробы в хроматограф и нажатии кнопки "Старт" для его заполнения;
- "Автоувеличение номера пробы" - автоматическое увеличении номера пробы в окне "Запуск анализа, вкладке "Паспорт" (сквозная нумерация проб/анализов без участия оператора);
- "Выбирать детектор для внутреннего сателлита" - выбор любого канала для записи хроматограммы на сателлите (втором параллельном канале хроматографа).

Кроме указанных на рисунке вкладки, имеются следующие функции:
- "Выводить журнал событий в хроматограмме" - вывод в специальный журнал возникших в процессе анализа неисправностей хроматографа;
- "Упрощенная печать" - режим печати для матричного принтера;
- "Одно окно видеосамописца" - вывод видеосамописцев всех подключенных к компьютеру хроматографов в одно окно;
- "Защита программы" - возможность защиты программы отдельными пользователями по введенному ими паролю (см раздел 5.9);
- "Показать градуировочные коэффициенты" - возможность распечатки градуировочных коэффициентов, закрытых для пользователя в обычном режиме;
- "Настройки таблиц брать из метода" - таблица результатов анализа приведены согласно требований метода расчета;
- "Показать иконку удаления хроматограммы" - вывод иконки для удаления рассматриваемой хроматограммы в меню приложений (за иконкой "Обработать");
- "Имя хроматограммы автоматически по дате" - вывод имени хроматограммы из десяти символов (по два), обозначающих год, месяц, число, час, минуту;
- "Ручное задание этапа анализ" - вывод кнопки (после кнопок "конец серии анализов") в окне "Запуск анализа", по нажатию которой можно начать хроматографический анализ не подходя к хроматографу, например, запись шумов детектора;
- "Выводить время удерживания с именем компонента" - вывод времени удерживания рядом с именем компонента;
- "Показать иконку видеосамописца" - вывод в меню приложений иконки "Видеосамописец" рядом с иконкой "Состояние";
- "Хроматограммы записывать в папки по дням" - записывать хроматограммы в папки,

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

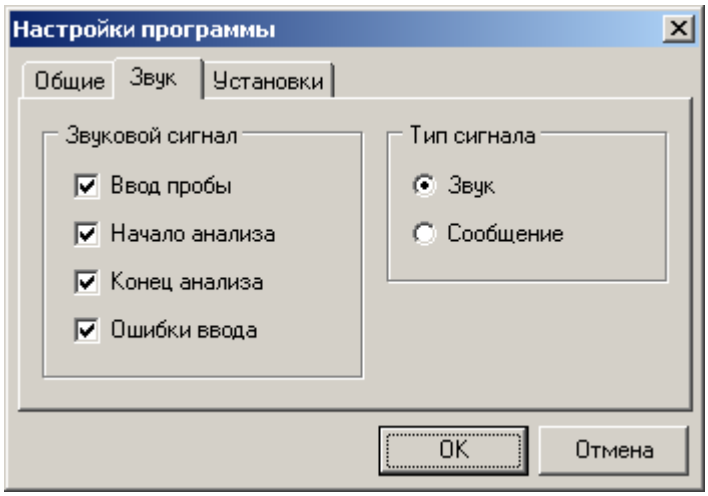
обозначенные датой проведения данного анализа;
- "Использовать мониторинг связи" - используется наладчиками НПФ "Мета-хром" для выяснение причин неисправностей и сбоев при обмене информацией между хроматографом и компьютером (в основном, при выпуске из производства или неисправности компьютера);
- "Использовать пакеты методик" - возможность задания последовательности выполнения любого количества методов, в т.ч. в циклическом режиме;
- "Автозапуск пакета методик по включению" - запуск последнего пакета методов анализа из окна "Запуск пакета" после запуска программы или при возврате в программу после выхода из нее, при этом хроматограф должен быть включен.



7.3.4 Откройте вкладку "Звук", при активизации кнопок которой компьютер будет подавать звуковой сигнал при наступлении следующих событий (этапов работы хроматографа):
- "Ввод пробы" - выход хроматографа на этап "Ввод пробы" (все параметры в норме, хроматограф готов к вводу пробы);
- "Начало анализа" - после ввода пробы и нажатия кнопки "Старт" (переход хроматографа на этап "Анализ");
- "Конец анализа" - после окончания анализа и перехода хроматографа на этап "Продувка" или "Подготовка";
- "Ошибки ввода" - при обнаружении программой ошибочного ввода пользователем параметров или команд хроматографа.

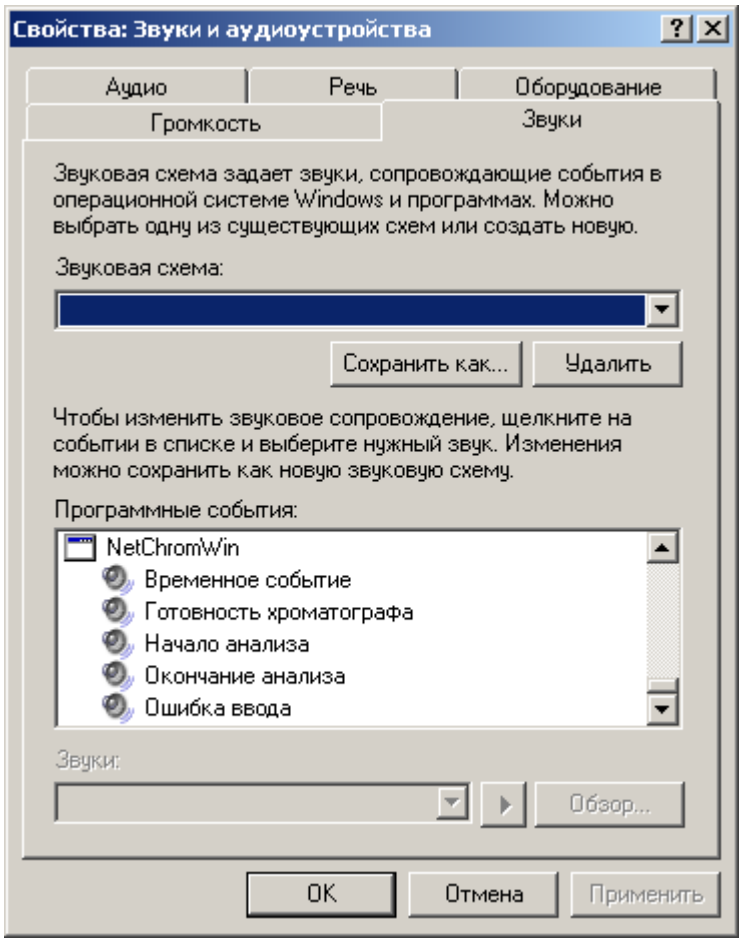
Кроме того здесь устанавливается "Тип сигнала" – "Звук" или "Сообщение" - соответственно вывод звукового сигнала на "спикер" компьютера или на звуковую плату компьютера и звуковые колонки при их наличии (голосовое сообщение).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

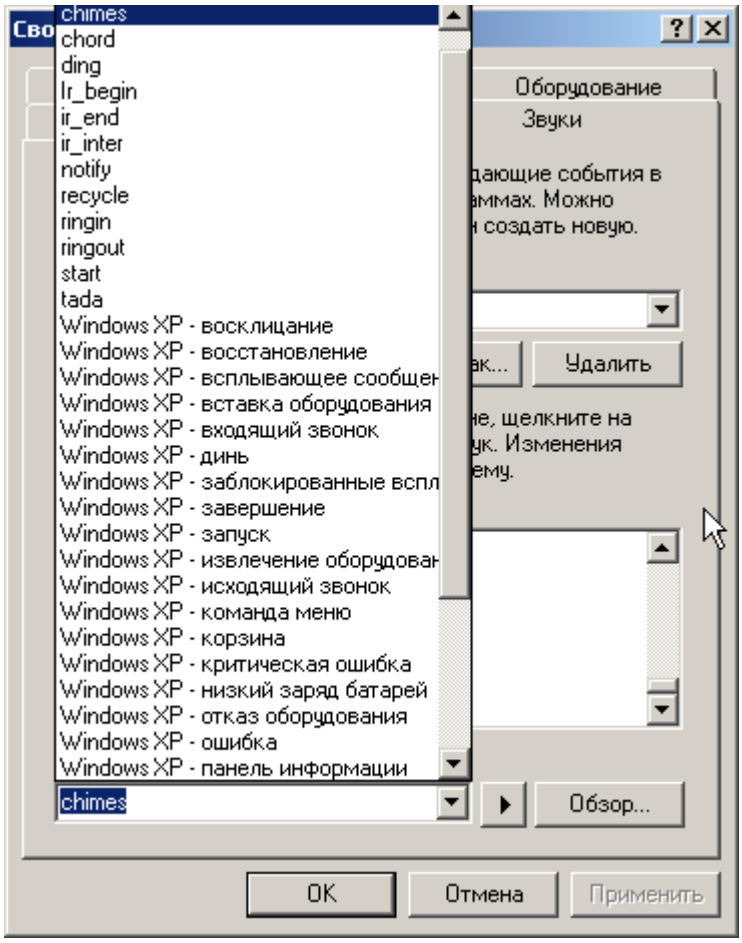


7.3.5 Каждому событию может быть присвоен звуковой сигнал из коллекции "Windows". Для этого последовательно нажмите кнопки из командной строки "Windows": "Пуск", "Настройка", "Панель управления", "Звуки и аудиоустройства", "Звуки". Найдите каталог программы "NetChromWin", выбирите последовательно события и для каждого события - звук из каталога "Звуки". Любому программному событию может быть присвоен любой звук из коллекции "Windows" или из своей собственной (звук должен иметь формат *.wav) Применение выбранных звуков производится после перезагрузки программы "NetChromWin".

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

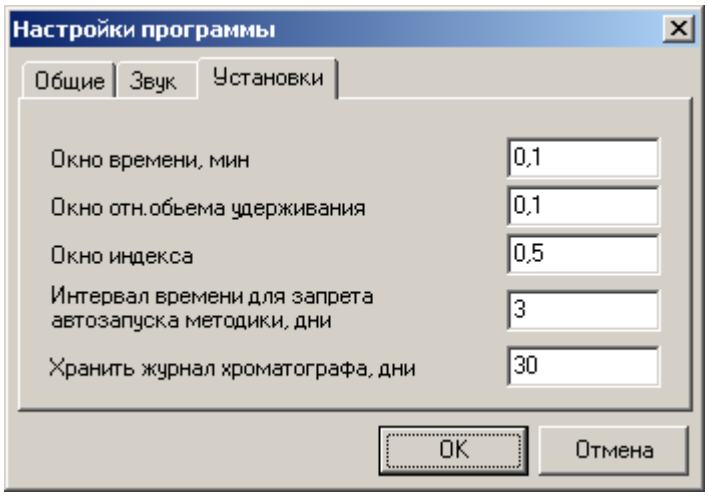


Если на компьютере была произведена переустановка программы "NetChromWin", то необходимо повторить операции согласно п.7.3.5.

7.3.6 Откройте вкладку "Установки", в которой установите начальные размеры окон для идентификации компонентов:

- окна времени удерживания (в мин);
- окна относительного объема удерживания (в относительных единицах);
- окна индекса удерживания (в единицах индекса);
- интервал времени, после истечения которого перестает действовать функция автоматического запуска метода анализа после входа в программу и включения хроматографа (дни);
- интервал времени, в течение которого производится запись в журнал событий хроматографа (дни).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

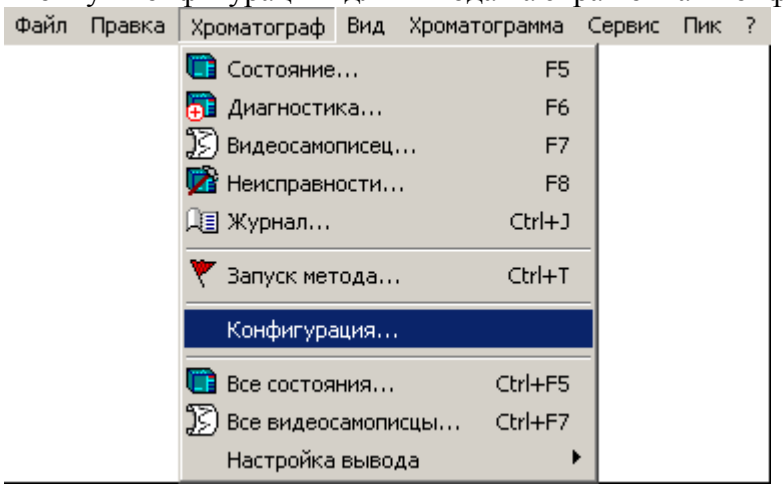


7.3.7 После заполнения всех вкладок нажмите кнопку "ОК" для записи выбранных режимов настройки программы в компьютер или "Отменить" для отмены введенных параметров.

7.4 Конфигурация

7.4.1 Установка конфигурации хроматографа (хроматографов, если их несколько) выполняется один раз после первого запуска программы для того, чтобы настроить программу под конкретный хроматограф. В дальнейшем настройки конфигурации могут изменяться пользователем по мере необходимости, чаще всего при замене аналитического модуля, при установке новой версии программы или модернизации хроматографа.

7.4.2 Нажмите кнопку "Хроматограф" в меню приложений и в открывшемся меню кнопку "Конфигурация" для вывода на экран окна "Конфигурация хроматографа".

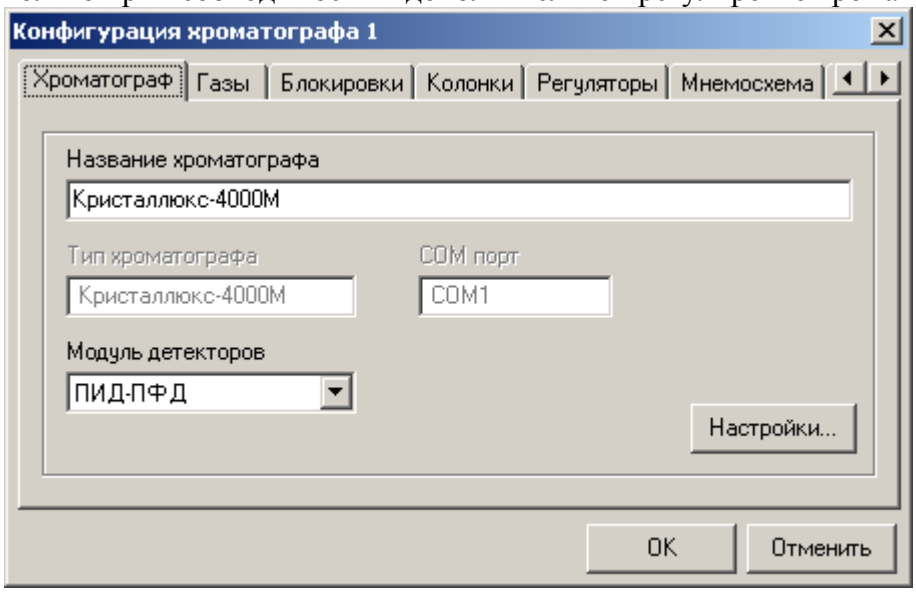


7.4.3 На экране появится окно "Конфигурация хроматографа" с вкладкой "Хроматограф", в которой установите (запишите):

- название хроматографа для протокола;
- тип аналитического модуля, который установлен на хроматограф из перечня "Модуль

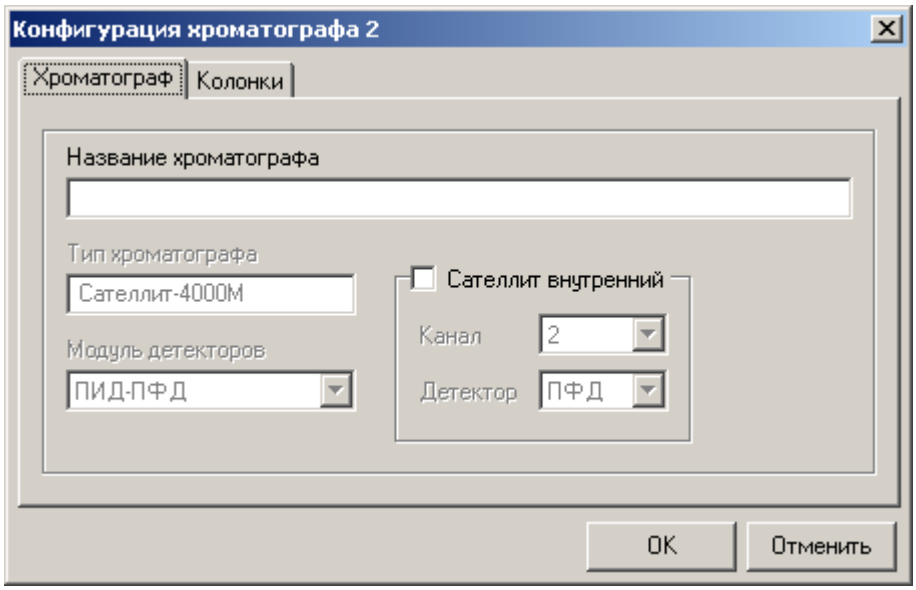
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

детекторов", открываемого кнопкой . Если выбранный модуль не соответствует реально установленному на хроматограф, то справа от перечня появится окно "В хроматографе" с названием реально установленного модуля, при соответствующем изменении названия модуля - окно пропадет. На хроматограф могут быть установлены следующие модули: ПИД/ПФД/ЭЗД, ДТП, ПИД/ДТП, ПИД/ПФД, ТИД/ЭЗД, ФИД, ФИД/ЭЗД, ПИД/ПИД, ПИД/ТИД/ЭЗД, ДТП/ДТП, ПИД/ФИД, ПИД/ДТП/ДТП, ПИД/ФИД/ЭЗД, ФИД/ДТП, ПФД/ДТП, ПФД/ДТП/ДТП, ПИД/ПИД/ЭЗД, ПИД/ПИД/ДТП, ПИД/ЭЗД/ЭЗД.
Одновременно в соответствующих строках индицируются:
- тип хроматографа (см. п.1.1, 1.2); установленный согласно п. 6.2.2;
- номер COM-порта, к которому подключен хроматограф, установленный согласно п. 6.2.2.
При нажатии на кнопку "Настройки" хроматограф переходит в режим записи параметров управления хроматографа во флеш-память хроматографа, т.е. в режим "Конфигуратор хроматографа" (см. п.6.3.1). Этой функцией необходимо пользоваться только при необходимости в дополнительной регулировке хроматографа.

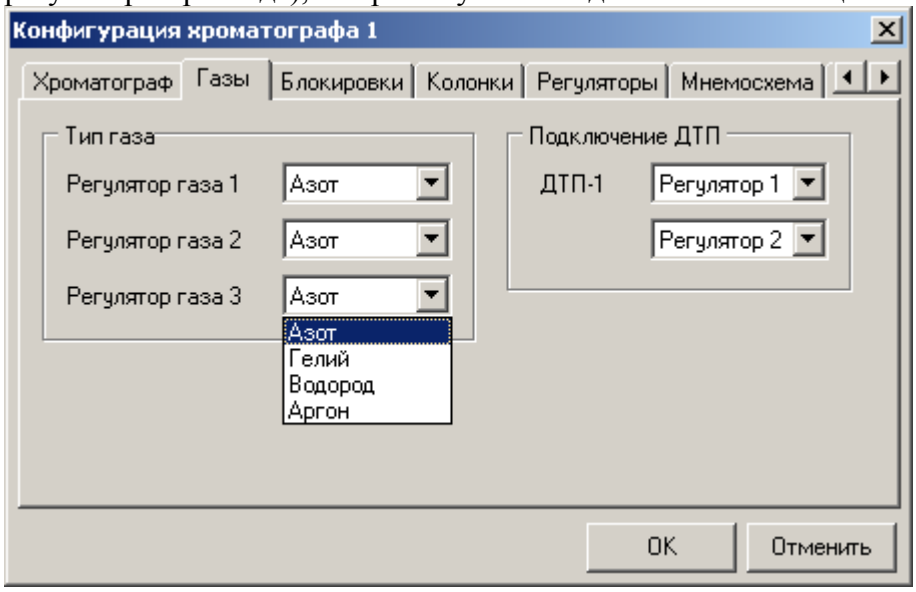


Вид окна "Конфигурация" для хроматографа-сателлита отличается отсутствием большинства вкладок.
Во вкладке хроматограф устанавливается:
- название хроматографа для протокола;
- тип сателлита (внутренний - второй параллельный канал хроматографа, внешний - выход усилителя детектора внешнего хроматографа, подключен к неиспользуемому каналу АЦП хроматографа для автоматической обработки хроматографического сигнала);
- для внешнего сателлита предусмотрено назначение канала АЦП хроматографа, к которому подключен внешний сателлит, и название детектора для протокола.
Вкладка "Колонки" заполняется аналогично п.7.4.6.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.4.4 Откройте вкладку "Газы", в которой установите типы газа-носителя, подаваемые на вход каждого регулятора расхода РРГ1 – РРГ-3 (РРГ-4 при его подключении) – азот, гелий, водород или аргон. Доступ к типам газа открывается после нажатия кнопки . В модулях, содержащих детекторы по теплопроводности (ДТП), кроме того, в разделе "Подключение ДТП" выбирите регуляторы расхода газа, от которых газ-носитель поступает на соответствующие ячейки детектора, для контроля протекания газа и защиты чувствительных элементов (спиралей) детектора. Если подключение ДТП задано неправильно (указаны одни регуляторы расхода, а расход задан по другим регуляторам расхода), то при запуске метода появится сообщение об ошибке.

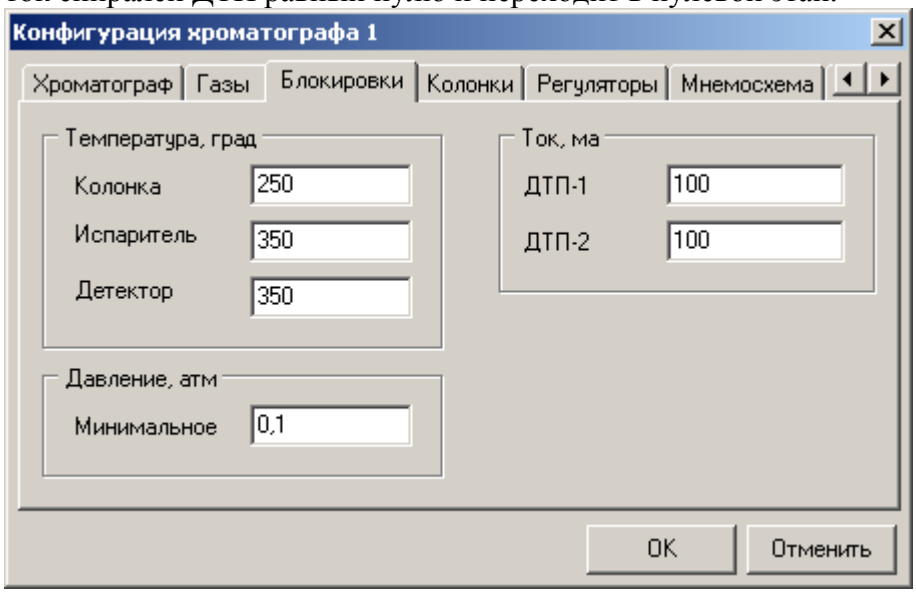


7.4.5 Откройте вкладку "Блокировки", в которой установите:
- максимальные температуры в термостатах колонок, испарителя и детектора;
- минимальное давление на выходе регулятора давления;
- максимальный ток спиралей ДТП (детекторов по теплопроводности).

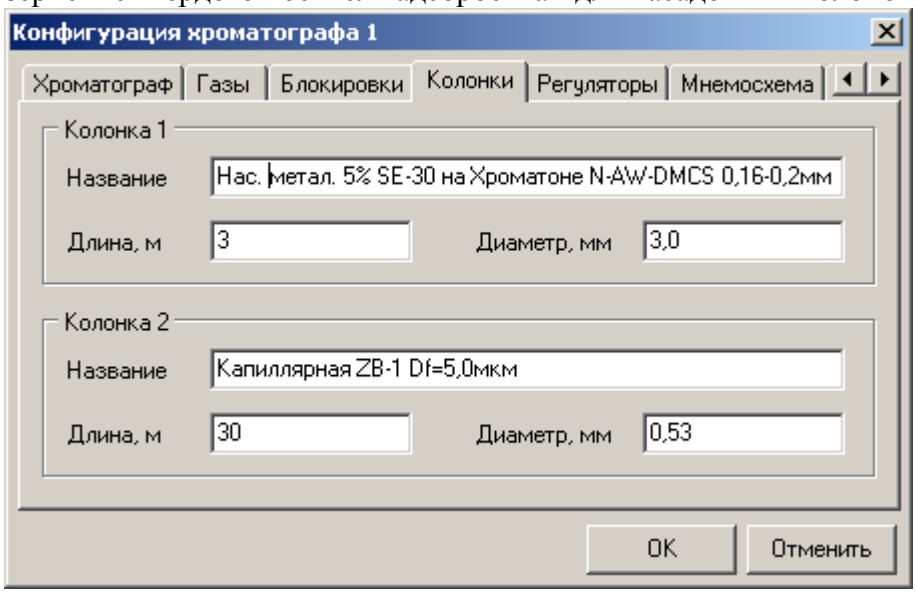
При превышении максимальных значений температур и тока, а также при давлении

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

ниже минимального значения, программа отключает нагрев всех термостатов, задает ток спиралей ДТП равный нулю и переходит в нулевой этап.



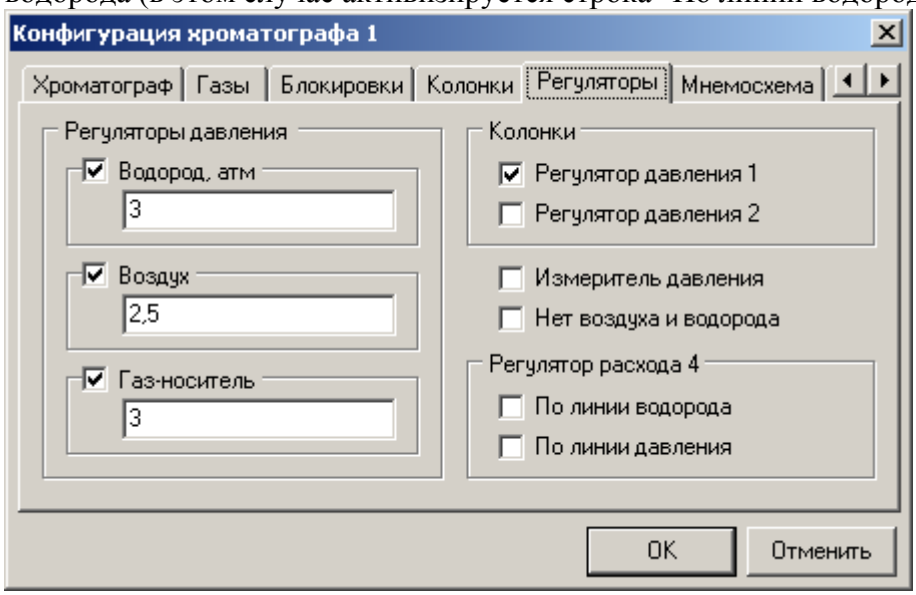
7.4.6 Откройте вкладку "Колонки", в которой запишите типы и наименования установленных в термостат колонок, их длину (L в м), внутренний диаметр (i.d. в мм), толщину пленки жидкой фазы (Df в мкм) для капиллярных колонок, и тип адсорбента, объем нанесенной на твердый носитель жидкой фазы (в %) от массы носителя, а также зернение твердого носителя адсорбента - для насадочных колонок.



7.4.7 Откройте вкладку "Регуляторы", в которой установите необходимые режимы и устройства:
- "Регуляторы давления" ("Водород", "Воздух", "Газ-носитель") - активизируются соответствующие строки и задаются давления на выходе соответствующих регуляторов, которые являются входными для соответствующих регуляторов расхода;
- "Колонки" - при подключении одной капиллярной колонки активизируется строка "Регулятор давления 1", при установке двух капиллярных колонок активизируются обе

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

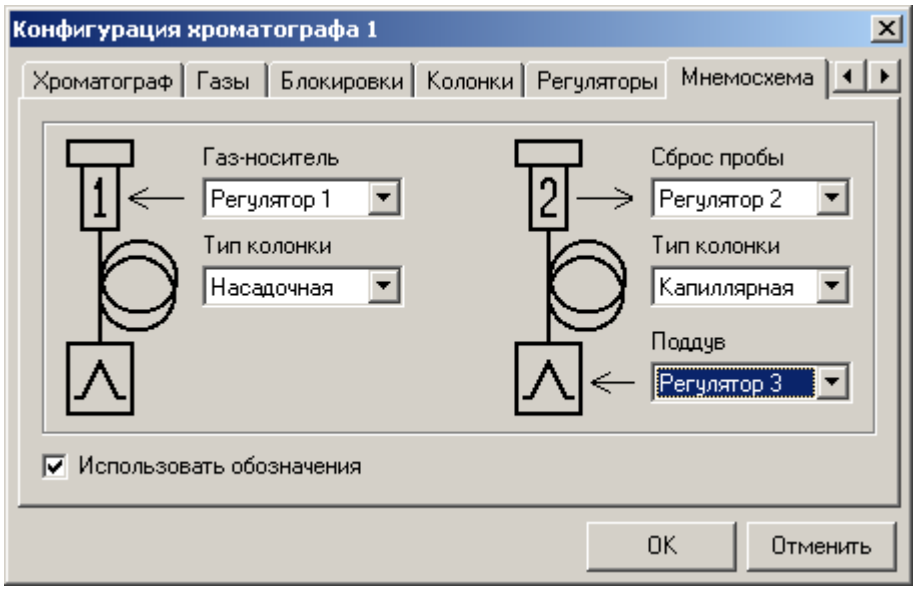
строки "Регулятор давления 1, 2", при этом в качестве второго регулятора давления используется регулятор с линии "Воздух", соответственно автоматически снимается активизация строки "Воздух";
- "Измеритель давления" – строка активизируется, если в хроматографе установлен электронный измеритель давления (используется в моделях с ДТП);
- "Нет воздуха и водорода" – строка активизируется, если в хроматографе не установлены пламенные детекторы и выводить соответствующие строки в окно "Состояние хроматографа" нецелесообразно;
- "Регулятор расхода 4" – строка активизируется, если в хроматографе установлен четвертый регулятор расхода либо вместо регулятора (измерителя) давления (в этом случае активизируется строка "По линии давления"), либо вместо регулятора расхода водорода (в этом случае активизируется строка "По линии водорода").



7.4.8 Откройте вкладку "Мнемосхема", в которой выбирите схемы подключения колонок в обоих каналах разделения пробы:
- "Тип колонки" – капиллярная или насадочная, в зависимости от установленной в соответствующий испаритель;
- номера регуляторов расхода ("Регулятор 1, 2, 3"), подключенных для выполнения функций либо задания расхода газа-носителя (для насадочных колонок), либо реализации сброса пробы (для капиллярной колонки), либо поддува газа в детектор (при использовании капиллярной колонки) и др.;
- "Использовать обозначения" – при активизации данной строки, названия регуляторов расхода во окне "Состояние" переименовываются в соответствии с указанным выполнением функций.

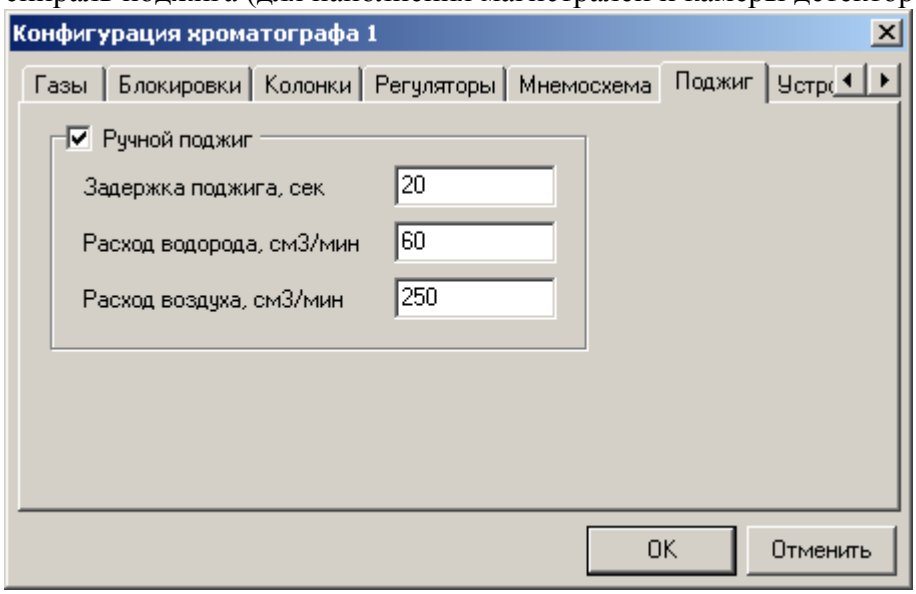
Доступ к типам колонок и регуляторам расхода открывается после нажатия кнопки

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



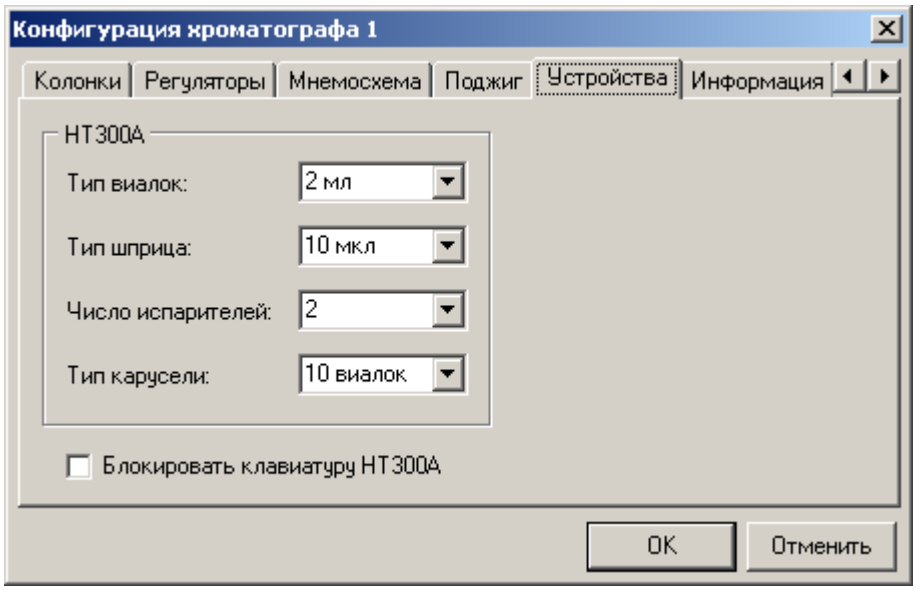
7.4.9 Откройте вкладку "Поджиг", доступ к которой появляется после нажатия кнопки ▸.

При активизации строки "Ручной поджиг", хроматограф, при поджиге пламени, будет устанавливать значения расходов водорода и воздуха, указанные в соответствующих строках ("Расход водорода", "Расход воздуха"). В строке "Задержка поджига" задается время, от достижения расходом водорода заданного значения до подачи тока на спираль поджига (для наполнения магистралей и камеры детектора водородом).



7.4.10 Откройте вкладку "Устройства", в которую записываются параметры внешнего устройства, считанные программой из памяти устройства, например, автоматического дозатора жидких проб НТ300А.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



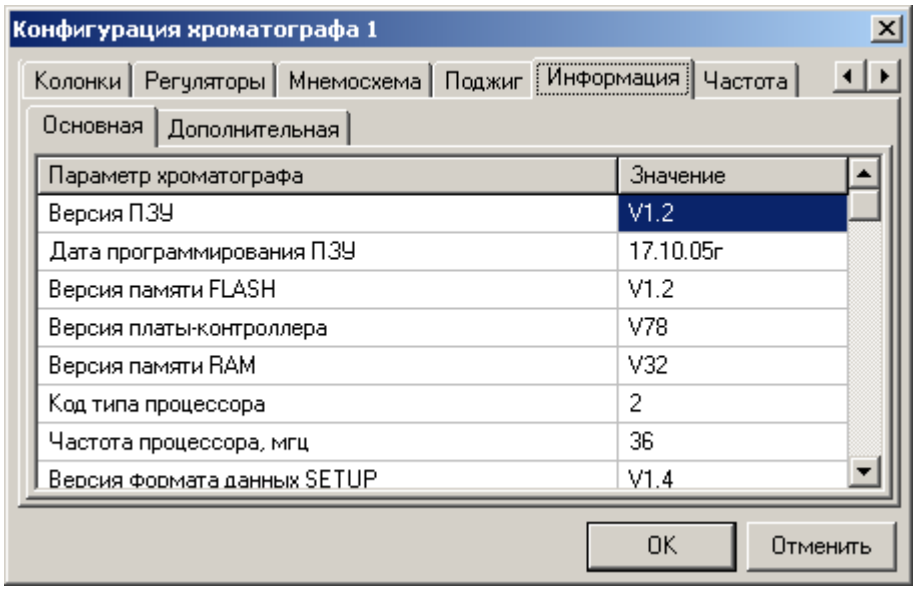
Здесь же можно заблокировать клавиатуру внешнего устройства на время выполнения им заданной программы, путем активизации соответствующей строки.

7.4.11 Откройте вкладку "Информация", в которой указана информация о записанной в память контроллера хроматографа программе управления на двух вкладках "Основная" и "Дополнительная".

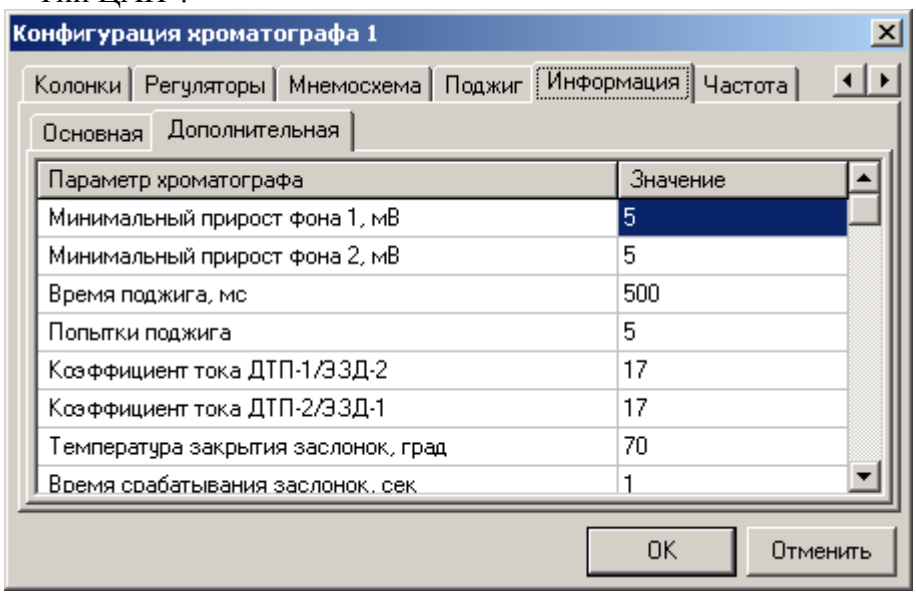
Кроме указанных на рисунке вкладки "Основная", имеются следующие записи о подключенных (установленных) устройствах:

- "Регулятор давления газа-носителя";
- "Регулятор давления водорода";
- "Регулятор давления воздуха";
- "Регулятор давления капиллярной колонки 1";
- "Регулятор давления капиллярной колонки 2";
- "Измеритель давления";
- "Регулятор расхода водорода";
- "Регулятор расхода воздуха";
- "Регулятор расхода 4 по линии регулятора водорода";
- "Регулятор расхода 4 по линии регулятора давления 1";
- "Кран обратной продувки";
- "Переключающий кран";
- "Термостат испарителей";
- "Термостат детектора"
- "Частота измерения, Гц";
- "Канал измерения 1";
- "Канал измерения 2";
- "Канал измерения 3".

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

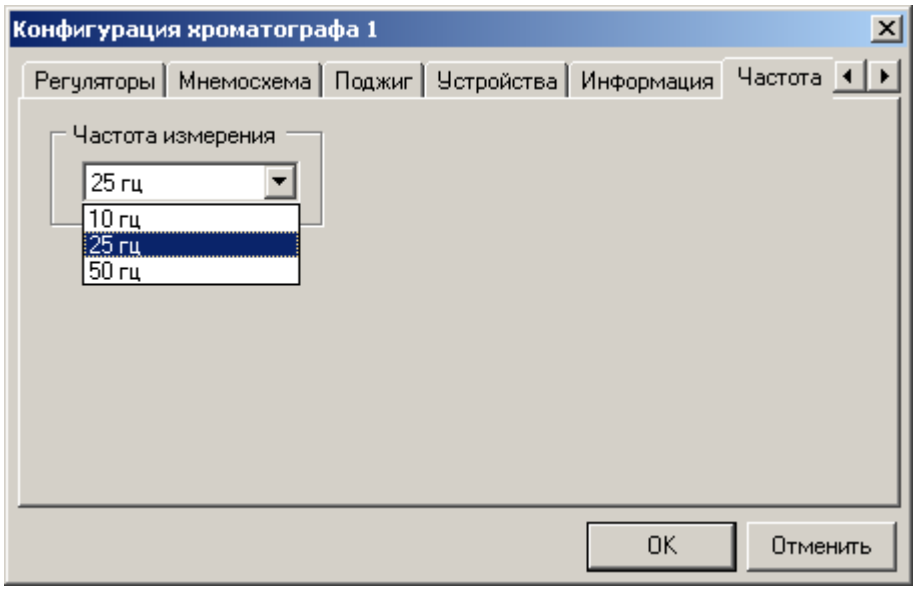


Кроме указанных на рисунке вкладки "Дополнительная", имеются следующие записи о численных значениях параметров программы управления:
- "Тип заслонок";
- "Тип ЦАП".



7.4.12 Откройте вкладку "Частота", в которой выбирается частота передачи информации из контроллера хроматографа программе управления в компьютер. Частота 10 Гц выбирается при работе с насадочными колонками, при этом шумы АЦП - минимальные. Частота 25 Гц выбирается при работе с капиллярными колонками. Частота 50 Гц выбирается при работе с поликапиллярными колонками, при этом шумы АЦП - максимальные. Изменение частоты доступно на "нулевом" этапе работы хроматографа. Доступ к первым вкладкам окна осуществляется при нажатии кнопки .

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

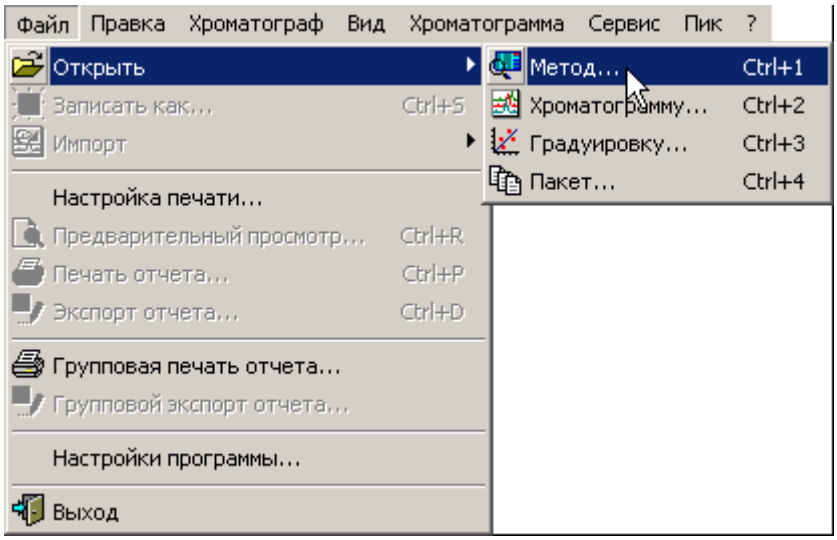


7.4.13 После заполнения всех вкладок нажмите кнопку "ОК" для записи выбранных режимов настройки программы в компьютер или "Отменить" для отмены введенных параметров.

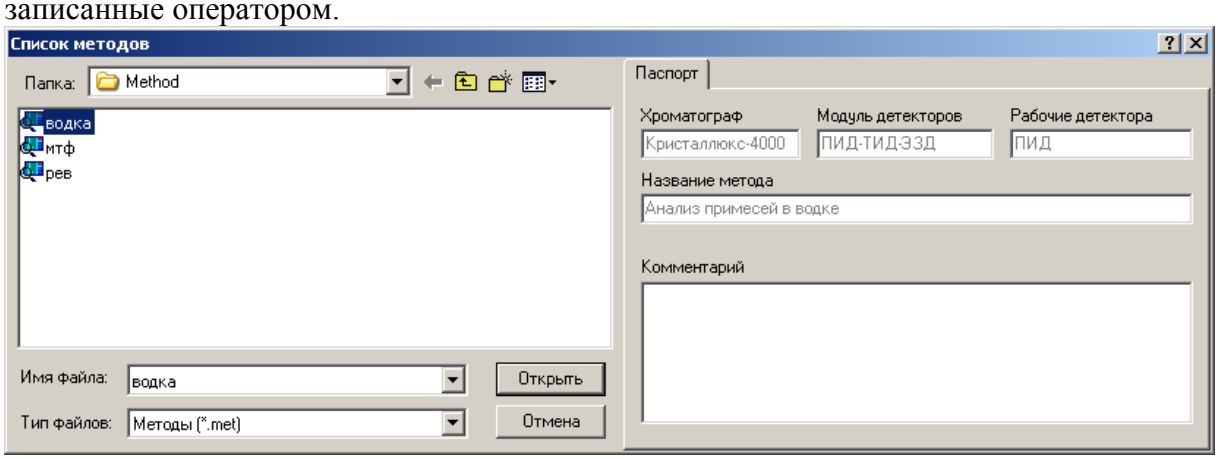
7.5 Создание метода

7.5.1 Метод анализа – это совокупность параметров, необходимых для проведения анализа вещества или смеси веществ из нескольких компонентов, их качественной идентификации и количественной обработки (расчета).
Метод анализа обязательно должен иметь имя и содержать параметры режимов работы хроматографа. Кроме того, в нем содержатся сведения о компонентах, анализируемых в данном методе, их градуировочные характеристики (если это предусмотрено расчетом), параметры обработки хроматограммы для разметки пиков, параметры управления дополнительными устройствами, информационные данные и другое.
Для занесения в память метода выполнения анализа необходимо выполнить следующие операции.
7.5.2 Для доступа к методам нажмите последовательно кнопки "Файл", "Открыть" и "Метод", или и "Метод", или иконку , или клавиши Ctrl+1 на клавиатуре компьютера.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

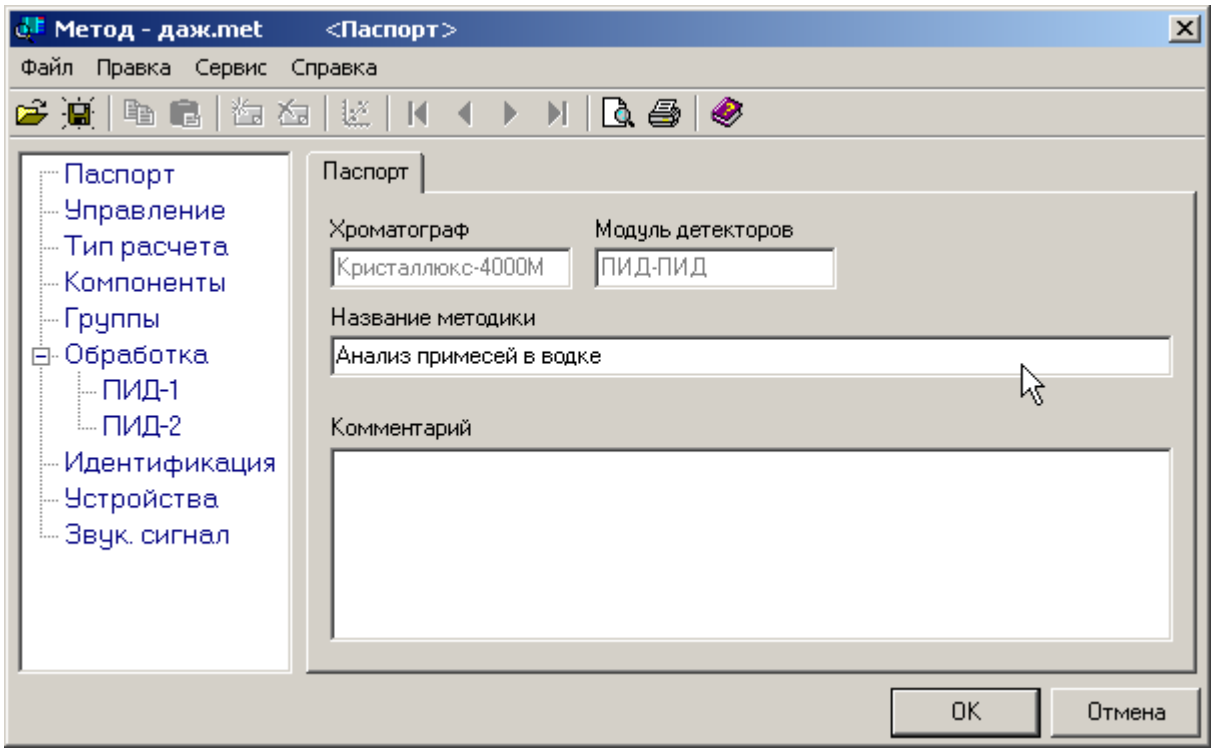


7.5.3 На экране появится окно "Список методов". Для создания нового метода введите в строке "Имя файла" название файла (например, "водка"), под которым новый метод будет храниться в памяти компьютера, причем по умолчанию файлы методов сохраняются в папке "Method" (с номером соответствующего хроматографа) программы и имеют тип (расширение) "*.met". Для входа в этот метод нажмите кнопку "Открыть". Для корректировки или просмотра записанного метода, выбирите его в списке, затем нажмите кнопку "Открыть" или нажмите левую клавишу мыши подряд два раза на выбранной строке. Справа при выборе метода открывается его паспорт для идентификации в списке при выборе. В паспорте отображаются тип хроматографа и модуля, используемые рабочие детекторы, название метода и комментарий к методу, записанные оператором.



7.5.4 После нажатия кнопок согласно п.7.5.3 открывается окно "Метод" - "Управление". В случае необходимости заполнения паспорта метода (см. п.7.5.3) откройте "Метод" - "Паспорт", выбрав в левой колонке разделов метода строку "Паспорт". В открытом окне заполните строки "Название метода" и "Комментарий" для распечатки протокола и идентификации метода в списке при его выборе. Строки "Хроматограф", "Модуль детекторов" заполняются автоматически согласно п.7.4.3.

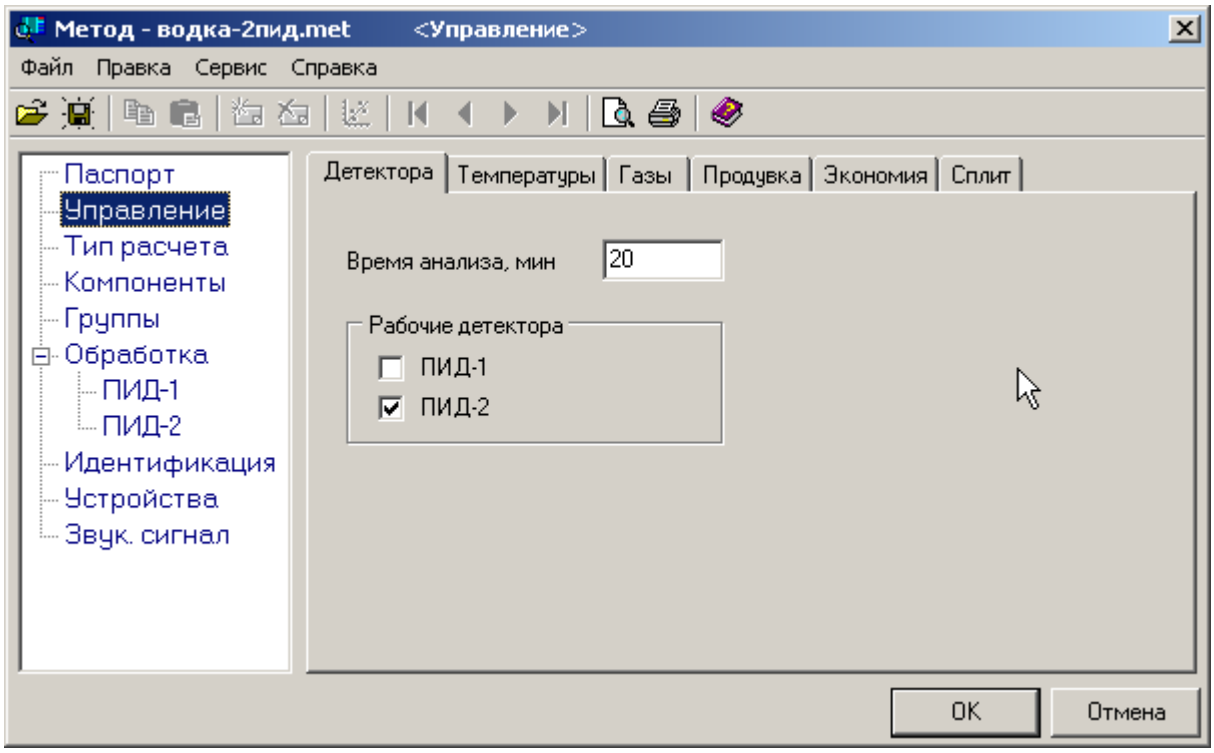
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.5.5 Выберите в левой колонке разделов метода строку "Управление", после чего откроется окно "Метод" – "Управление" с вкладкой "Детектора". В этой вкладке установите:

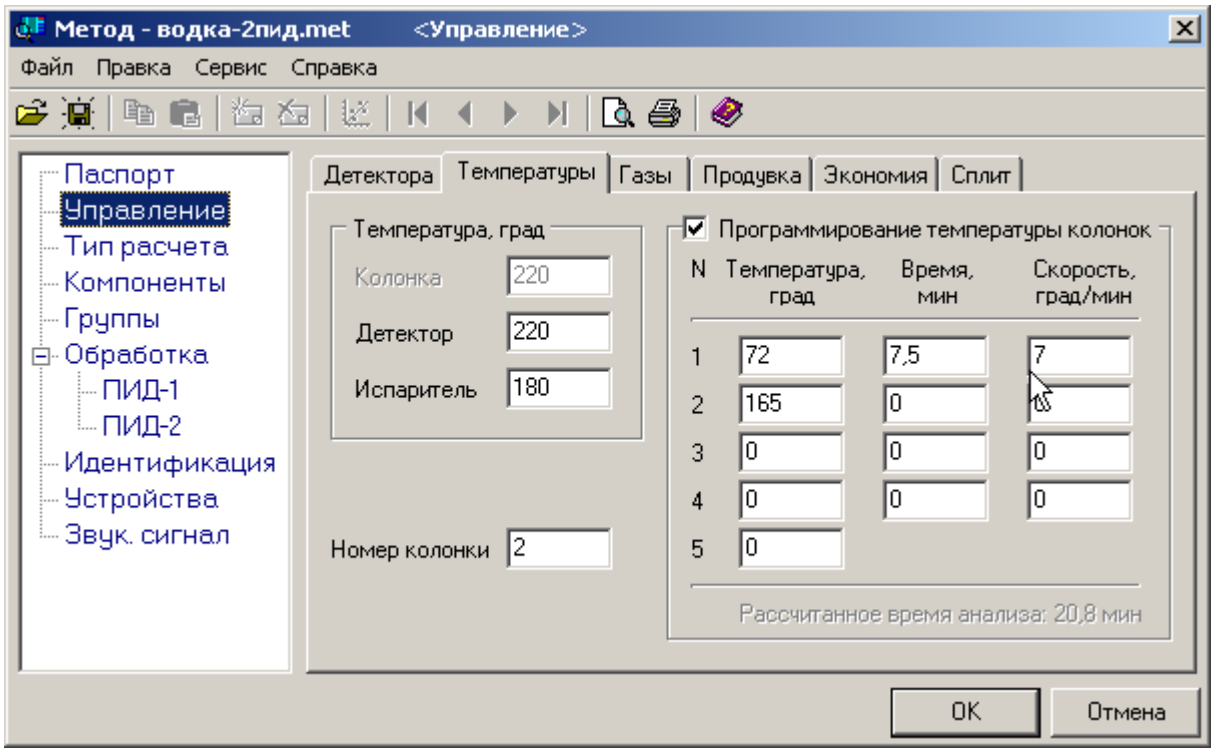
- рабочие детекторы, к которым в модуле подключены хроматографические колонки и с которыми предполагается работа в данном методе;
- время (продолжительность) анализа;
- ток чувствительных элементов ДТП, если в модуле имеется ДТП (два ДТП), в строке "Ток, мА ДТП", диапазон задания тока от 0 до 120 мА, рекомендуемое значение тока – 70 мА;
- чувствительность ЭЗД, если в модуле имеется ЭЗД, в строке "Чувствительность ЭЗД, %", диапазон задания чувствительности от 0 до 100 %, рекомендуемое значение – 50 %.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.5.6 Откройте вкладку "Температуры", в которой задайте:
- температуры термостатов (в ^{o}C) детектора и испарителя, а также колонок, если предусмотрена работа в изотермическом режиме;
- номер аналитического канала разделения ("Номер колонки");
- если предусмотрена работа в режиме программирования температур термостата колонок, задайте температурную программу, которая может содержать до пяти изотермических участков, для этого активизируйте строку "Программирование температуры колонок", при этом строка "Температура, град колонка" в левой части вкладки становится неактивной.

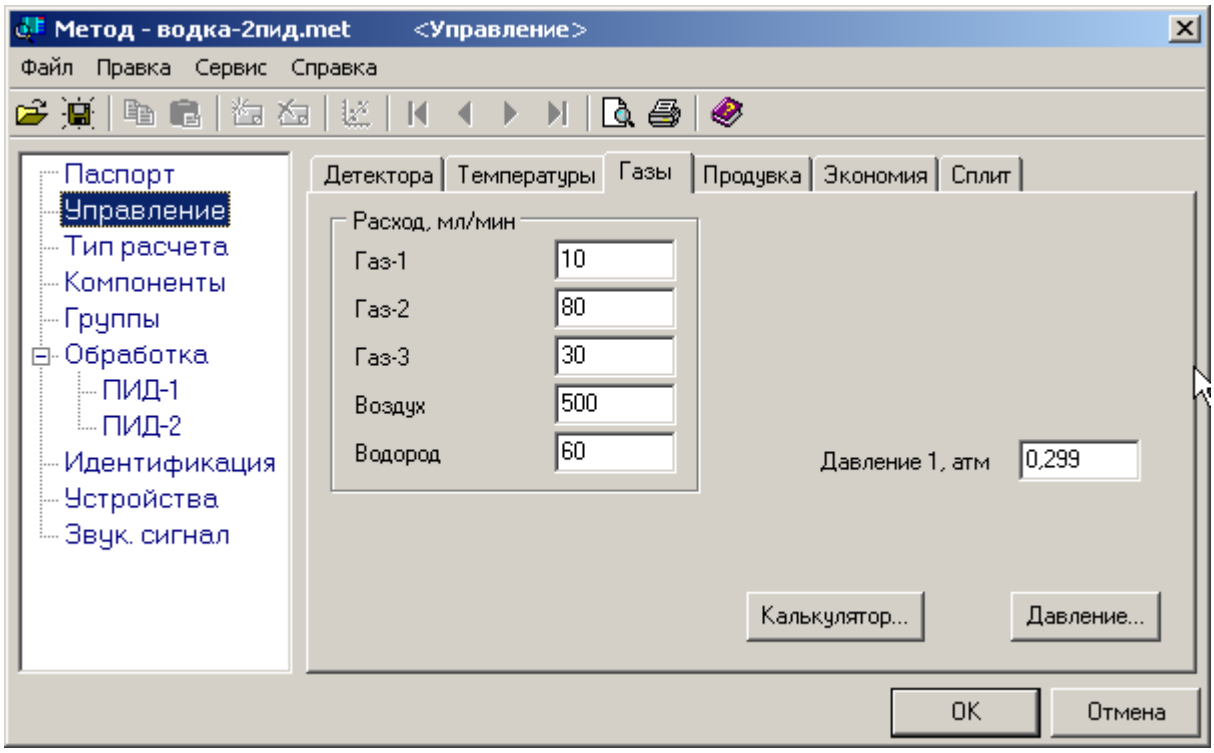
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



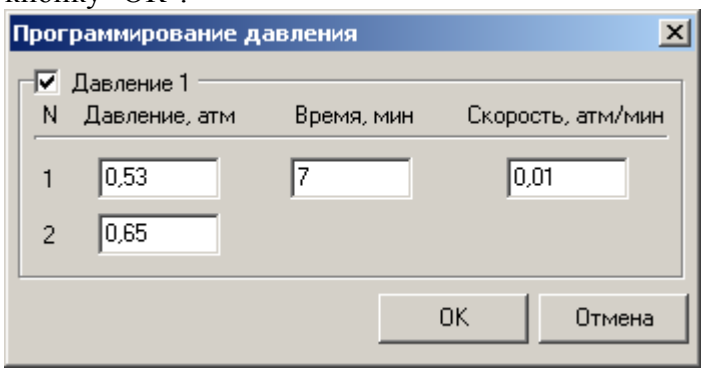
7.5.7 Откройте вкладку "Газы", в которой задайте:
- расходы газа-носителя (в мл/мин) в зависимости от их функционального применения, согласно п.7.4.8 (строки "Сброс1", "Газ-носитель2", "Поддув1");
- расход воздуха (строка "Воздух") для горения соответствующего детектора;
- расход водорода (строка "Водород") для горения соответствующего детектора;
- выходное давление электронного регулятора давления (строка "Давление 1, атм");

В случае, если используются два регулятора давления (см. п.7.4.7) задайте давление в строке "Давление 2, атм".

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

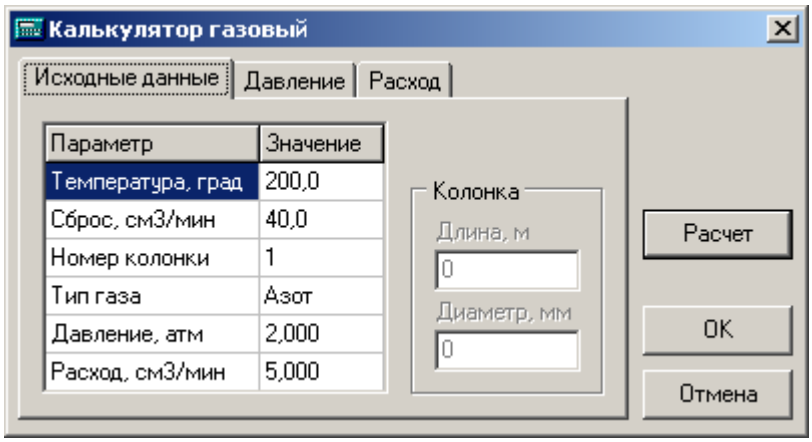


Нажмите во вкладке "Газы" кнопку "Давление", после чего откроется окно "Программирование давления". В этом окне при активизации строки "Давление" задается программирование давления на входе в капиллярную колонку (по одному "Давление 1" или двум каналам "Давление 1" и "Давление 2"). Программирование давления позволяет сохранить постоянство потока газа-носителя через капиллярную колонку при программировании температуры, повысить эффективность разделения, сократить время анализа. После задания режима программирования давления нажмите кнопку "ОК".

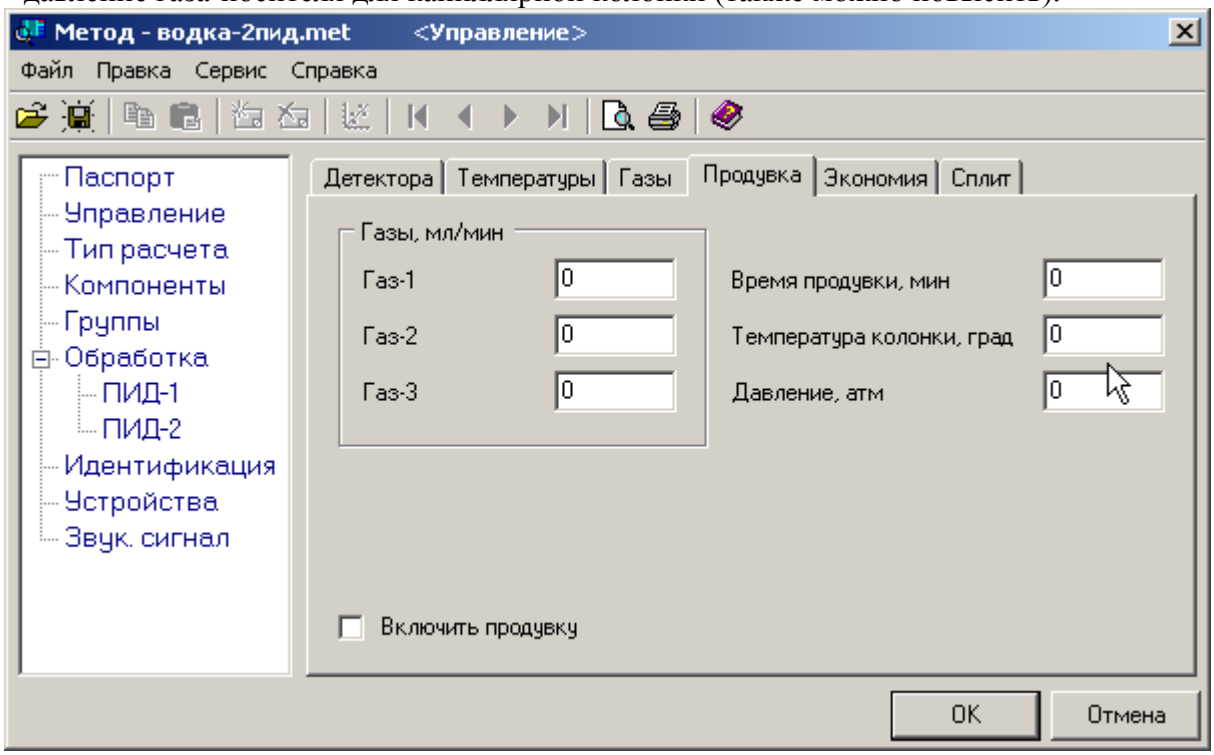


Кнопка "Калькулятор" служит для расчета необходимого давления на входе капиллярной колонки по известному массовому или линейному расходу, а также наоборот (см. п.8.6).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



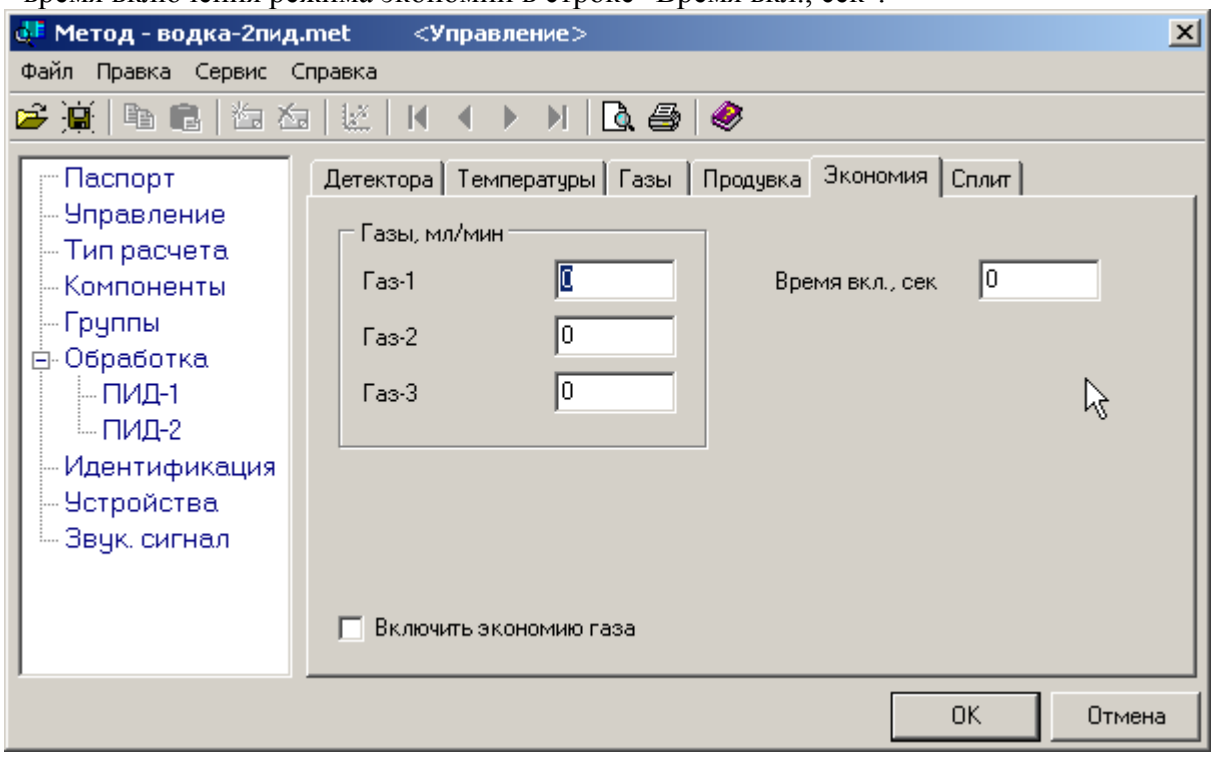
7.5.8 Откройте вкладку "Продувка", в которой при активизации строки "Включить продувку" задаются режимы продувки хроматографа автоматически по окончании анализа:
- расходы газа-носителя по трем каналам (их можно выборочно повысить по сравнению с рабочими расходами);
- время продувки, в мин;
- температура колонки (повышается в режиме продувки);
- давление газа-носителя для капиллярной колонки (также можно повысить).



7.5.9 Откройте вкладку "Экономия", в которой при активизации строки "Включить экономию газа" задаются режимы экономии газа-носителя:
- расход газа-носителя, сброса из капиллярного испарителя в соответствующей строке "Газ-1", "Газ-2", "Газ-3". Проба из испарителя сбрасывается в зависимости от введенного объема за время менее 1 мин, таким образом, дальнейший сброс чистого газа-носителя нецелесообразен;

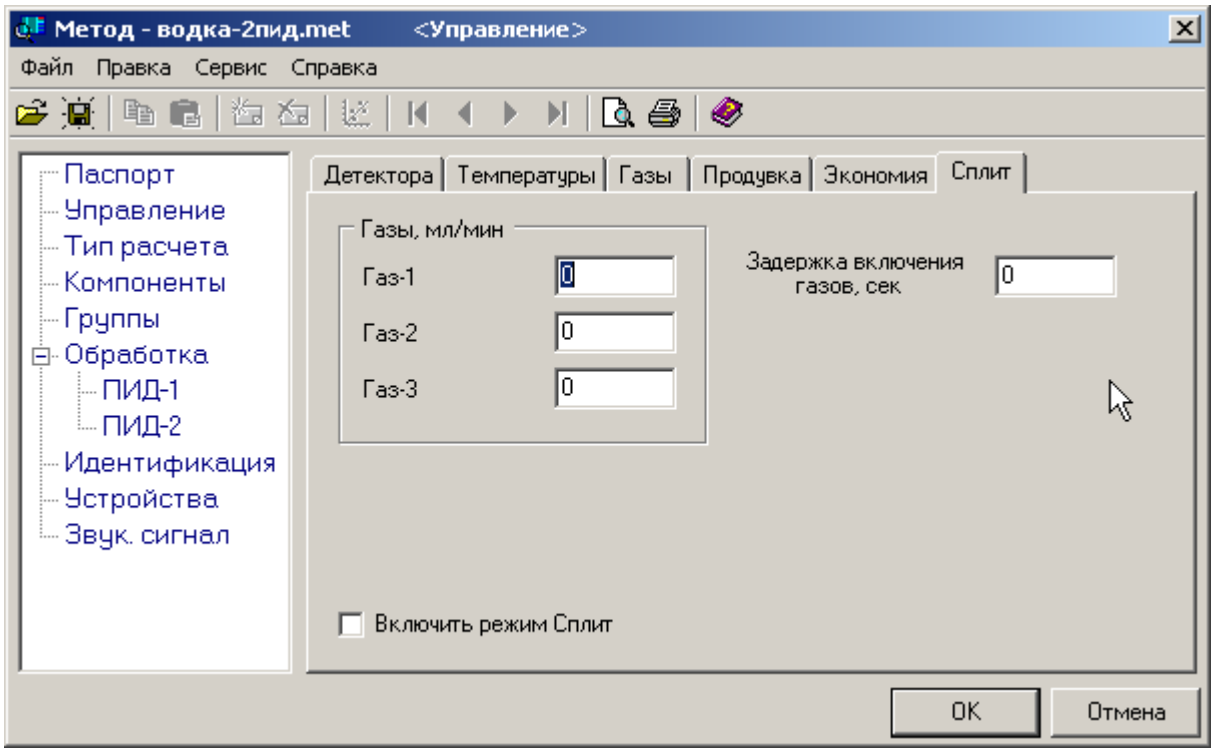
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

- время включения режима экономии в строке "Время вкл., сек".



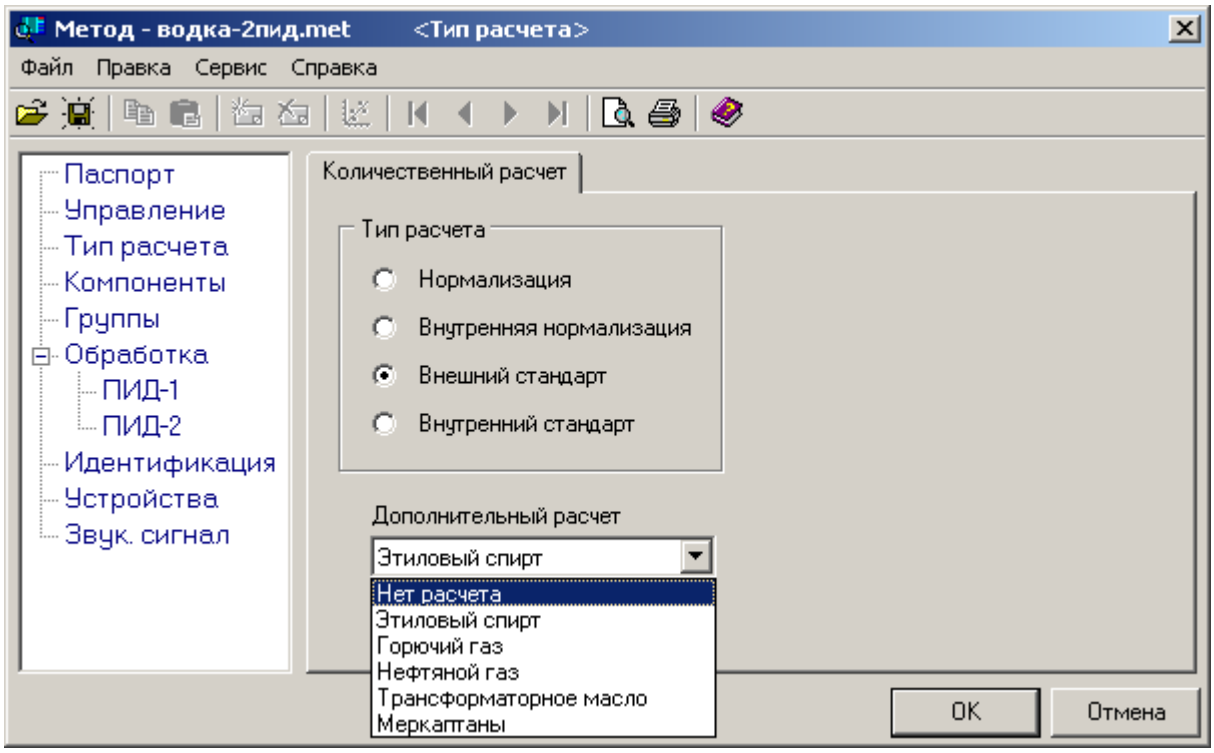
7.5.10 Откройте вкладку "Сплит", в которой при активизации строки "Включить режим Сплит", задается режим задержки сброса пробы из капиллярного испарителя (режим "split-splitless"), а именно:
- расход на сброс равный 0 (отсутствие сброса) или минимальный сброс в соответствующей строке "Газ-1", "Газ-2", "Газ-3";
- задержка включения газов (время включения первоначального расхода сброса после начала анализа).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.5.11 Выбирите в левой колонке разделов метода строку "Тип расчета", после чего откроется окно "Метод" – "Тип расчета" с вкладкой "Количественный расчет". В этой вкладке установите:
- тип расчета;
- дополнительный расчет (в зависимости от типа расчета по предлагаемому перечню) и далее в зависимости от выбранных расчетов остальные строки, например:
- размерность объема пробы;
- размерность величины пробы и результата анализа.
Расчеты производятся согласно формулам приведенным в разделе "Количественный расчет" (п.4.7.1-4.7.6).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



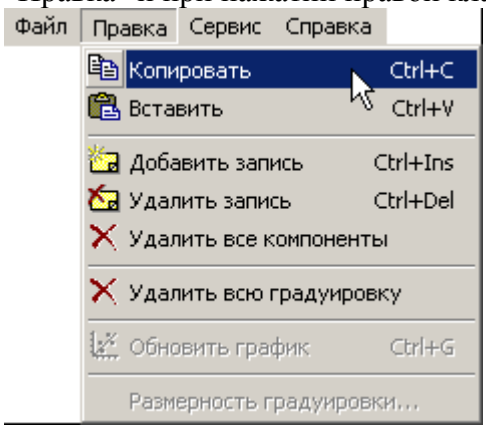
Виды дополнительных расчетов и заполняемые при этом строки в методе приведены в таблице.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Основной расчет	Дополнительный расчет	Установить размерность
Нормализация	-	-
Внутренняя нормализация	Нет расчета	Размерность результата расчета в % об. или % масс.
	"-" Сухой газ	Размерность выбирается в % об. или % масс. в зависимости от применяемых коэффициентов чувствительности по ГОСТ 14920, необходимо выбрать основным компонентом метан в канале анализа углеводородов, в названия компонентов азота и кислорода ввести после пробела символы соответственно N2 и O2, поправочные коэффициенты (при необходимости в градуировку)
	"-" Сжиженный газ	Размерность устанавливается по ГОСТ 10679, для каждого компонента заполнить графы: молекулярная масса, плотность и фугитивность при различных температурах по ГОСТ 28656, поправочные коэффициенты (при необходимости в градуировку)
	"-" Бензин/нефть	Размерность устанавливается по ASTM D5134, необходимо выбрать тип индексов идентификации, мертвое время, реперные компоненты, группы PIANO (6), группы для расчета октанового или цетанового числа (31) и группы по числу атомов углерода (до 73), для каждого компонента заполнить графы: молекулярная масса, давление насыщенных паров, плотность, температура кипения (для определения фракционного состава), поправочный коэффициент (при

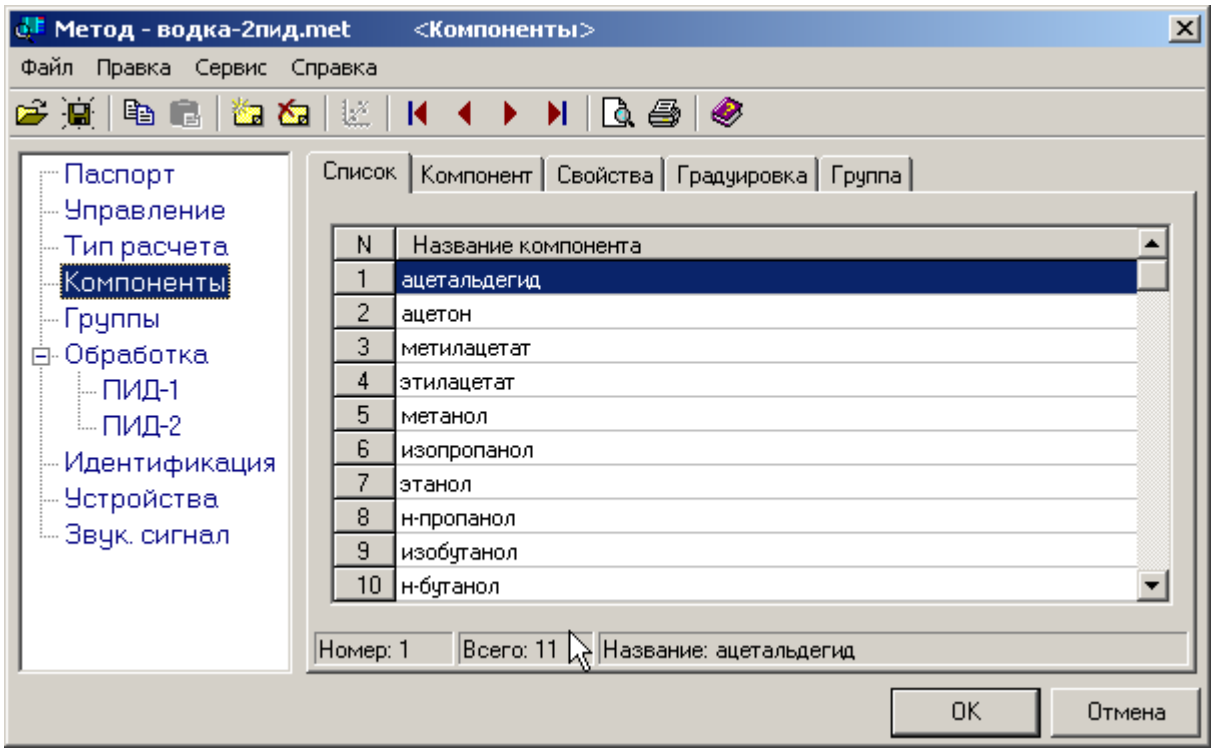
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

7.5.12 Выбирите в левой колонке разделов метода строку "Компоненты", после чего откроется окно "Метод" – "Компоненты" с вкладкой "Список". Чтобы ввести в список новый компонент нажмите кнопку ("Добавить запись"). В перечне компонентов появится строка под № 1, «Название компонента» - «1», которое нужно изменить на необходимое. Чтобы изменить название компонента, необходимо выбрать нужный компонент и заменить (исправить) название. Чтобы удалить компонент, необходимо выбрать компонент и нажать кнопку ("Удалить запись"). Внизу в строке состояния отображается номер выбранного компонента в списке, общее количество компонентов, название и тип компонента. Всего может быть создано до 1000 компонентов. Компоненты можно просматривать (листать) как в самом списке, так и внутри списка кнопками (см. п.5.6). Компоненты можно переносить как внутри одного метода, так и из метода в метод по одному и группой. Чтобы перенести группу компонентов, необходимо войти в список компонентов, выделить первый компонент в группе, нажать клавишу "Shift" компьютера и удерживая ее, нажимать клавишу "v" (стрелка вниз) для выделения нужной группы. Нажать кнопку "Копировать" ( ). Перейти в список компонентов другого метода, нажать последовательно кнопки "Добавить запись" и "Вставить". Доступ к кнопке "Вставить" осуществляется по кнопке "Правка" и при нажатии правой клавиши мышы.



Компоненты переносятся с именами, свойствами и другими вкладками, можно перенести только свойства и др. информацию из соответствующих вкладок компонента, осуществив перенос из соответствующей вкладки.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

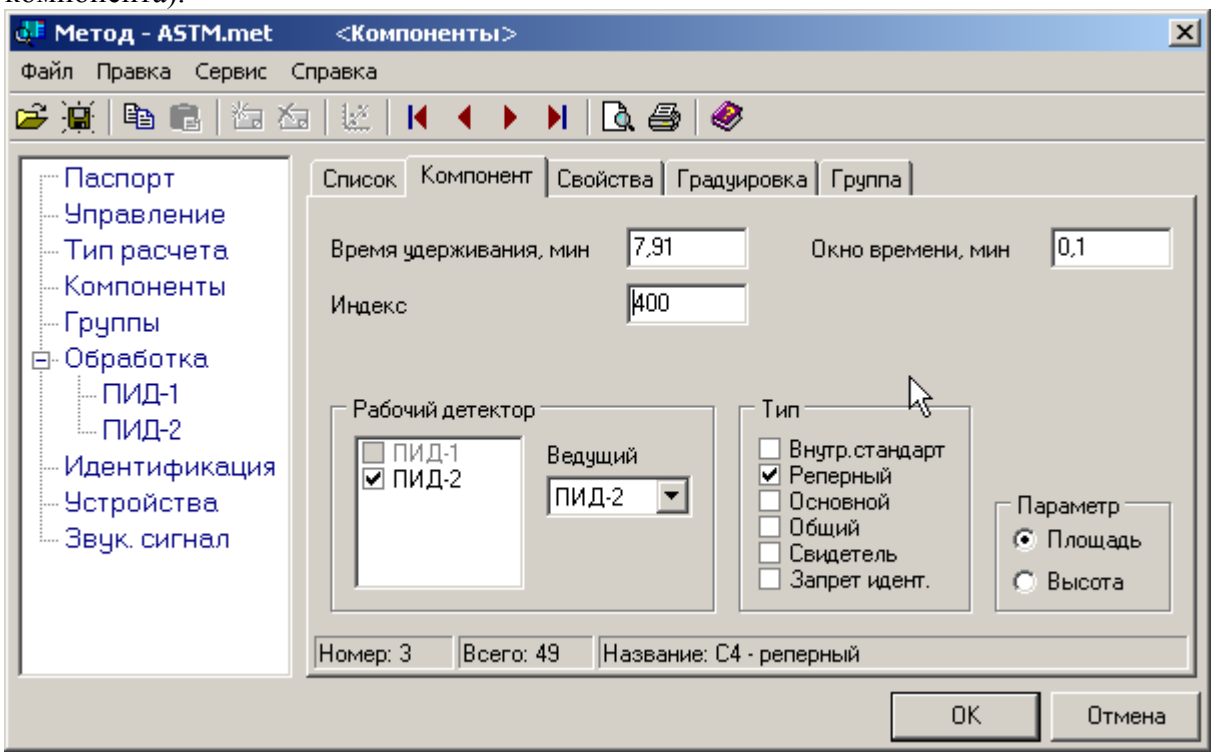


7.5.13 Откройте вкладку "Компонент", в которой установите параметры выбранного компонента (обозначен в списке синим цветом):
- время удерживания, а также индекс удерживания, если он необходим для идентификации (для реперных компонентов указывается и время и индекс);
- ширина окна для идентификации компонента (для реперных компонентов - соответственно два окна);
- рабочий детектор (детекторы), на котором будет произведена запись сигнала (хроматограмма);
- ведущий детектор, по которому рассчитывается концентрация компонента, если используются два и более одновременно работающих детектора;
- тип стандарта, если это необходимо для количественного расчета или идентификации (строка "Тип");
- параметр интенсивности пика (площадь или высота пика в зависимости от типа детектора, но чаще всего площадь), по которому рассчитается количество компонента в пробе.

Типы стандартов имеют следующее значение:
- "Внутр.стандарт" - компонент для расчета по методу внутреннего стандарта или компонент, относительно которого рассчитываются коэффициенты чувствительности по методу внутренней нормализации;
- "Реперный" - компонент или компоненты, относительно которых рассчитываются относительные времена, объемы удерживания или индексы;
- "Основной" - компонент, количество которого рассчитывается как разница между величиной пробы и суммарным количеством остальных компонентов;
- "Общий" - условный компонент, к которому будут отнесены все неидентифицированные пики хроматограммы;
- "Свидетель" - компонент, относительно которого корректируется объем введенной

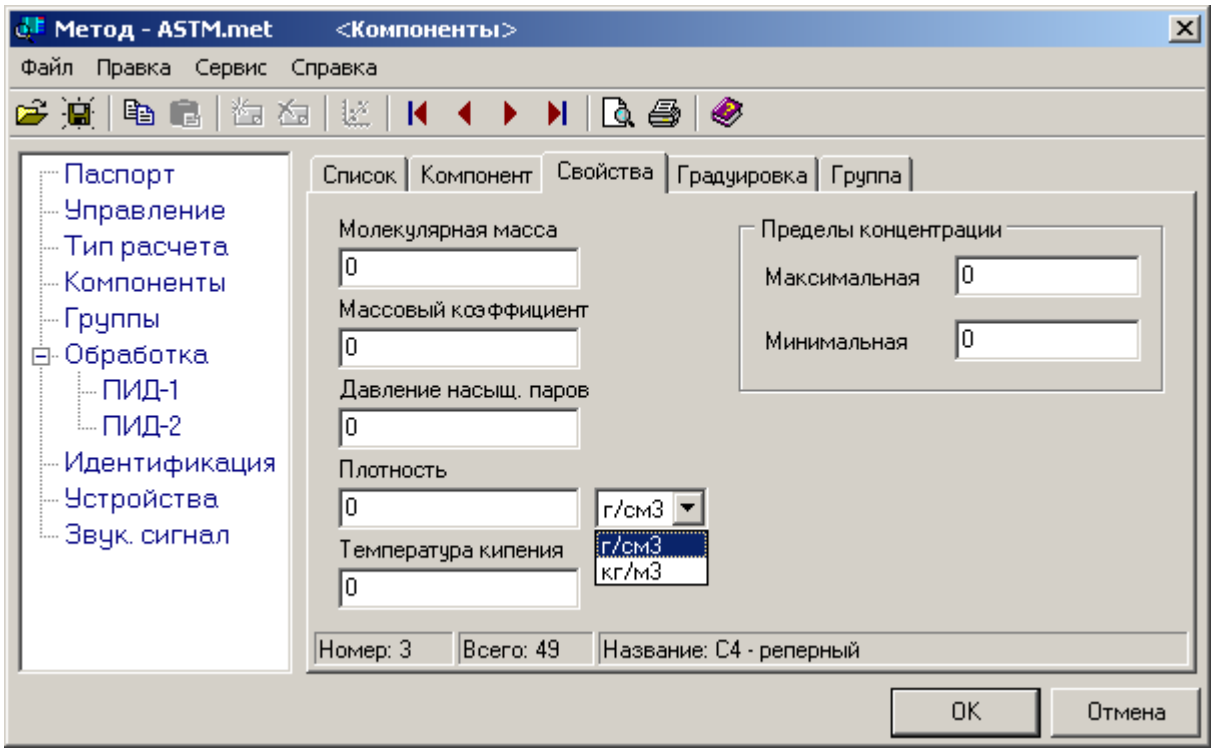
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

пробы, как правило это компонент с большим содержанием в пробе, например, спирт в водке;
- "Запрет идентификации" - данный пик не будет идентифицироваться на хроматограмме, чтобы устранить его из расчетов (вместо удаления пика или компонента).



7.5.14 Откройте вкладку "Свойства", в которой задайте соответствующие свойства компонента, если они необходимы для выбранного количественного расчета, а также пределы концентрации компонента, при выходе за пределы которых программа подаст сигнал.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.5.15 Откройте вкладку "Градуировка", в которой отображаются данные проведенных градуировок компонента, которые могут быть откорректированы. Вкладка недоступна при методе расчета - нормализация.

В первую очередь во вкладке представлена таблица градуировочных точек, в которой приведены:

- номер точки;
- концентрация компонента
- объем пробы;
- площадь пика компонента;
- признак несовпадения точки с градуировочной характеристикой (брак), который заносится вручную;
- дата занесения точки;
- время занесения точки;
- имя хроматограммы, по которой градуировалась эта точка (если точка занесена вручную или откорректирована, она имеет признак "Ручная".

Кроме этого во вкладке приведены следующие данные:

- график градуировочной характеристики (зависимость количества компонента от параметра его пика) с расчетом среднего квадратического отклонения реальной от расчетной зависимости (Δ) и коэффициентов выбранной математической функции (к0, к1);
- поправочный коэффициент, который заносится вручную (при необходимости);
- математическая функция градуировочной характеристики, которая выбирается пользователем из списка таким образом, чтобы эта функция наилучшим образом описывала полученные экспериментальные данные, т.е. соответствовала реальной характеристике сигнала детектора и имела минимальное отклонение экспериментальной характеристики от математической (Δ);

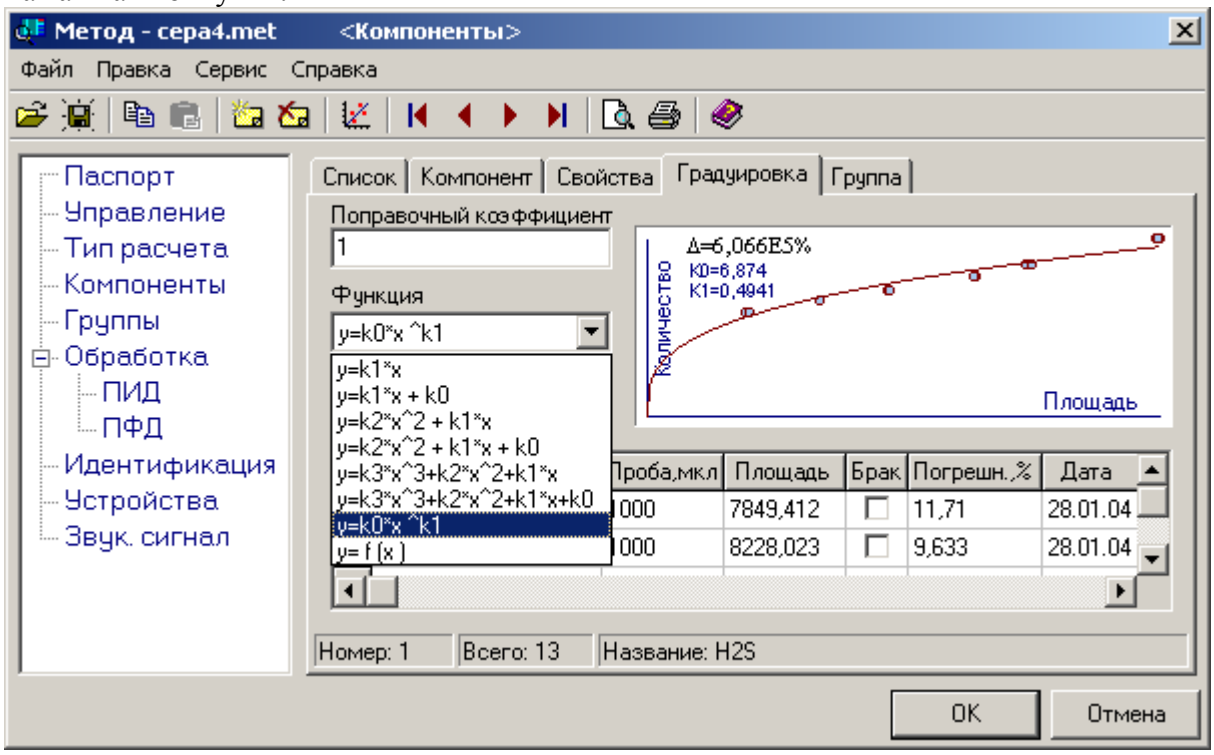
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

- параметр пика (площадь или высота);
- детектор для которого создана градуировка (на рисунке последние два параметра находятся под таблицей функций).

На графике градуировки кроме градуировочных точек, указаны: отклонение экспериментальной характеристики от математической (Δ) и коэффициенты выбранной математической функции характеристики (при этом должна быть задана опция "показать градуировочные коэффициенты" (см. п.7.3.3). Кроме известных функций (линейная, квадратичная, кубическая функции, причем все со смещением по оси ординат и без), в список включены следующие функции $y=к_0 \cdot x^{к1}$ - логарифмическая, y=f(x) - специальная математическая зависимость, вписанная в полученное семейство градуировочных точек, которая мало зависит от ошибочной калибровки одной из точек.

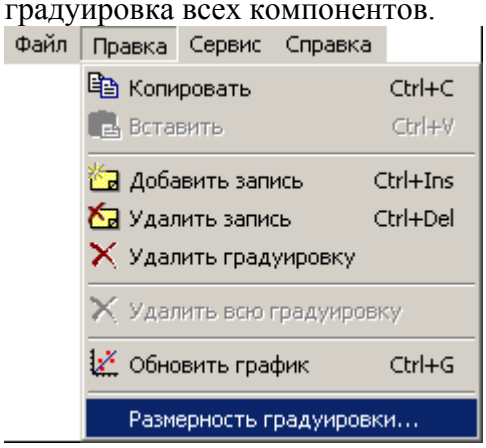
В таблице градуировочных точек приведены следующие графы:
- "концентрация";
- "проба" (объем пробы);
- параметр пика ("площадь" или "высота");
- "брак" (возможность исключить выбранную точку из графика);
- "погрешность, %" (относительное отклонение значения градуировочной точки от соответствующей градуировочной характеристики), при этом она определяется по формуле: Ki = 100 * | Ci – Cio | / Cio, где Ci - концентрация определенная по градуировочной кривой, Cio – концентрация градуировки;
- "дата";
- "время";
- "хроматограмма" (имя хроматограммы, из которой взята точка).

При изменении таблицы градуировочных точек новый график можно посмотреть нажав на кнопку .

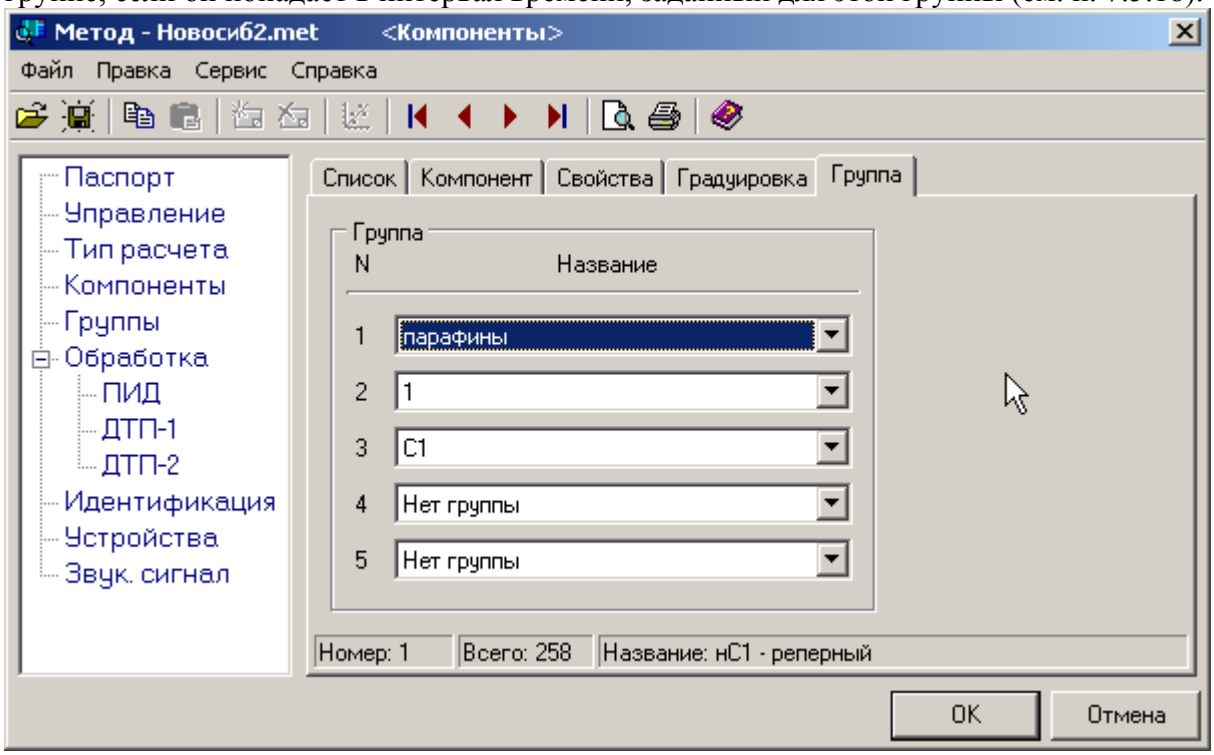


© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Размерность количества анализируемого компонента можно изменить, нажав кнопки "Правка" и "Размерность градуировки". Кроме того можно удалить градуировку выбранного компонента (кнопка "Удалить градуировку"). Кнопка "Удалить всю градуировку" доступна нажатию при выбранной вкладке "Список" и по ней удаляются градуировка всех компонентов.



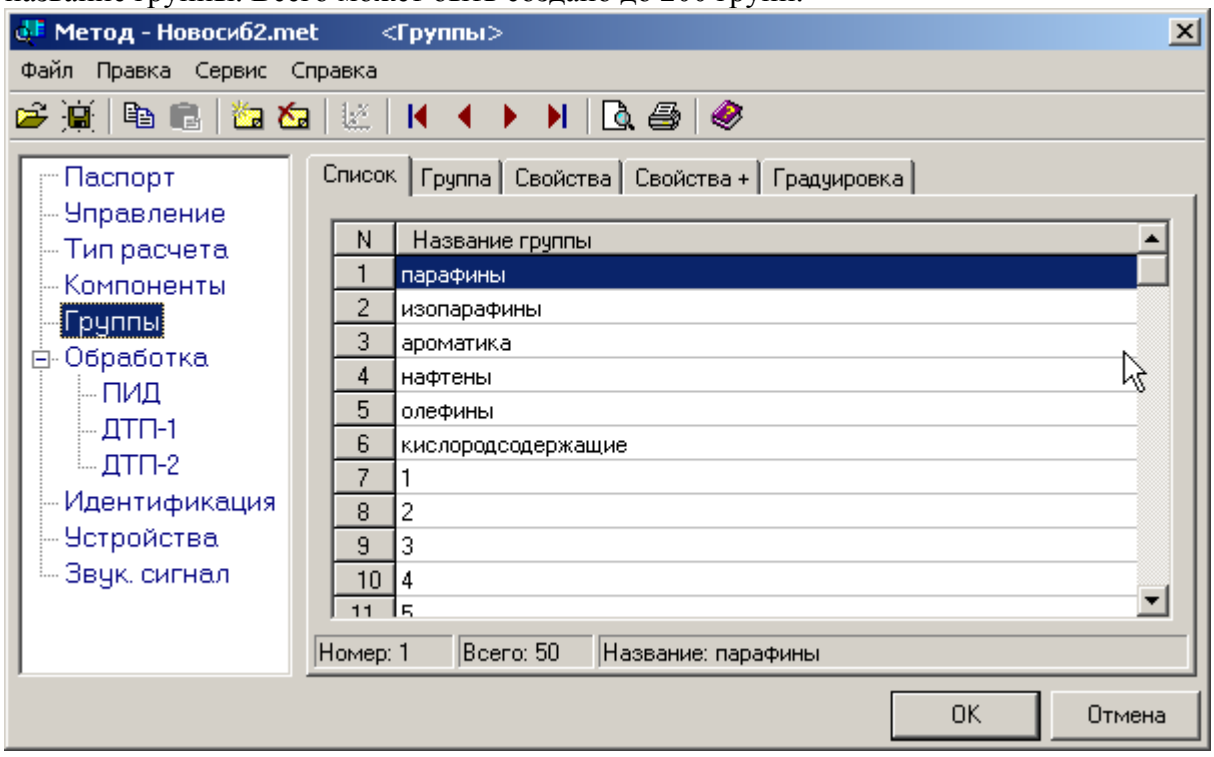
7.5.16 Откройте вкладку "Группа", в которой отображается принадлежность компонента различным группам компонентов. Один компонент может принадлежать пяти различным группам, например, метан при расчете бензина принадлежит к группе парафинов, для расчета октанового числа к первой группе и по количеству атомов углерода к группе С1. Кроме того, компонент может принадлежать определенной группе, если он попадает в интервал времени, заданный для этой группы (см. п. 7.5.18).



7.5.17 Выбирите в левой колонке разделов метода строку "Группы", после чего откроется окно "Метод" – "Группы" с вкладкой "Список". Ввод новой группы, удаление, корректировка названия групп из списка производятся аналогично п.7.5.12.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Внизу в строке состояния отображается номер группы, общее количество групп, название группы. Всего может быть создано до 200 групп.

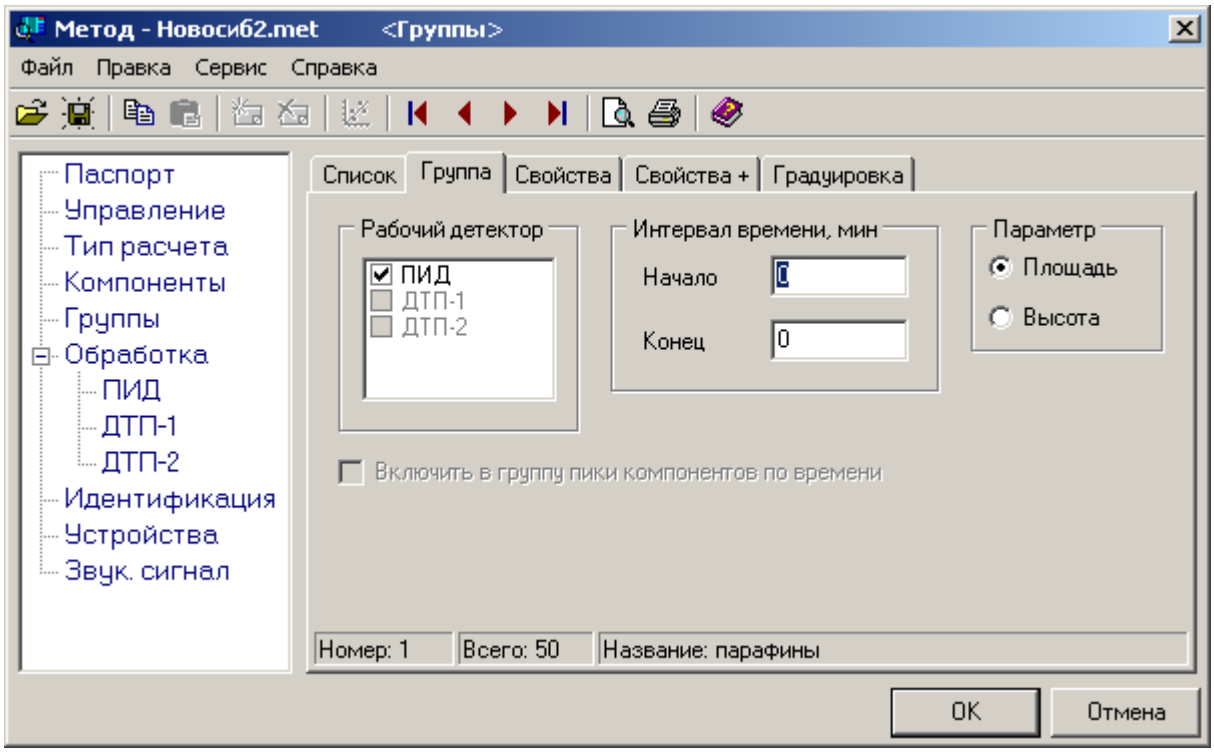


7.5.18 Откройте вкладку "Группа", в которой установите параметры выбранной группы (обозначена в списке синим цветом):
- рабочий детектор (детекторы), на котором будет произведена запись сигнала (хроматограмма);
- интервал времени, в котором производится группирование пиков;
- параметр интенсивности пиков группы (площадь или высота пиков в зависимости от типа детектора, но чаще всего площадь), по которому рассчитается количество компонентов группы в пробе.

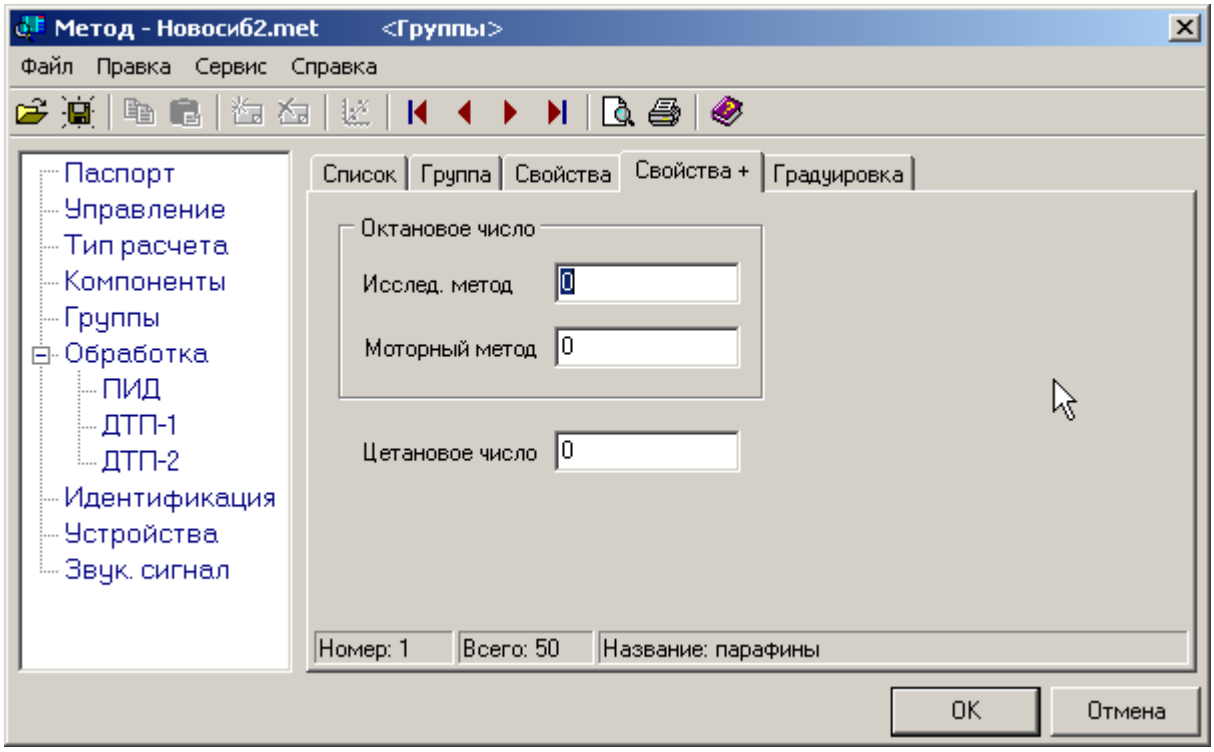
При активизации строки "Включить в группу пики компонентов по времени", те идентифицированные компоненты, у которых во вкладке "Группа" отсутствует принадлежность к какой-либо группе, будет включена в соответствующую его времени удерживания группу.

При открывании вкладок "Свойства" и "Градуировка", в них устанавливаются соответствующие параметры согласно одноименным вкладкам компонента (см. п.7.5.14 и п.7.5.15).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



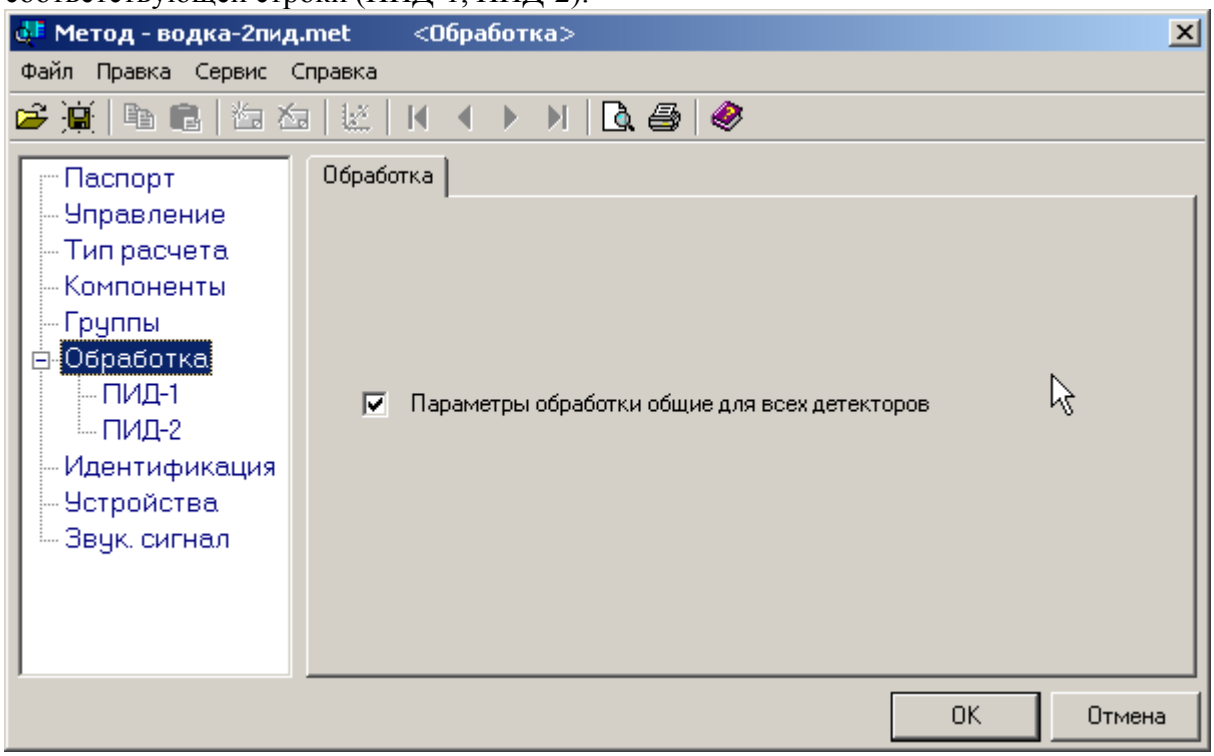
При выбранном типе расчета "Бензин/нефть" появляется дополнительная вкладка "Свойства+", в которой устанавливаются данные для расчета октанового числа бензина по исследовательскому и моторному методам или цетанового числа дизельного топлива.



7.5.19 Выбирите в левой колонке разделов метода строку "Обработка", после чего

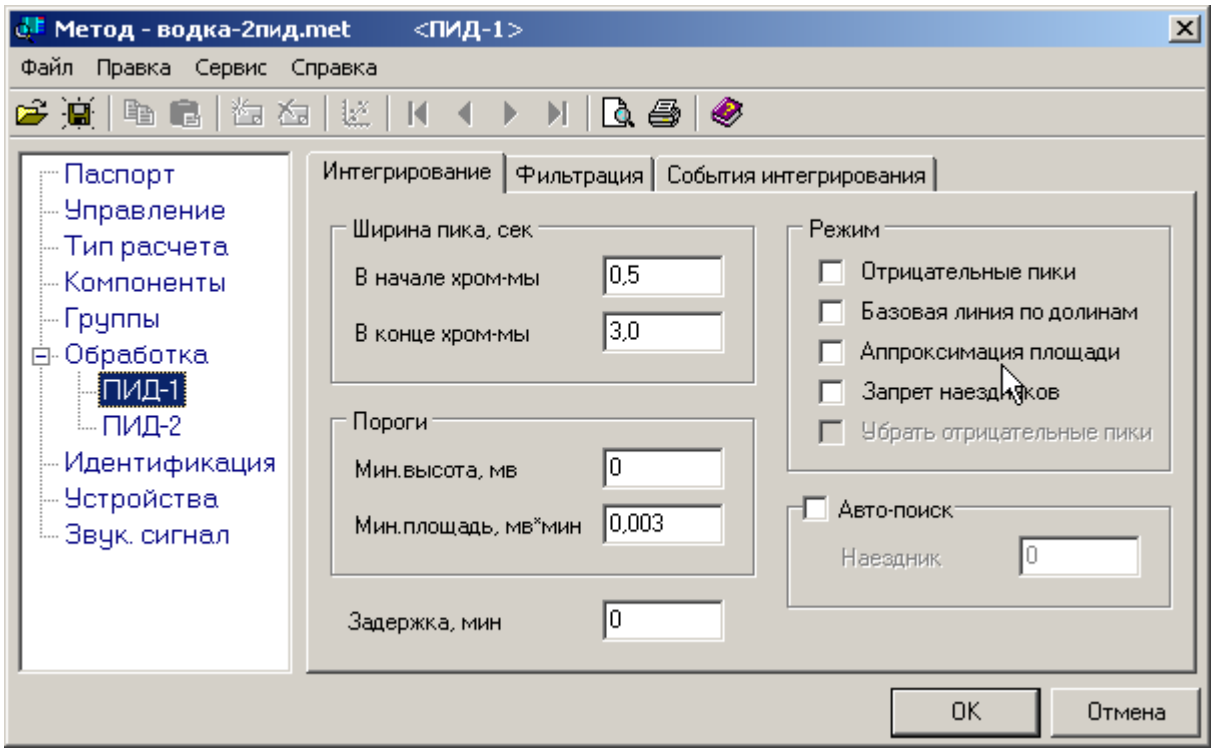
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

откроется окно "Метод" – "Обработка". В этом окне устанавливается или не устанавливается признак «Параметры обработки общие для всех детекторов». В первом случае устанавливаются параметры обработки общие для всех детекторов, в противном случае они устанавливаются индивидуально для каждого детектора при выборе соответствующей строки (ПИД-1, ПИД-2).



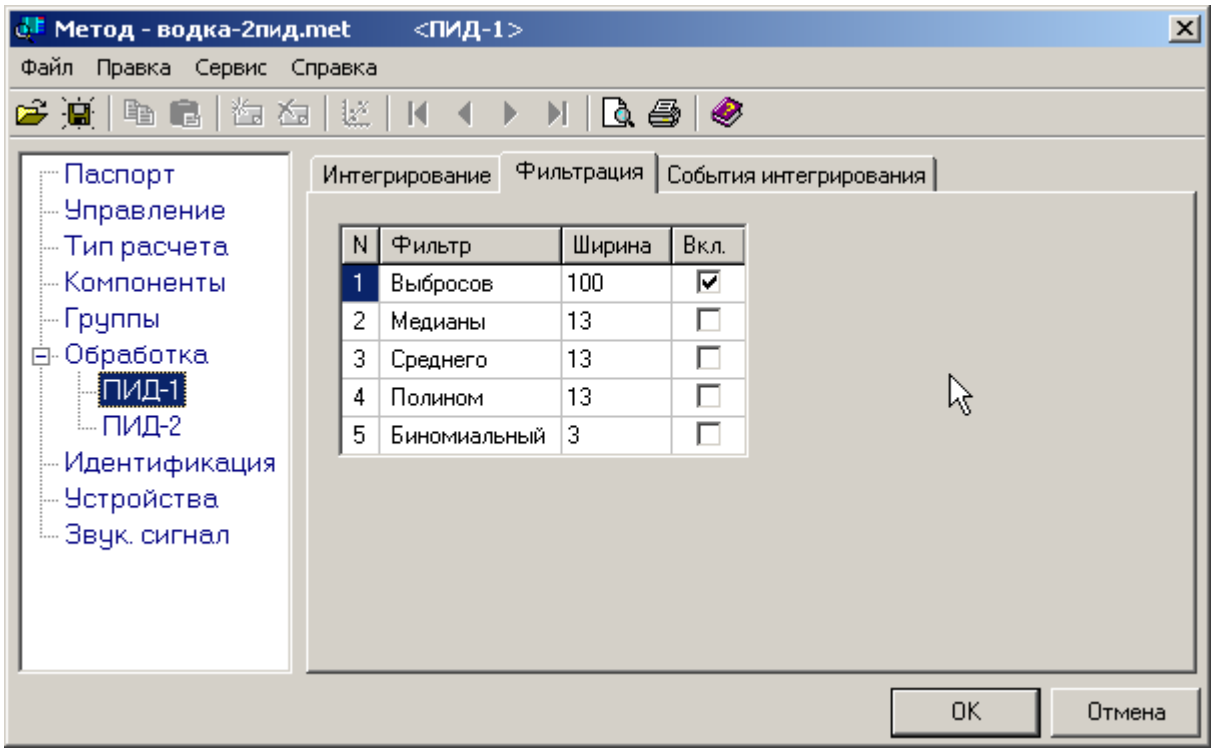
7.5.20 Выбирите в левой колонке разделов метода строку "ПИД-1", после чего откроется окно "Метод" – "ПИД-1" с вкладкой "Интегрирование", в которой устанавливаются параметры обработки пиков для ПИД-1:
- зависимость ширины пика от времени удерживания по двум точкам, в начале и конце хроматограммы. Эта зависимость создается автоматически после записи первой хроматограммы для данного метода. В дальнейшем она может быть откорректирована в методе хроматограммы как вручную подбором значений ширины пиков, так и в автоматическом режиме после задания значений ширины пиков равных нулю и нажатия кнопки ОК (выбирается более оптимальная зависимость для данной хроматограммы);
- пороги обнаружения пиков по высоте и площади пика;
- задержка обработки пиков от начала хроматограммы;
- различные режимы обработки пиков на хроматограмме, а именно, обработка отрицательных пиков, проведение базовой линии по впадинам пиков, обработка зашкаленных пиков с апроксимацией их площади по нарастанию переднего и спаду заднего фронта пика, запрет определения наездников, исключение отрицательных пиков (замена их на предполагаемую базовую линию);
- запрет автоматического поиска наездников, с заданием критерия поиска для определения наездника (отношение высоты хвостатого пика к высоте наездника).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.5.21 Откройте вкладку "Фильтрация", в которой устанавливаются параметры фильтрации:
- тип фильтра (один или несколько): выбросов, медианы, среднего, полином, биномиальный;
- ширина фильтра (порог фильтрации выбросов), т.е. ширина фильтра или количество точек на пике, которые подвергаются фильтрации отдельно для каждого типа фильтра;
- включение данного типа фильтрации.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

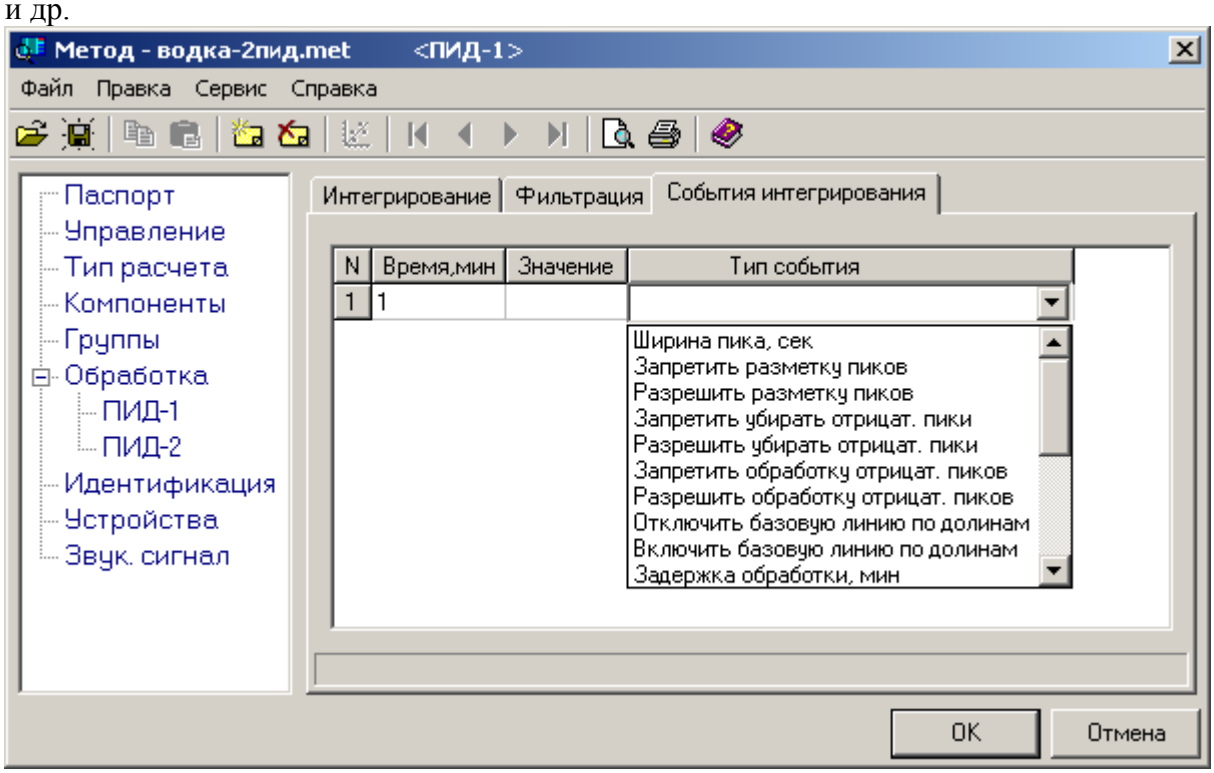


7.5.22 Откройте вкладку "События интегрирования", в которой для более точной настройки алгоритма разметки пиков устанавливаются параметры (события) разметки хроматограммы на различных ее участках. Чтобы ввести в список новое событие нажмите кнопку "Добавить запись". В перечне событий появится строка под № 1, которую необходимо заполнить:
- ввести в столбец "Время" - время, с которого событие начнет действовать;
- ввести в столбец "Значение", если это необходимо, значение параметра события, например, ширину пика и др.;
- ввести тип события, для этого выбрать стрелкой курсора мыши строку в столбце "Тип события", а затем нажать на появившуюся кнопку , после чего появится меню событий, из которого выбрать необходимое. События можно добавлять по мере необходимости и удалять. Кроме событий, перечисленных на рисунке, имеются события:
- "наездник" (вводится значение критерия согласно п.7.5.20, значение 0 соответствует автоматическому определению программой наездника);
- "минимальная высота, мВ";
- "минимальная площадь, мВ.мин";
- "порог обнаружения пика";
- "ширина плато базовой линии (ширина интервала поиска конца пика на базовой линии от 0 до 100, чем интервал меньше, тем раньше определяется конец пика, значение 0 соответствует автоматическому определению программой конца пика)";
- "включить режим одного пика" (при этом неразделенные пики определяются как один, первый по очереди);
- "выключить режим одного пика";
- "установить базовую линию" (установить принадлежность определенной временной точки базовой линии);

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

- "начало программирования Тк" (настройка для определения наклона дрейфа базовой линии при программировании температуры колонок);
- "конец программирования Тк".

Выбор соответствующих событий, интервала времени начала их действия и значения критерия действия события выбирается оператором таким образом, чтобы добиться оптимальной обработки пиков. Однако следует избегать черезмерного количества событий интегрирования при обработке. Пользоваться событиями интегрирования следует лишь на участках хроматограммы, на которых автоматическая обработка пиков затруднена, например, длинный хвост растворителя, большой дрейф базовой линии, связанный с программированием температуры колонок, переключения газовых кранов и др.



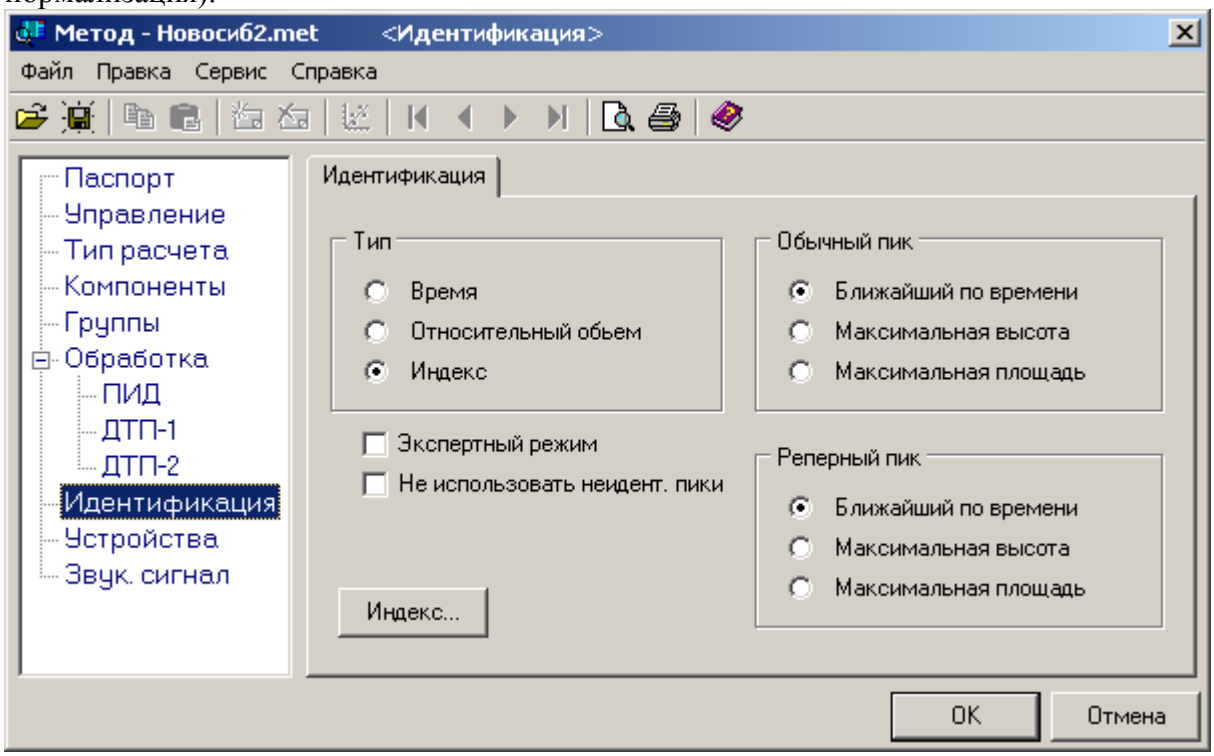
7.5.23 Если в п. 7.5.19 признак «Параметры обработки общие для всех детекторов» не был выбран, то п.п. 7.5.20-7.5.22 повторить для другого, участвующего в анализе детектора (в данном случае ПИД-2).

7.5.24 Выбирите в левой колонке разделов метода строку "Идентификация", после чего откроется окно "Метод" – "Идентификация", в котором устанавливаются параметры идентификации компонентов по пикам хроматограммы, а именно:

- тип идентификации (по абсолютному времени, относительному объему удерживания, индексам удерживания), при выборе режима "Относительный объем", появится окно для ввода значения "мертвое время, мин", при выборе режима "Индекс" - кнопка "Индекс";
- критерий выбора пика, если в окно поиска пика по времени удерживания попало несколько пиков, отдельно обычных и реперных (ближайший по времени, максимальный по высоте или площади);
- "Экспертный режим" - в этом режиме программа определяет один компонент по пику, который попадет в два и более перекрывающихся окон идентификации. Критерием

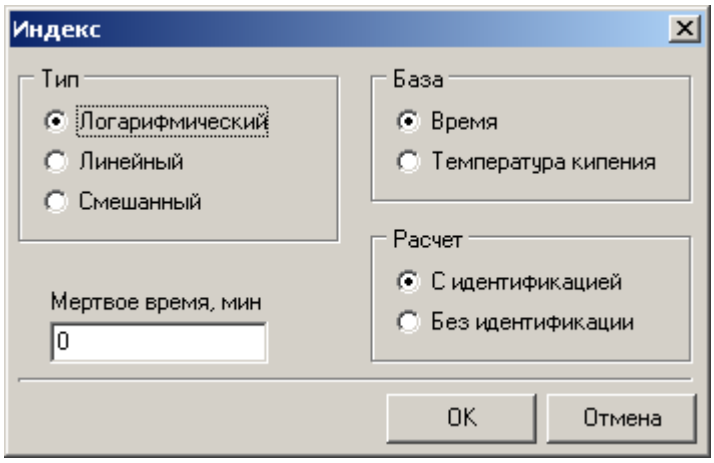
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

выбора является наименьшее время от вершины пика (время удерживания) до центра окна
- "Не использовать неидент. пики" - в этом режиме в расчете концентраций компонентов не используются неидентифицированные пики (тип расчета - нормализация).

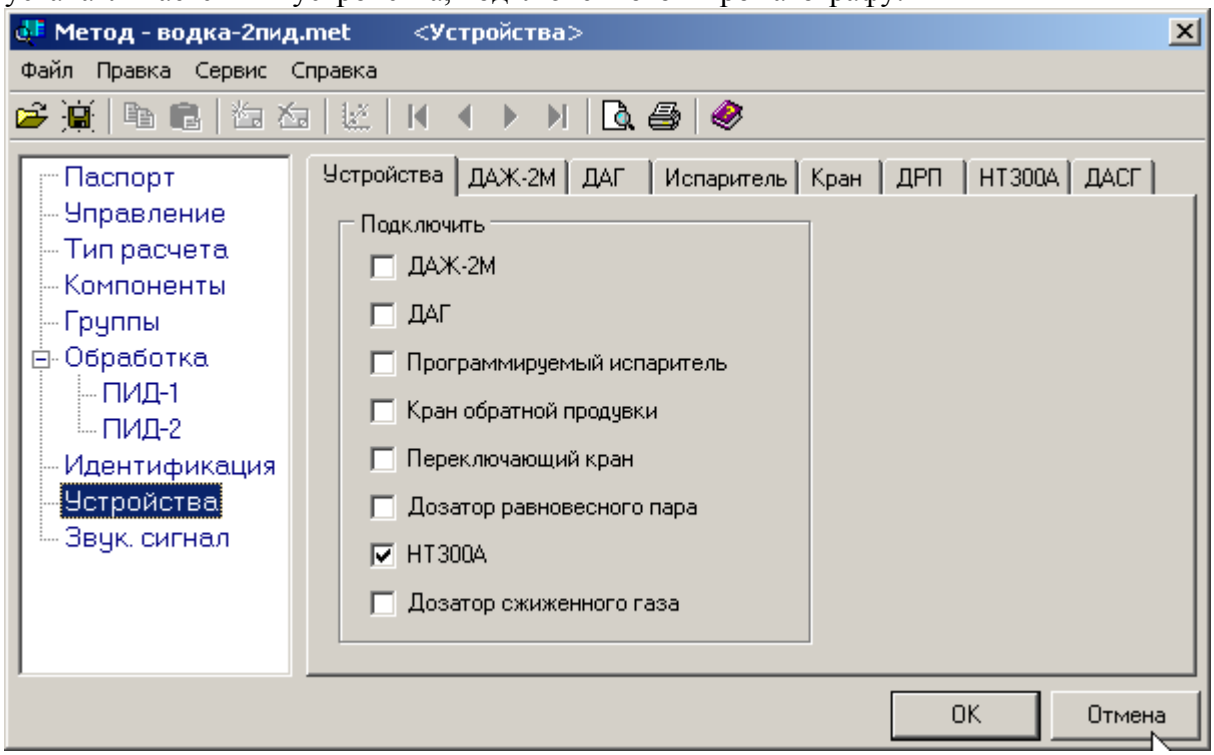


7.5.25 Нажмите в окне "Идентификация" кнопку "Индекс", после чего откроется окно "Индекс".
В этом окне вводятся параметры для расчета индексов удерживания:
- тип индекса (логарифмический - для изотермического режима хроматографических колонок, линейный – для программирования температур и смешанный - при сочетании изотермического и режима программирования температуры колонок);
- база для расчета (время удерживания компонентов или температура их кипения);
- тип расчета («с идентификацией», если реперные пики присутствуют в анализируемой пробе, или «без идентификации», если реперных пиков в пробе нет, при этом индексы рассчитываются по табличным временам удерживания, которые берутся из хроматограммы пробы с реперными компонентами, заранее снятой);
- мертвое время (в мин) - для расчета относительного объема и индекса удерживания.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

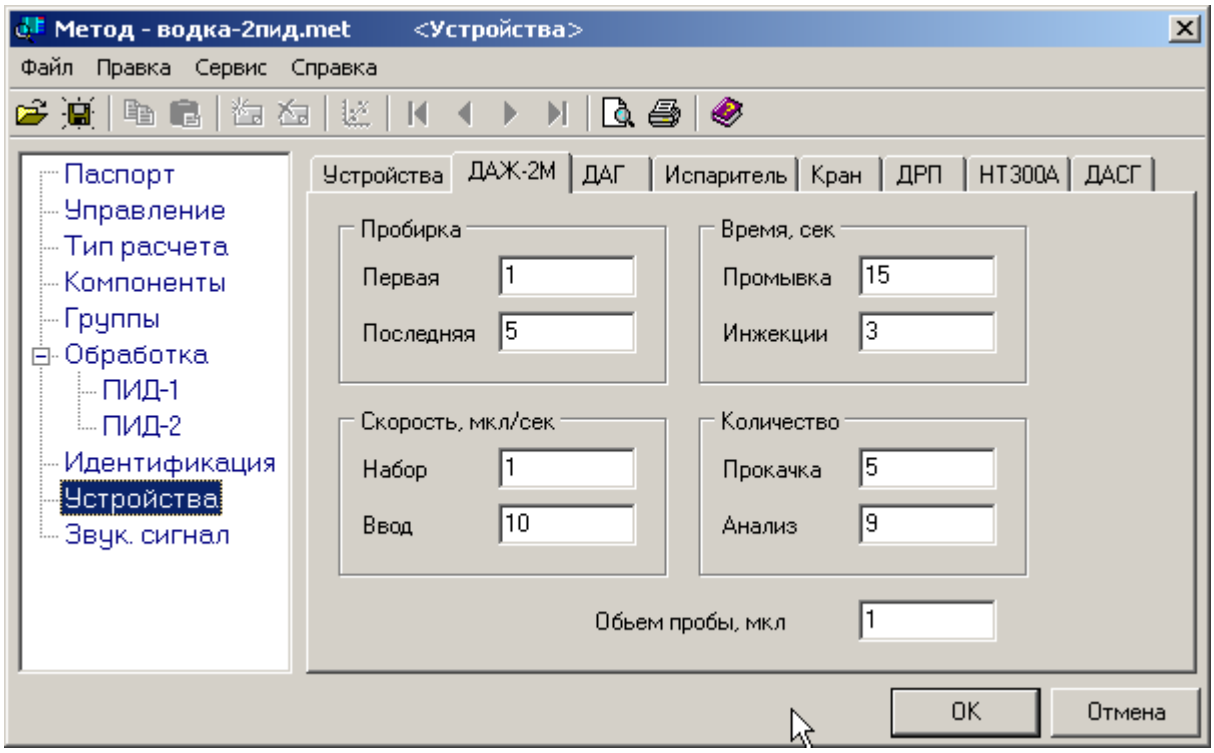


7.5.26 Выбирите в левой колонке разделов метода строку "Устройства", после чего откроется окно "Метод" – "Устройства" с вкладкой "Устройства", в которой устанавливается тип устройства, подключенного к хроматографу.



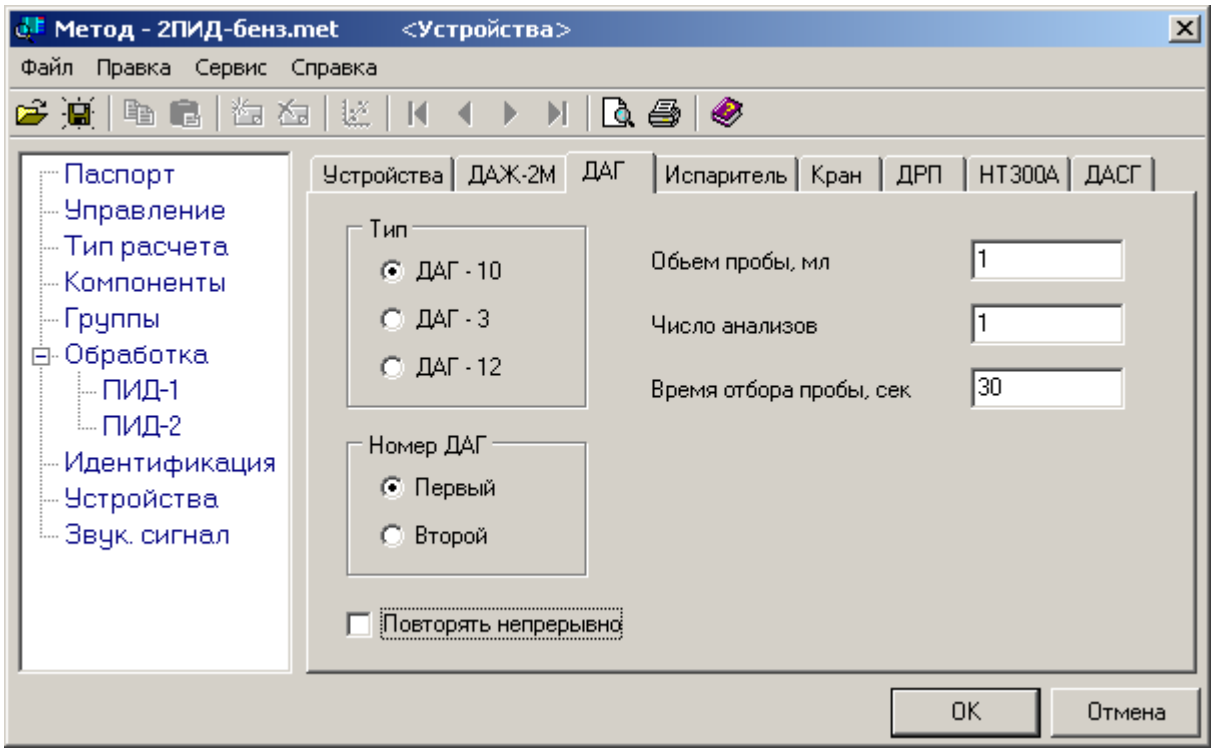
7.5.27 Откройте вкладку "ДАЖ-2М", в которой устанавливаются режимы работы автоматического дозатора жидких проб "ДАЖ-2М":
- номера первой и последней пробирок, из которых последовательно осуществляется ввод пробы;
- скорость набора пробы из пробирки и скорость ввода пробы в испаритель;
- время промывки шприца и выдержки иглы шприца в испарителе;
- количество прокачек шприца перед вводом пробы (для исключения воздушных пузырьков) и количество анализов из одной пробирки;
- объем пробы.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

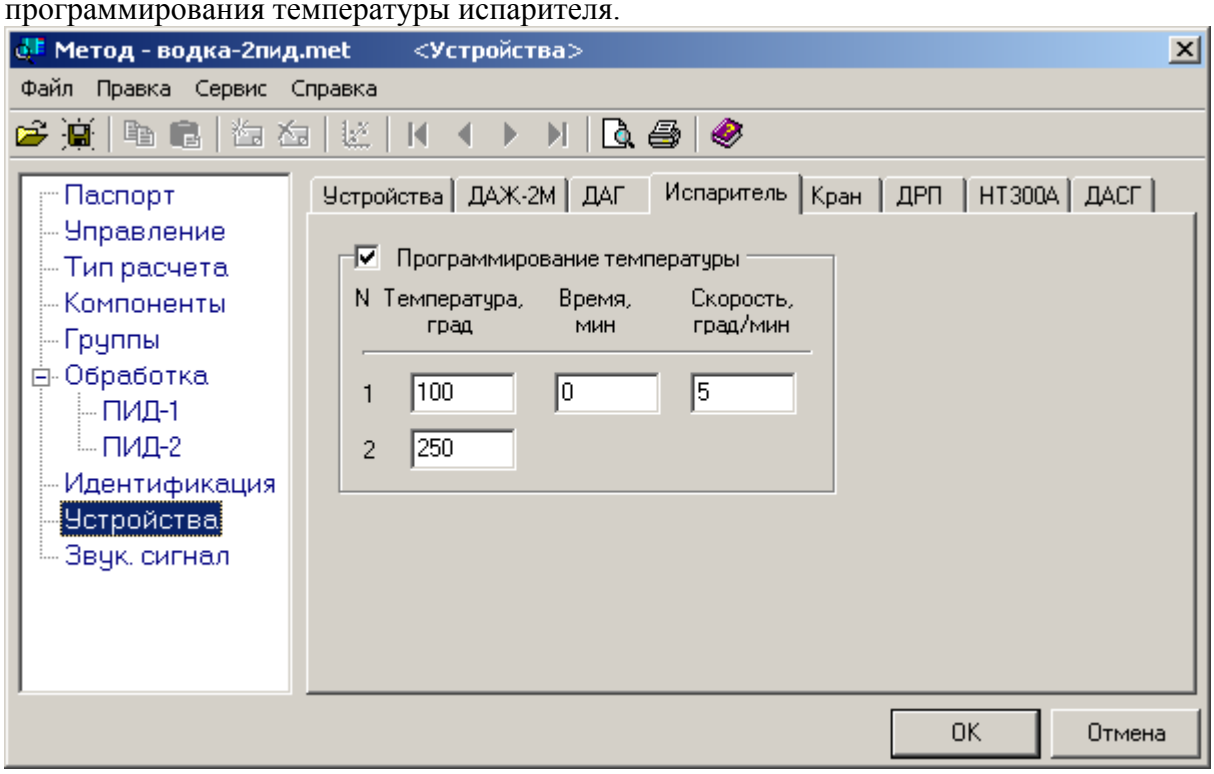


7.5.28 Откройте вкладку "ДАГ", в которой устанавливаются тип ("ДАГ-10", "ДАГ-3" и "ДАГ-12") и режимы работы автоматического дозатора газовых проб:
- объем пробы;
- число анализов одного образца;
- время отбора пробы в сек;
- номер дозатора ("Номер ДАГ"), работающего с хроматографом (первый, или второй, или оба одновременно);
- непрерывный режим работы ("Повторять непрерывно"), при этом число анализов неограничено, а строка с числом анализов - недоступна.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

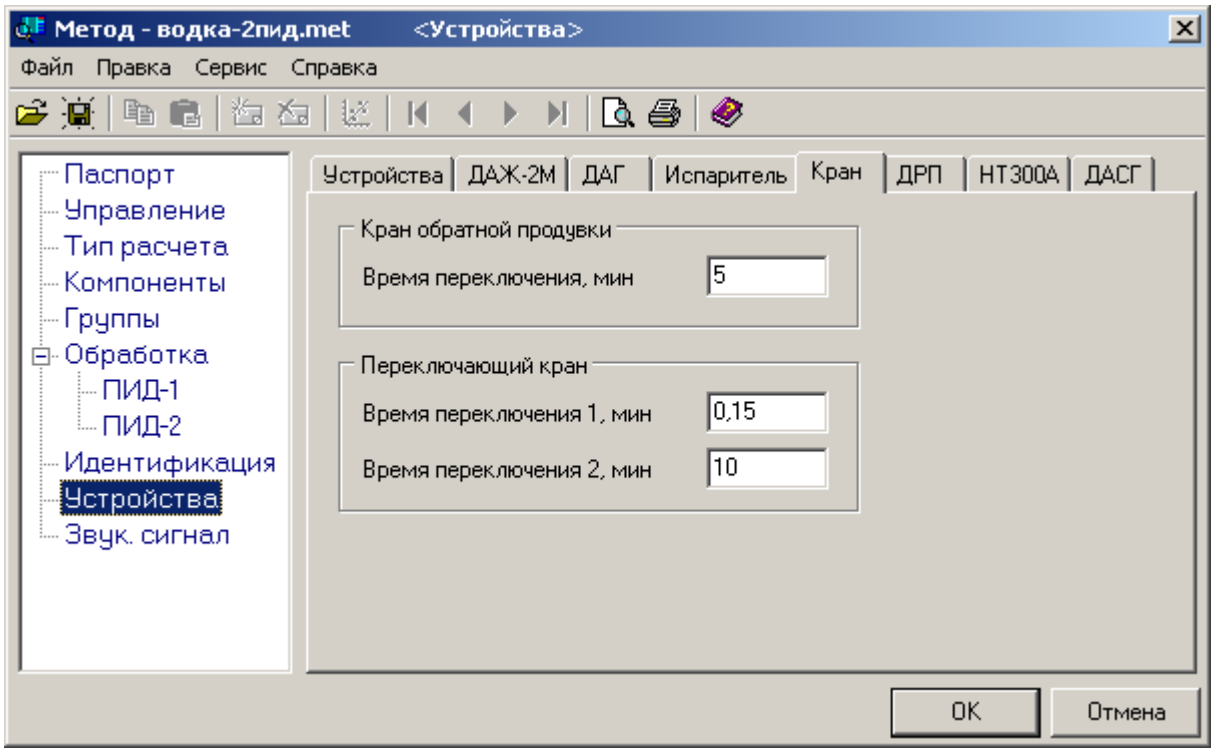


7.5.29 Откройте вкладку "Испаритель", в которой устанавливается признак и режим программирования температуры испарителя.



7.5.30 Откройте вкладку "Кран", в которой устанавливается режим работы крана обратной продувки (время переключения на обратную продувку) или переключающего крана (время переключения во второе положение и обратно).

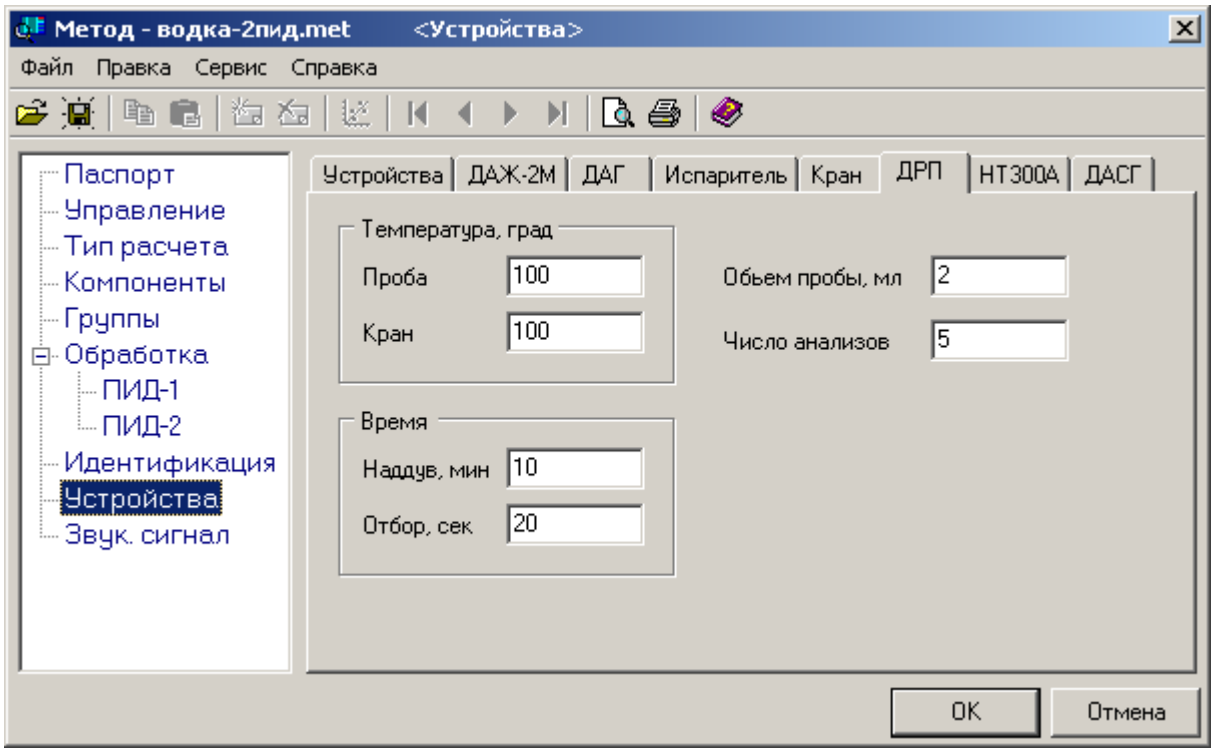
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.5.31 Откройте вкладку "ДРП", в которой устанавливается режим работы дозатора равновесного пара:
- температуры контейнеров с пробой и крана-дозатора;
- время наддува газа-носителя в пробу и отбора пробы;
- объем пробы;

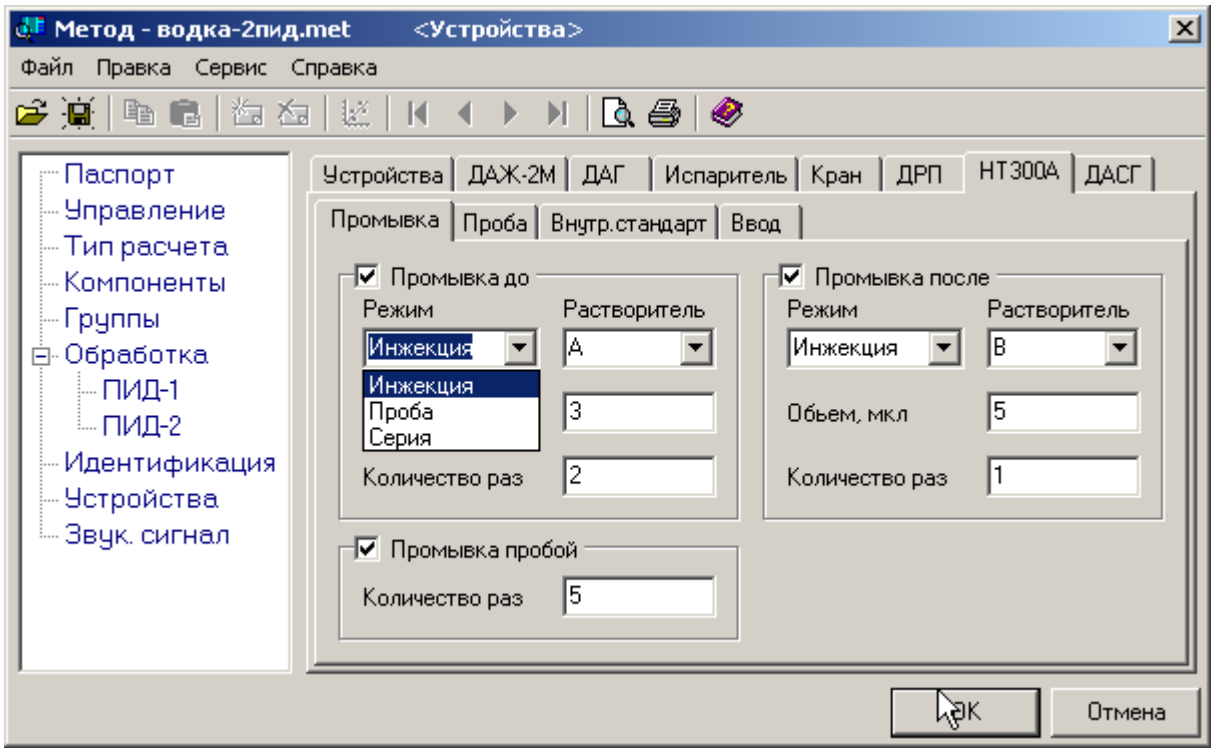
число анализов из одного контейнера с пробой.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.5.32 Откройте вкладку "НТ300А", в которой устанавливается режимы работы автоматического дозатора жидких проб с вкладкой "Промывка", в которой устанавливаются режимы промывки:
- промывка до и после инжекции пробы в испаритель ("Инжекция"), перехода к очередной виале с пробой ("Проба"), серии анализов ("Серия"):
- тип растворителя из соответствующих четырех виал A, B, C, D:
- объем отбора растворителя в мкл (в зависимости от типа шприца, см. п.7.5.33);
- количество промывок (от 1 до 15 раз);
- промывка пробой, причем объем пробы задается в графе "Объем забора" (см.п.7.5.33).

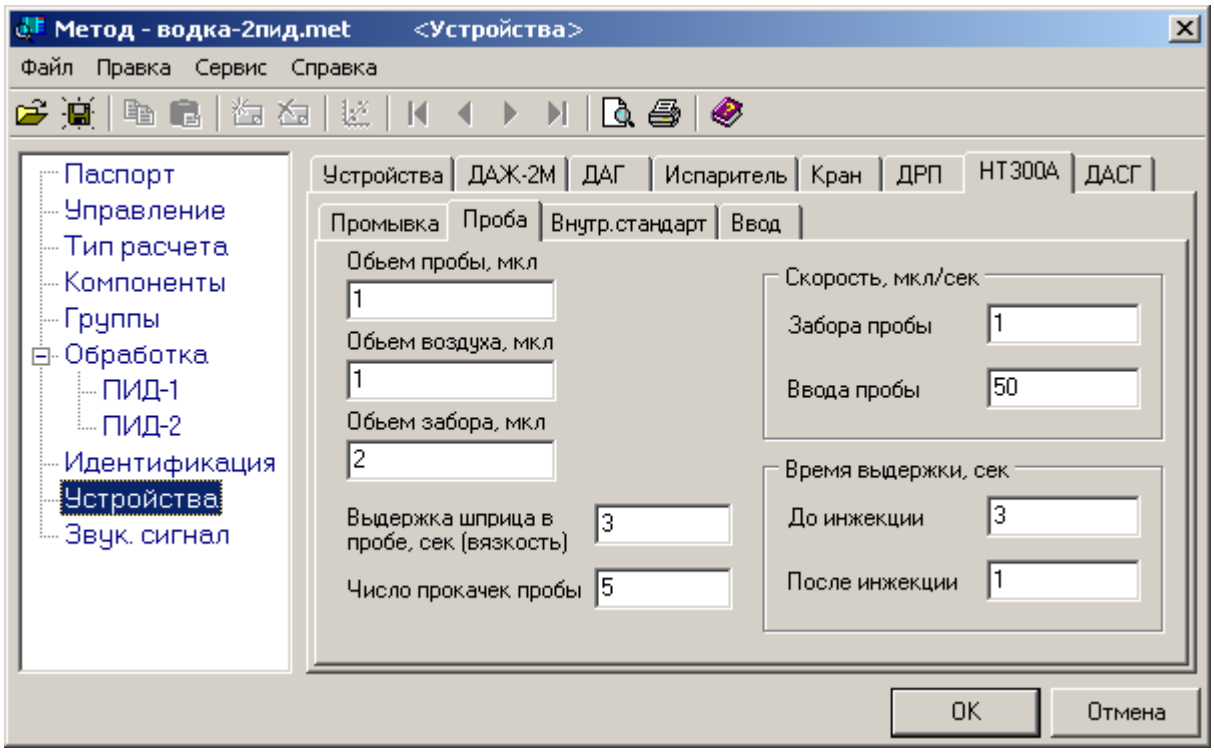
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.5.33 Откройте вкладку "Проба", в которой устанавливается режимы отбора и ввода пробы:

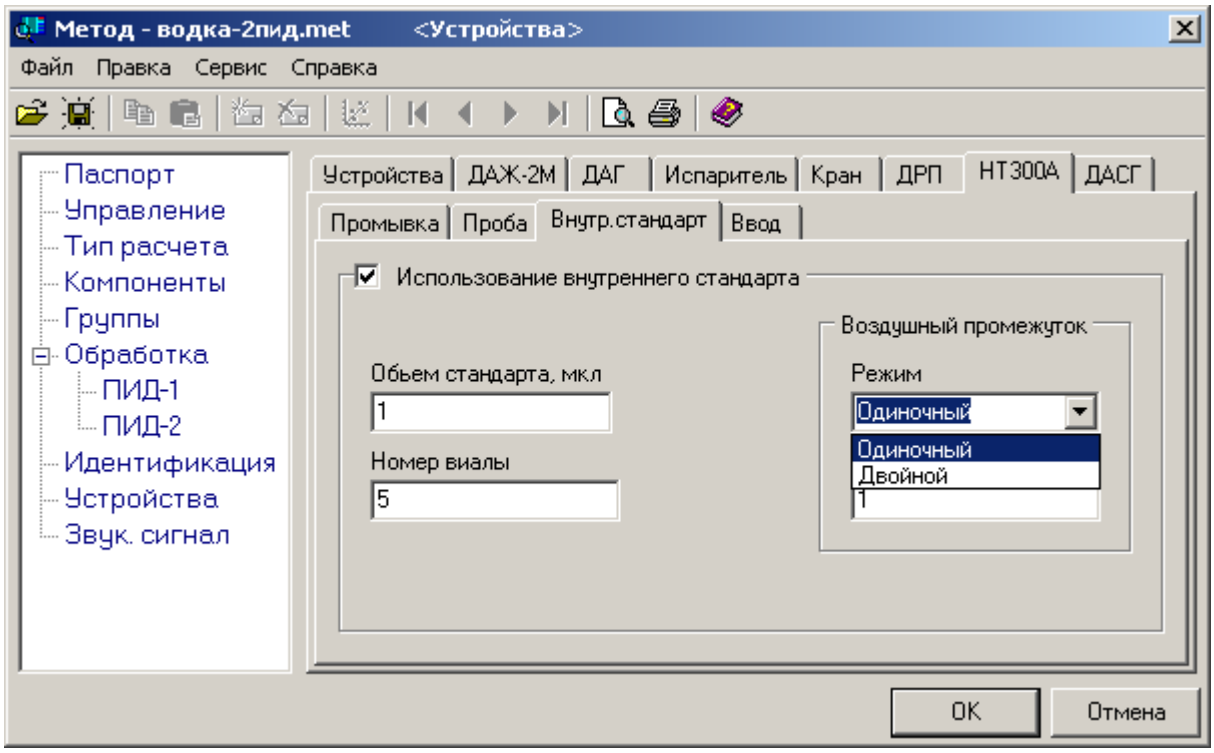
- объем пробы, причем пределы выбираются в зависимости от типа шприца - от 0 до 9,9 мкл с шагом 0,1 мкл или от 10 до 500 мкл с шагом 1 мкл (шприцы на 1, 5, 10, 25, 50, 100, 250, 500, в отдельных случаях до 75 мл);
- объем воздушного пузырька под пробой в мкл (значения см. выше);
- объем забора пробы для прокачки и (или) промывки шприца в мкл (значения см. выше);
- выдержка шприца в виале с пробой (задержка на вязкость пробы) - от 0 до 15 с;
- число прокачек пробы в шприце для удаления пузырьков воздуха, проникающих в пробу из-за негерметичности штока шприца - от 0 до 15 раз;
- скорость отбора и ввода пробы - от 1 до 512 мкл/с;
- время выдержки шприца в испарителе до и после ввода - от 0 до 99 с.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



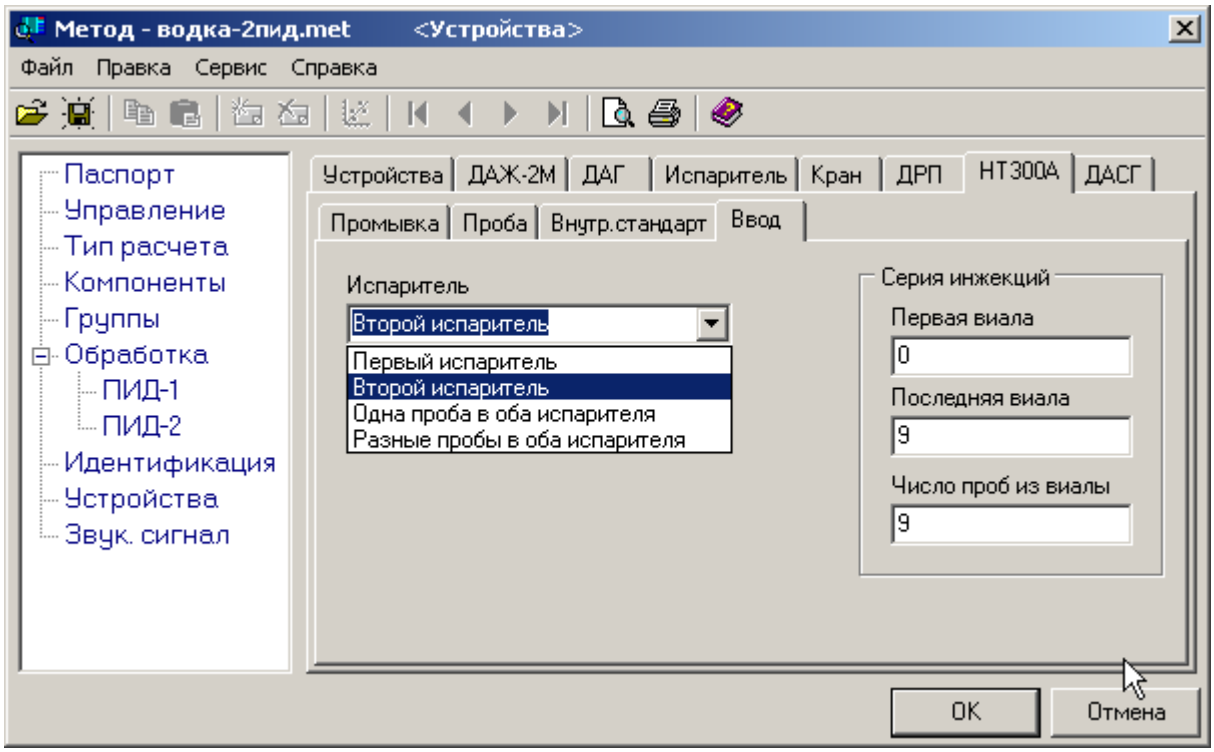
7.5.34 Откройте вкладку "Внутр.стандарт", в которой устанавливается режимы отбора и ввода вместе с пробой внутреннего стандарта (при необходимости):
- объем стандарта в мкл - от 0 до 9,9 мкл с шагом 0,1 мкл;
- номер виалы с внутренним стандартом;
- режим отбора воздушного пузырька (промежутка) - одиночный (между пробой и стандартом) и двойной (дополнительно под стандартом);
- объем воздушного пузырька в мкл (значения см. выше).

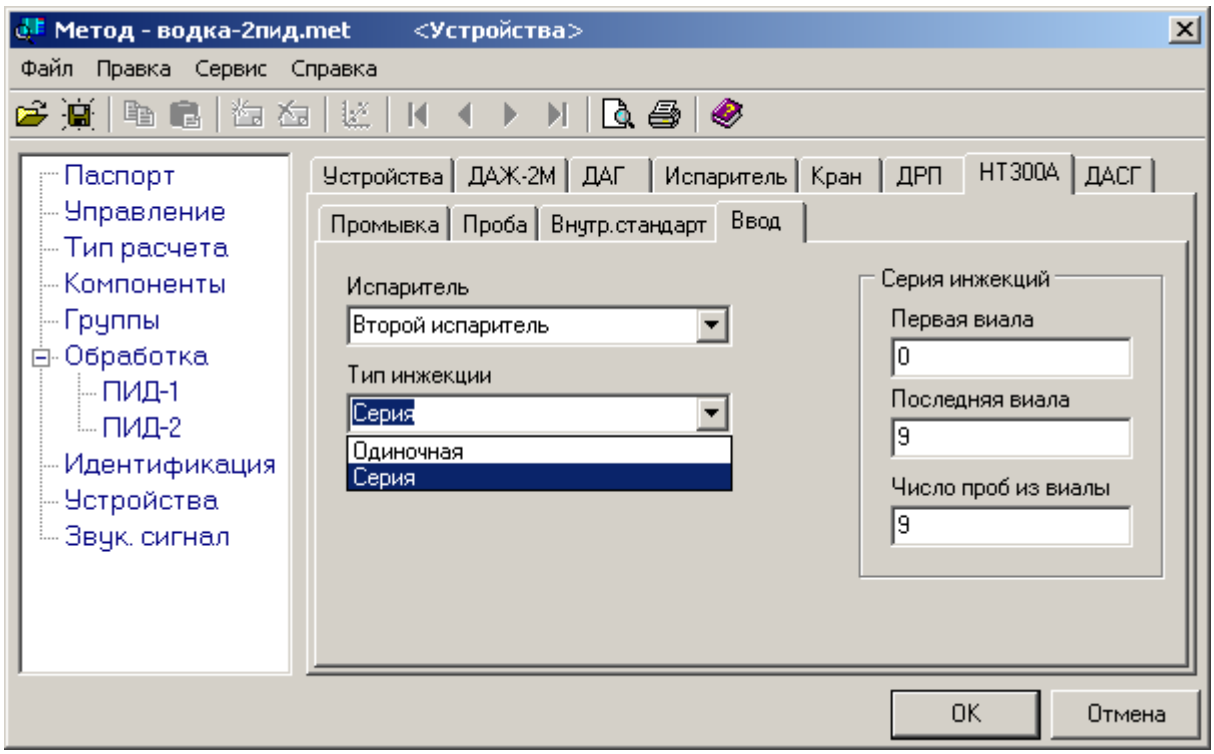
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.5.35 Откройте вкладку "Ввод", в которой устанавливается режимы ввода пробы:
- в первый (ближний) или второй (дальний) испаритель;
- в первый и второй испарители поочередно одной или разных проб;
- тип инжекции - одиночный или серия;
- номер виалы для одиночноговвода пробы, номера виал и количество вводов пробы для серии вводов. В дозаторе имеется три вида поддонов - на 10, 40 и 110 виал. Объем виал - 2,0, 2,5 и 10 мл (последний для поддона на 40 виал).

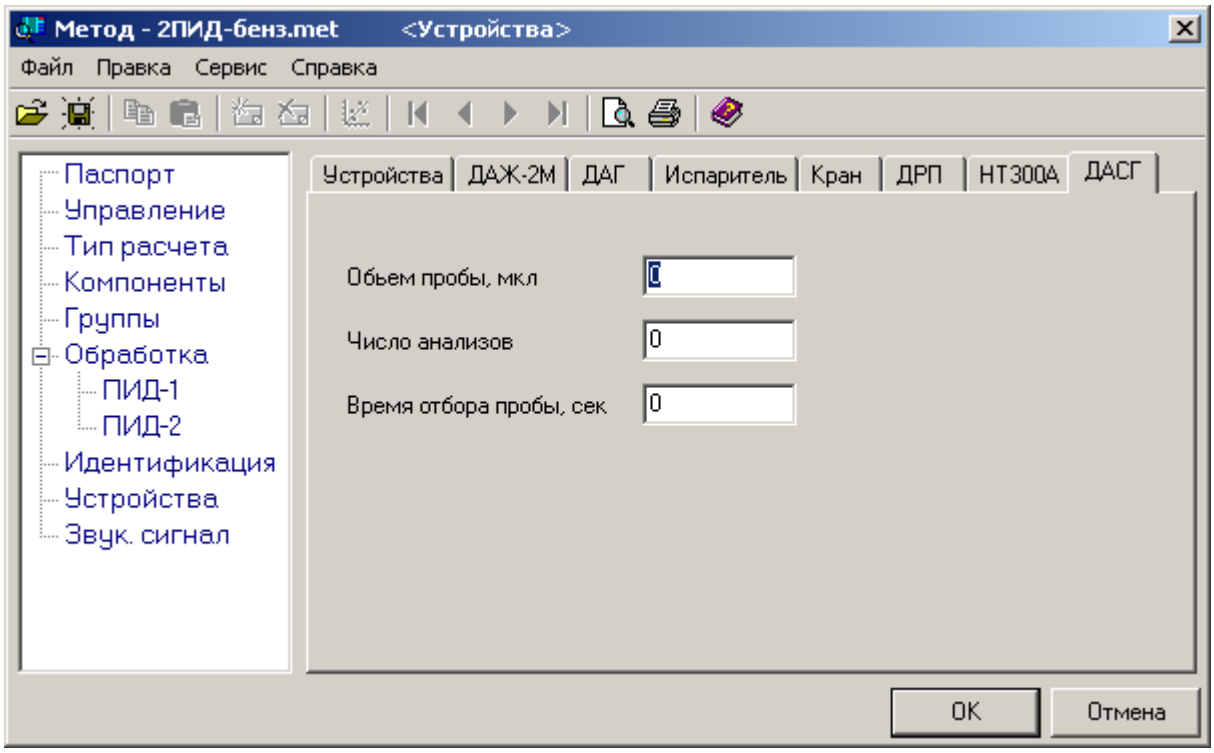
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



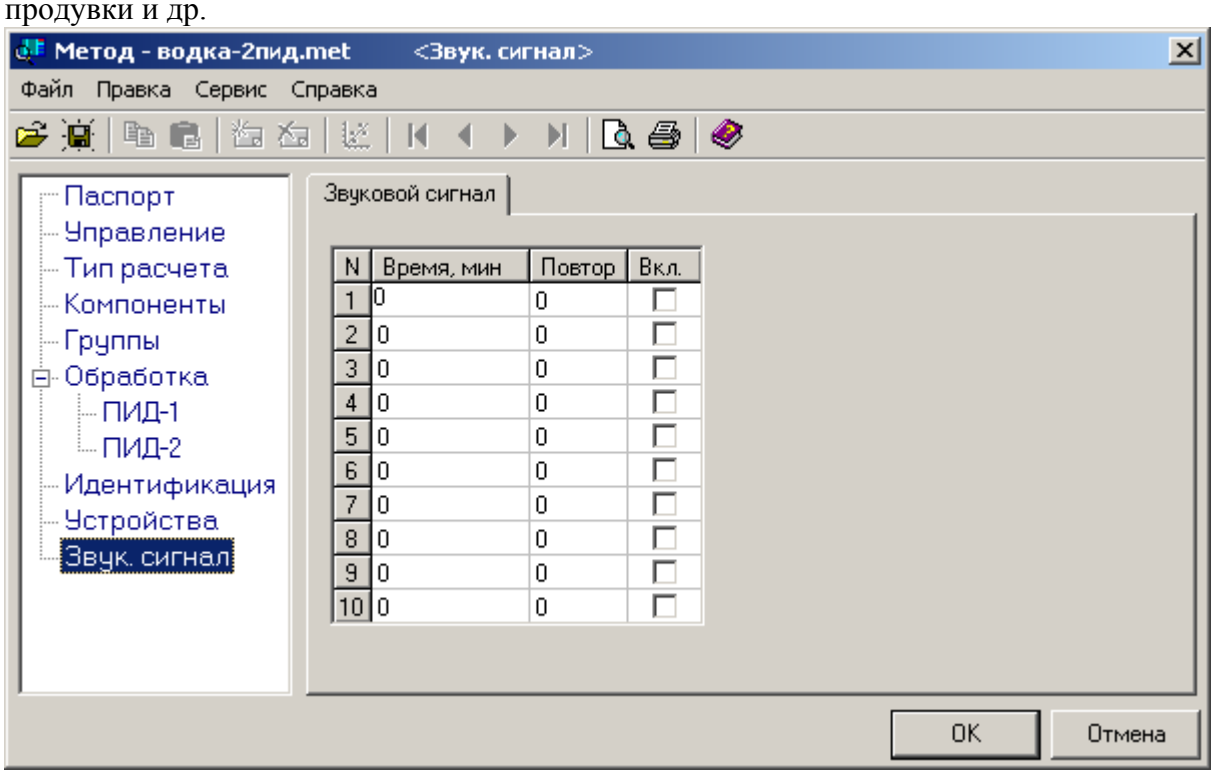


7.5.36 Откройте вкладку "ДАСГ", в которой устанавливается режимы работы автоматического дозатора сжиженного газа: объем пробы, число анализов, время отбора пробы.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.5.37 Откройте вкладку "Звук.сигнал", в которой устанавливаются режимы подачи звукового сигнала во время анализа, например, для переключения крана обратной продувки и др.



7.5.38 После записи всех параметров в новый метод или изменения необходимых параметров в существующем методе, для их записи в память компьютера нажмите

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

кнопку "ОК". Кнопка "Отмена" служит для удаления записанных параметров метода.

7.6 Запуск метода

7.6.1 Если во вкладке "Настройки программы - Общие" активизирована кнопка "Автозапуск методики по включению" (см. п.7.3.3), через несколько секунд после загрузки программы произойдет автоматический запуск метода, указанного в окне «Запуск анализа». Для ручного запуска метода, или перехода на другой метод, необходимо нажать иконку в командной строке главного окна.

7.6.2 На экране появится окно "Запуск анализа" с вкладкой "Запуск/Стоп", в которой устанавливаются:

- в строке "Метод" - имя файла созданного метода анализа, по которому будет выполняться анализ и обработка его результатов (этот метод запускается). Имя файла может быть выбрано из соответствующей библиотеки файлов после нажатия кнопки (после выбора метода кнопка исчезает, при повтороном открытии вкладки - вновь появляется);
- в строке "Хроматограмма" - имя файла, в который будет записываться хроматограмма, во время и после проведении анализа.

Имя файла может быть выбрано из соответствующей библиотеки аналогично выбору файла метода. Хроматограммы хранятся в каталогах, которые имеют одинаковое имя с методом, при котором они проводятся. Если имя не выбрано, то программа сама присваивает порядковый цифровой номер вслед за последней хроматограммой в данном каталоге, начиная с 1.

Доступ для просмотра или корректировки выбранного метода осуществляется путем двойного нажатия левой клавиши мыши по названию метода.

Кроме того, в зависимости от типа применяемого расчета в данной вкладке задаются (строки для ввода появляются в соответствии с выбранным методом расчета хроматограмм):

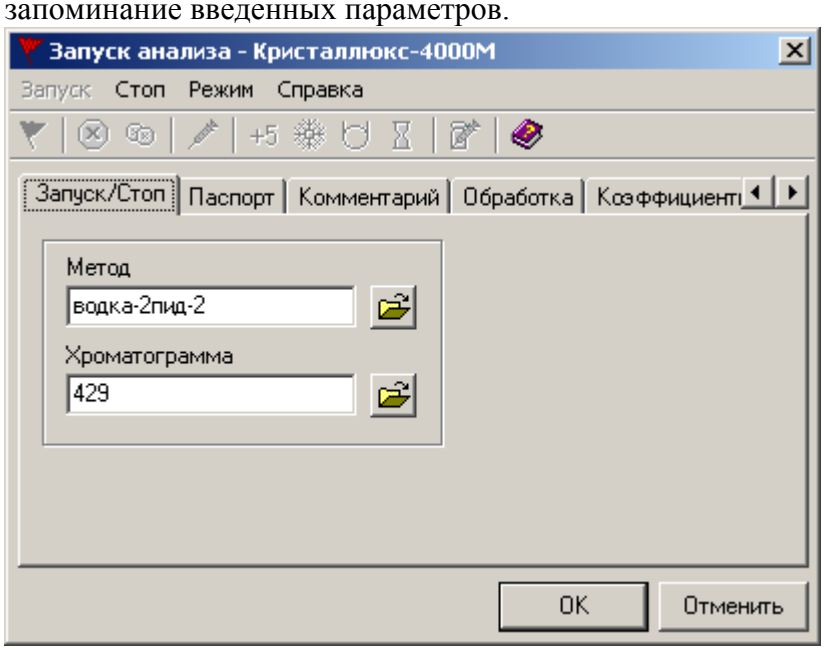
- при расчете "сухой газ" – коэффициент $K=N_2/O_2$, учитывающий содержание в пробе воздуха, т.е. "завоздушенность" пробы (отношение азота к кислороду, выбирается из справочника или нормативной документации, например, K=3,714);
- при расчете "сжиженный газ" - температуру отбора пробы и величину отклонения от нее (± град.), коэффициент K=N2/O2;
- при расчете "бензин/нефть" – допустимое содержание неидентифицированных компонентов в бензине (концентрация сверх допустимой распределяется среди оставшихся групп, кроме группы парафинов);
- при расчете содержания бензола в бензине методом внутренней нормализации - плотность бензина;
- при расчете методом внешнего стандарта – объем вводимой пробы;

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

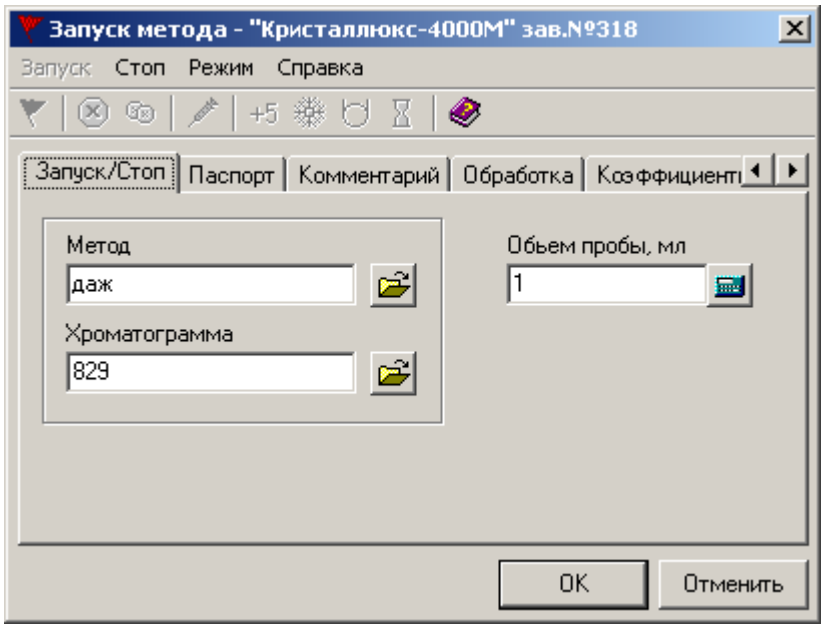
- при расчете содержания примесей в спиртных напитках – объем пробы и крепость (% содержания этилового спирта в пробе) анализируемой пробы;
- при расчете "горючий газ" - температуру отбора пробы, коэффициент К=N2/O2, суммарное содержание воздуха (N2+O2) и (или) сероводорода и двуокиси углерода (H2S+CO2), если они определяются другим аналитическим методом;
- при расчете "нефтяной газ" - температуру отбора пробы и коэффициент К=N2/O2;
- при расчете "трансформаторное масло" - объем вводимой пробы;
- при расчете содержания сероводорода и меркаптанов в нефти - объем пробы и плотность нефти;
- при расчете методом внутреннего стандарта – масса или объем внутреннего стандарта и масса (объем) чистой пробы, или содержание внутреннего стандарта в пробе в %;
- при расчете содержания бензола в бензине методом внутреннего стандарта - масса пробы и стандарта, плотность бензина;
- при расчете методом стандартной добавки - массу стандарта и пробы;
- при расчете содержания алкоголя в биологических жидкостях человека (крови или моче) – количество стандарта (произведение концентрации стандарта на его объем), объем стандарта (в графе проба) и коэффициент, учитывающий анализируемую биожидкость (градуировка - К=1,0; моча - К=1,05; кровь - К=0,95).

Если размерность объема пробы определяется в мл, то рядом с графой "Объем пробы, мл" появляется кнопка калькулятора расчета объема газовой пробы (см. п.8.6). При работе с автоматическими устройствами (ДАГ, ДРП, ДАСГ), изменение объма пробы в строке "Объем пробы" приводит к изменению объема пробы в методе (см. п.7.5.28, п.7.5.31, п.7.5.36) и наоборот.

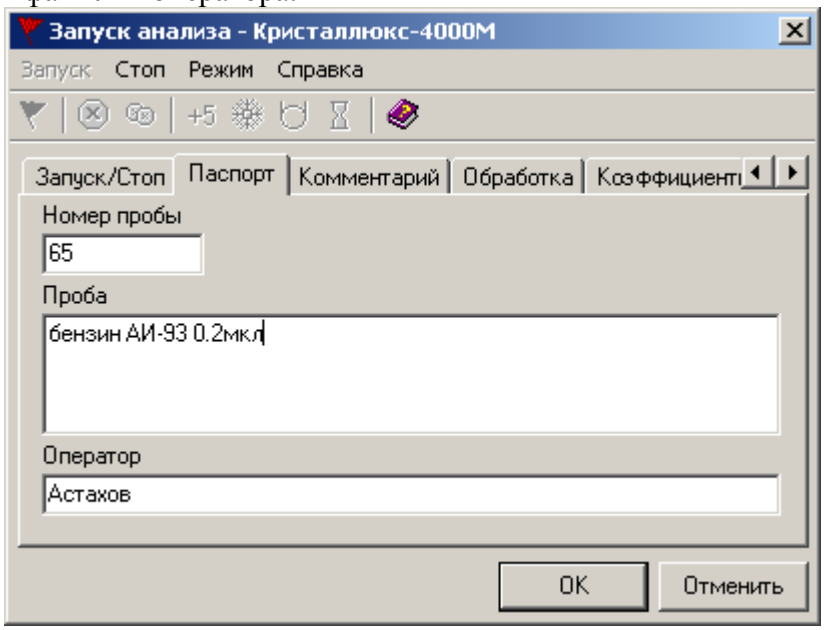
Кнопка ОК в этой вкладке служит для того, чтобы запомнить введенные параметры во всех вкладках. При нажатии кнопки происходит запуск метода и одновременное запоминание введенных параметров.



© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

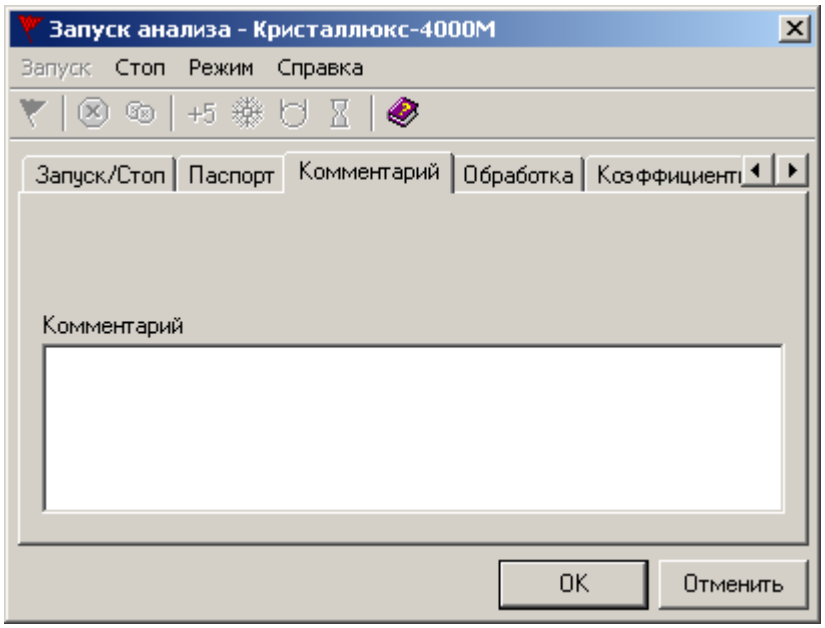


7.6.3 Откройте вкладку "Паспорт", в которой устанавливаются:
- номер пробы (при установке в п.7.3.5 функции "Автоувеличение номера пробы" номер пробы устанавливается программой автоматически путем сквозной номерации анализов);
- наименование пробы;
- фамилия оператора.



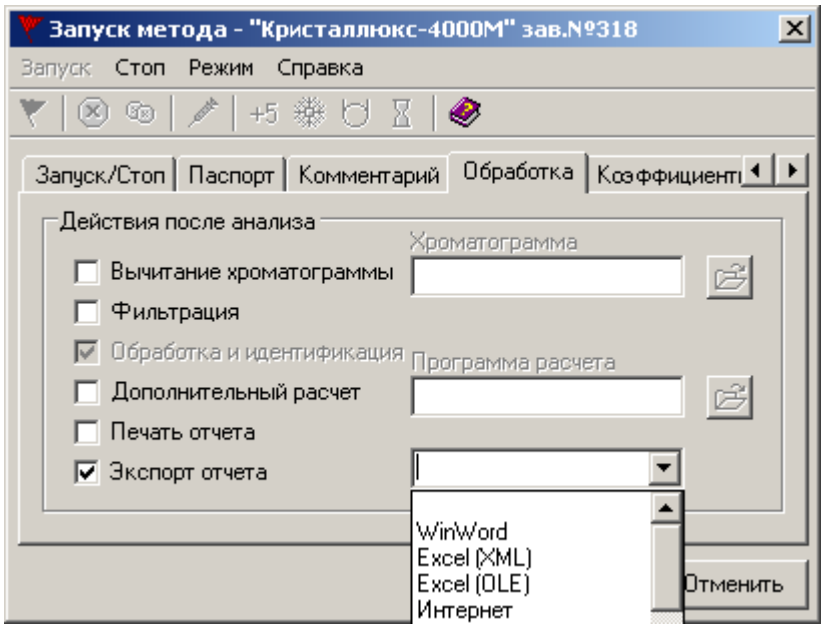
Кроме того можно заполнить вкладку "Комментарий", в которой привести дополнительные сведения о данном анализе.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

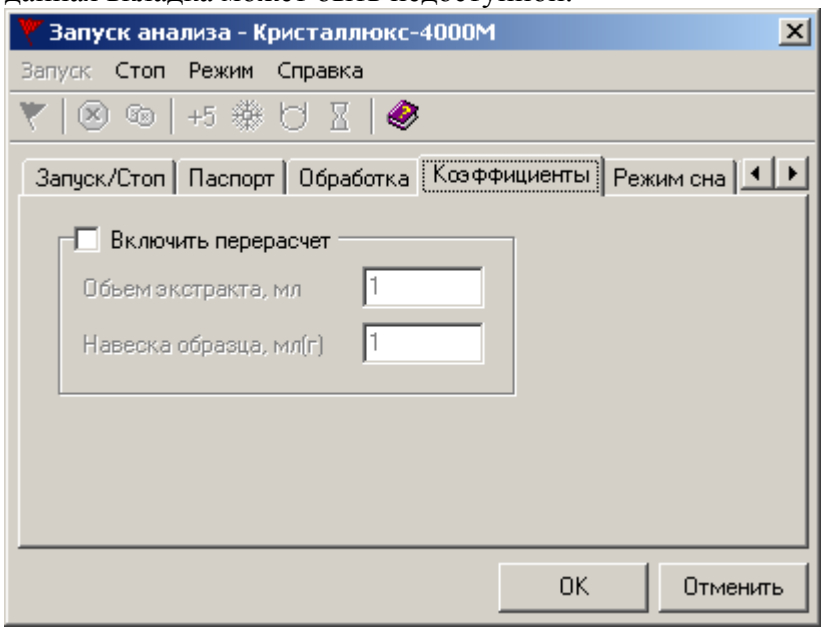


7.6.4 Откройте вкладку "Обработка", в которой устанавливаются необходимые операции над хроматограммой.
В левой части представлена последовательность операций над хроматограммой, часть из которых можно исключить (кроме обработки и идентификации), а именно:
- «Вычитание хроматограммы» (при активизации строки из записываемой хроматограммы вычитается хроматограмма, например, "холостой разгонки", имя файла которой выбрано в окне "Хроматограмма" (выбор по кнопке);
- "Фильтрация" - проведение автоматической фильтрации хроматограммы в соответствии с выбранным режимом (см.п.7.5.21);
- "Дополнительный расчет" - проведение дополнительного расчета, в т.ч. по программе пользователя, имя файла дополнительного расчета может быть выбрано в окне "Программа расчета" (выбор по кнопке);
- "Печать отчета" - автоматический вывод на печатающее устройство отчета о результатах анализа, сразу после его завершения;
- "Экспорт отчета" - по окончании анализа программа автоматически создает файл отчета с выбранным именем (в строке ввода) и в выбранном формате (выбор по кнопке), кроме приведенных в перечне, файл создается в форматах: Графика (bmp), Графика (jpg), (pdf) , Excel ( ) , O , (Win), (DOS), (Ampersand) .

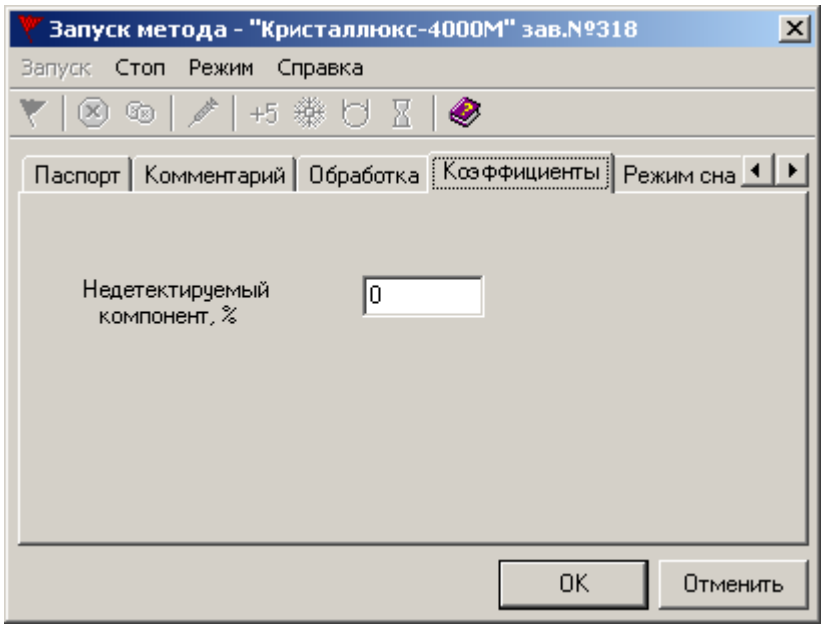
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.6.5 Откройте вкладку "Коэффициенты", в которой устанавливаются различные коэффициенты для выбранных согласно методу количественных расчетов (первый пример для расчета внешний стандарт, второй - нормализация). Для некоторых методов данная вкладка может быть недоступной.

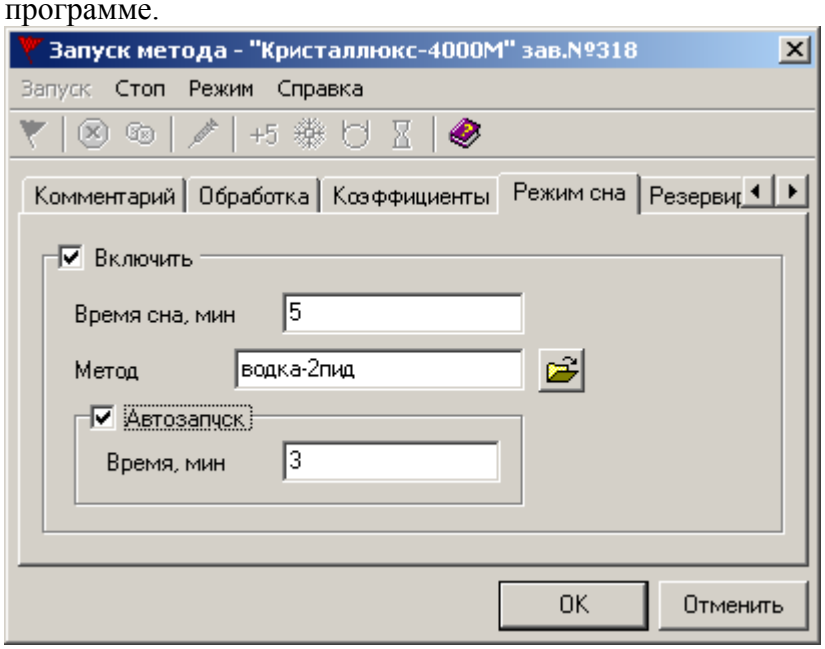


© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.6.6 Откройте вкладку "Режим сна", доступ к которой появляется после нажатия кнопки . В этой вкладке при активизации строки «Включить» устанавливаются:
- время, на которое включится режим сна, при нажатии соответствующей кнопки (см. п.7.6.8);
- название метода сна (доступ к перечню методов осуществляется при нажатии кнопки).

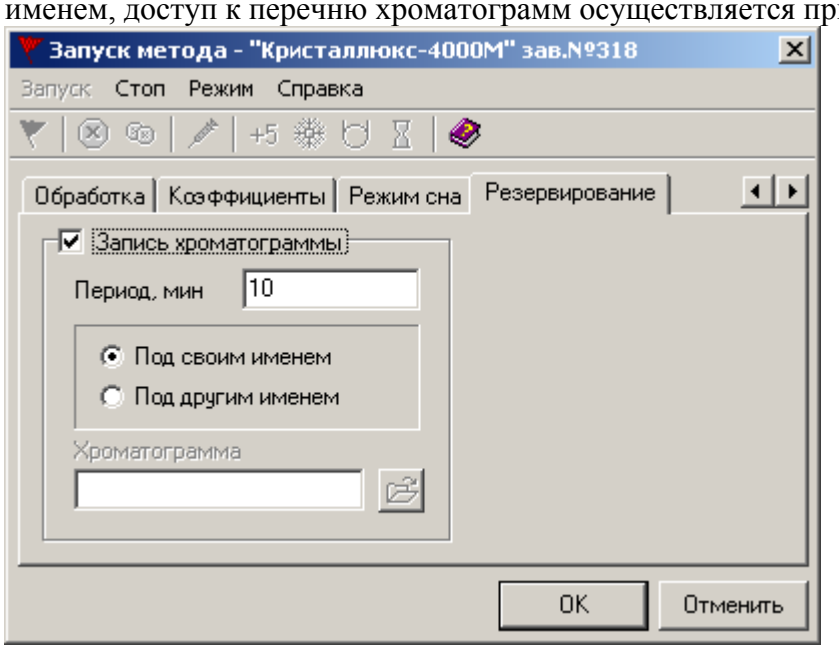
При активизации строки "Автозапуск" необходимо установить время, по истечении которого произойдет автоматический запуск выбранного метода сна, если хроматограф находится на этапе «Ввод пробы», но оператор не вводит пробу и не работает в программе.



7.6.7 Откройте вкладку "Резервирование", доступ к которой появляется после нажатия кнопки . В этой вкладке задается режим записи временных хроматограмм

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

текущего анализа при активизации строки «Запись хроматограмм» и задания периода резервирования в мин. Кроме того, задается имя под которым будет храниться хроматограмма, если необходимо сохранить хроматограмму под любым (другим) именем, доступ к перечню хроматограмм осуществляется при нажатии кнопки .



Доступ к первым вкладкам окна осуществляется при нажатии кнопки .

7.6.8 Выбранный метод запускается путем нажатия кнопки в командной строке окна "Запуск анализа". Кроме того, из командной строки выполняются следующие команды, путем нажатия соответствующих кнопок (в порядке расположения за кнопкой):

- досрочное окончание анализа (нажатие разрешено на этапе "анализ");

- досрочное окончание серии анализов при работе с автоматическими дозаторами (нажатие разрешено на этапе "анализ");

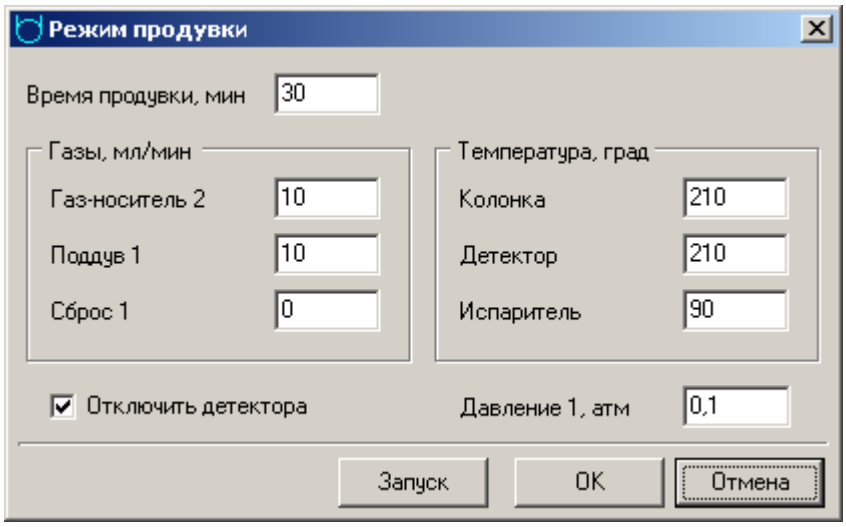
- старт анализа аналогично нажатию кнопки "Старт" хроматографа (нажатие разрешено на этапе "Ввод пробы");

+5 - увеличение времени анализа на 5 мин. Операция производится, если оператор заметил, что время анализа истекает, а из колонки вышли не все компоненты. Операция может производится многократно. Решение об увеличении времени анализа для последующих анализов оператор принимает после окончания данного анализа (нажатие разрешено на этапе "анализ");

- запуск режима охлаждения, при этом для всех термостатов устанавливается температура 20 ^{o}C, а расходы газов сохраняются, детекторы выключаются, т.е. гасится пламя, отключается ток и др. (нажатие разрешено на всех этапах, кроме "нулевого");

- запуск режима продувки, при этом открывается окно "Режим продувки" (нажатие разрешено на всех этапах, кроме "нулевого" и "анализ"). Задание режима продувки аналогично п.7.5.8. Режим "Отключить детектора" применяется при кондиционировании колонок, когда работающие детекторы не нужны.

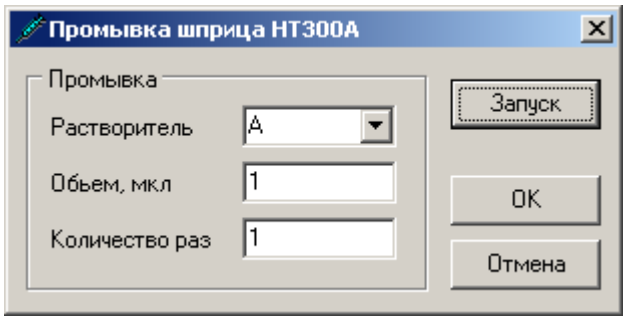
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



По нажатию кнопки "Запуск" режим продувки запускается, по нажатию кнопки ОК - запоминается;

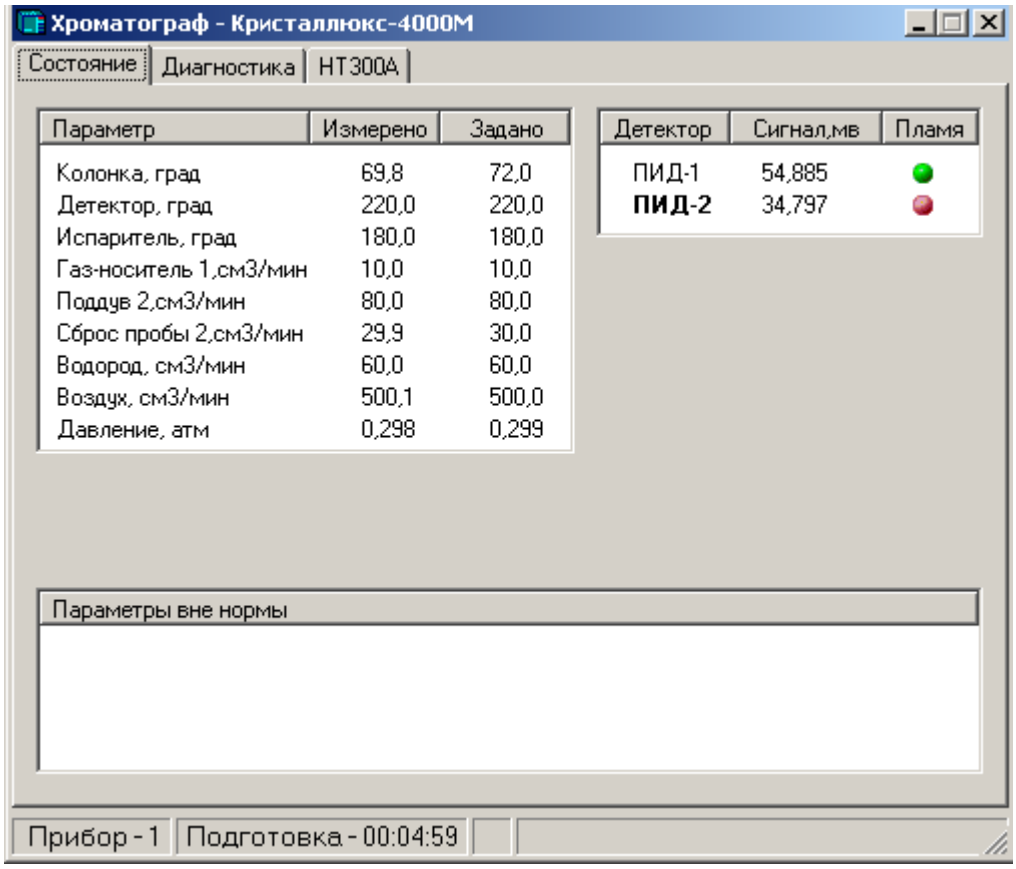
- запуск режима сна (нажатие разрешено на этапе "ввод пробы"). При нажатии этой кнопки, выполняется выбранный в п.7.6.6 режим сна.

- промывка шприца автоматического дозатора жидких проб НТ300А (кнопка появляется при работе с автодозатором). При нажатии этой кнопки открывается соответствующее окно, в котором задаются параметры промывки в соответствии с п.7.5.32.

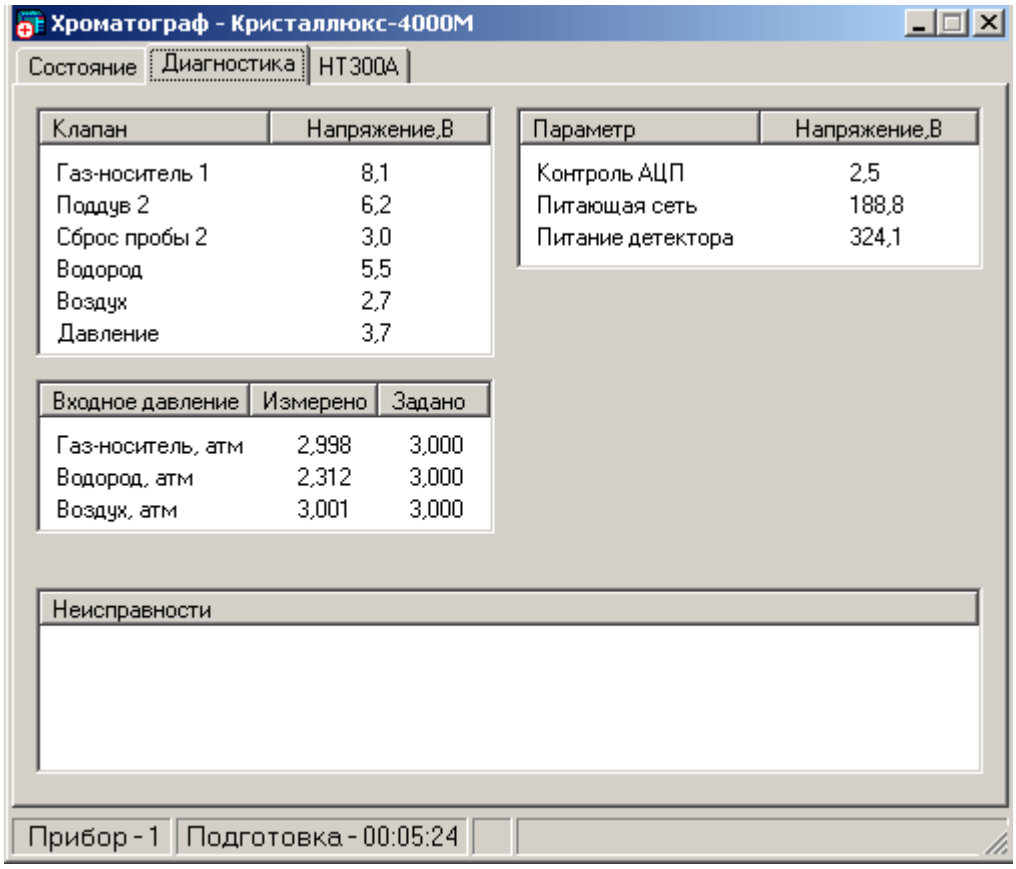


7.6.9 После запуска метода хроматограф переходит из этапа "нулевой" в этап "подготовка" и начинает приводить параметры режима (температуры, расходы газов, поджиг пламени и др.) в соответствие с заданными параметрами выбранного метода. На данном этапе целесообразно открыть окна "Хроматограф" с вкладками "Состояние" и "Диагностика" и, если установлен автоматический дозатор, то "НТ300А", если установлен дозатор равновесного пара, то "ДРП" и проконтролировать соответствие заданных и измеренных параметров. Для этого необходимо нажать на иконку и открывать поочередно упомянутые вкладки или использовать "горячие" клавиши F5, F6 клавиатуры компьютера (см. таблицу 2). На вкладке "Состояние" рабочий детектор выделен жирным шрифтом. На вкладке "Состояние", "Видеосамописец" и др. выведены два канала одиночного ДТП - положительный - ДТП+ и отрицательный - ДТП- (сигнал с детектора появляется только на одном канале в зависимости от полярности).

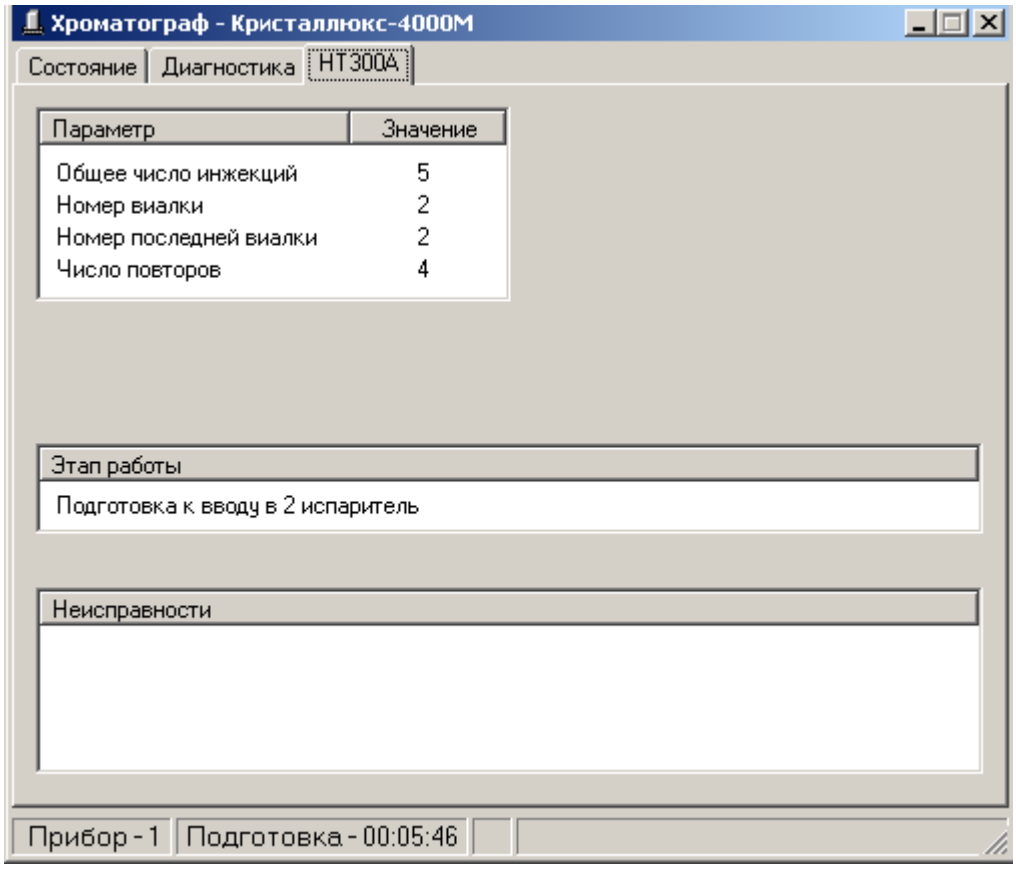
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



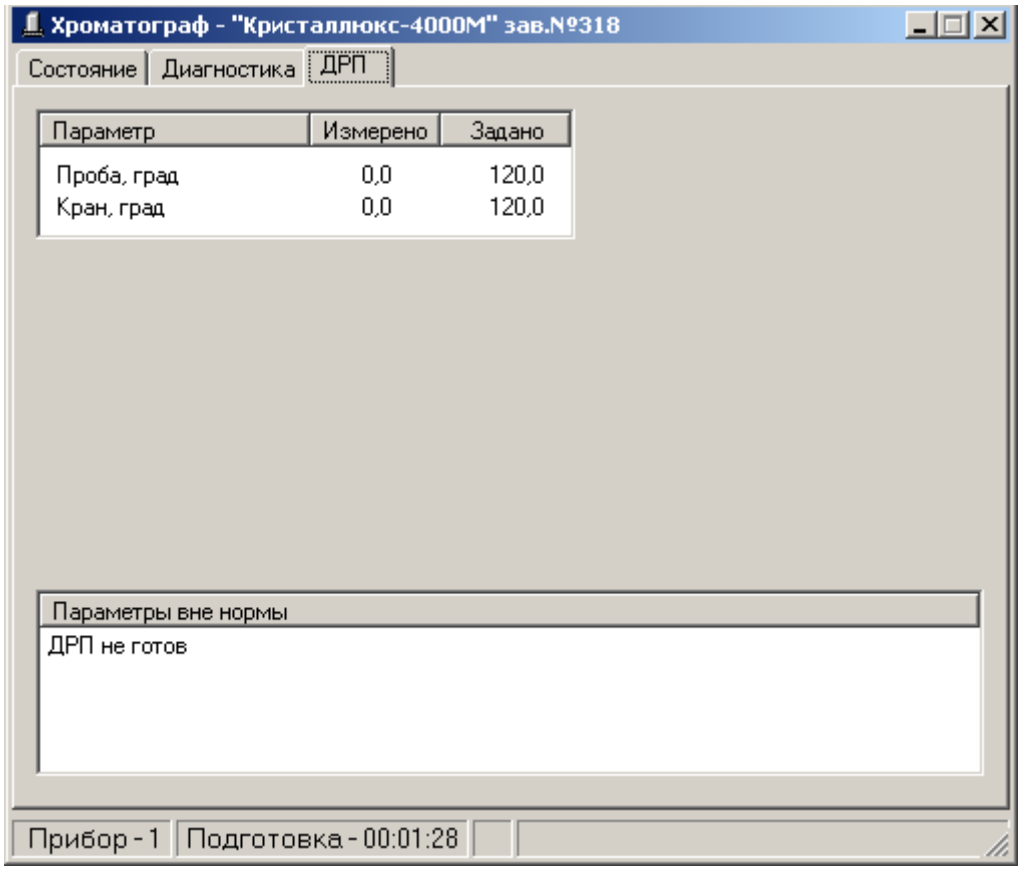
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

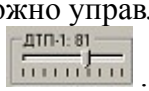


© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

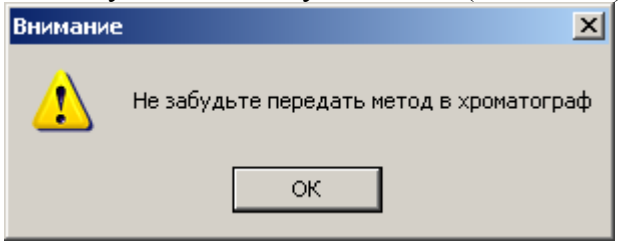


© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



Кроме функций контроля параметров, во вкладке "Состояние" можно управлять балансом ДТП с помощью органа управления ползункового типа 

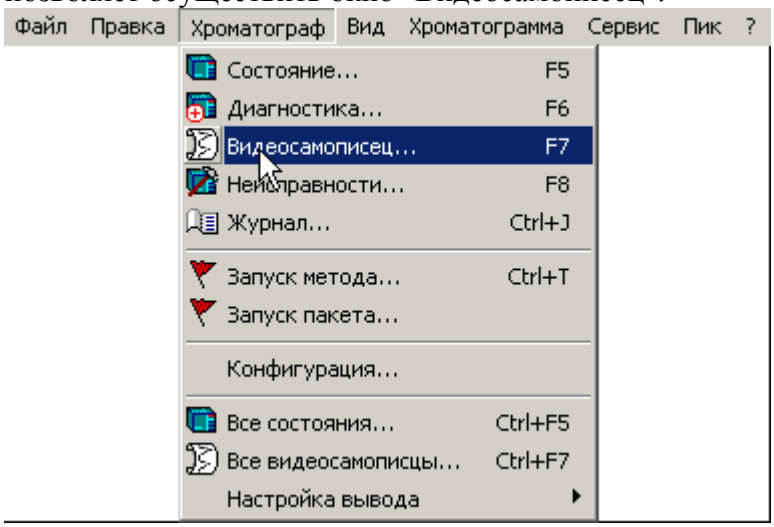
. Ползунок управляется как передвижением, так и в пошаговом режиме (нажатием левой клавиши мыши при установке курсора слева или справа от ползунка). Во вкладке можно также наблюдать текстовые сообщения о всех неисправностях хроматографа в окнах "Параметры вне нормы" вкладки "Состояние" и "Неисправности" вкладки "Диагностика", "НТ300А". Во вкладке "НТ300А" в графе "Этап работы" появляются сведения о текущем этапе работы дозатора. Неисправности, по причине которых дальнейшее проведение анализа невозможно, отмечены красным цветом (авария). Другие неисправности снижают достоверность анализа.
Если выйти из программы на этапе "Ввод пробы", а затем войти вновь, при этом автозапуск метода не установлен (см. п.7.3.3), появится сообщение.



© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

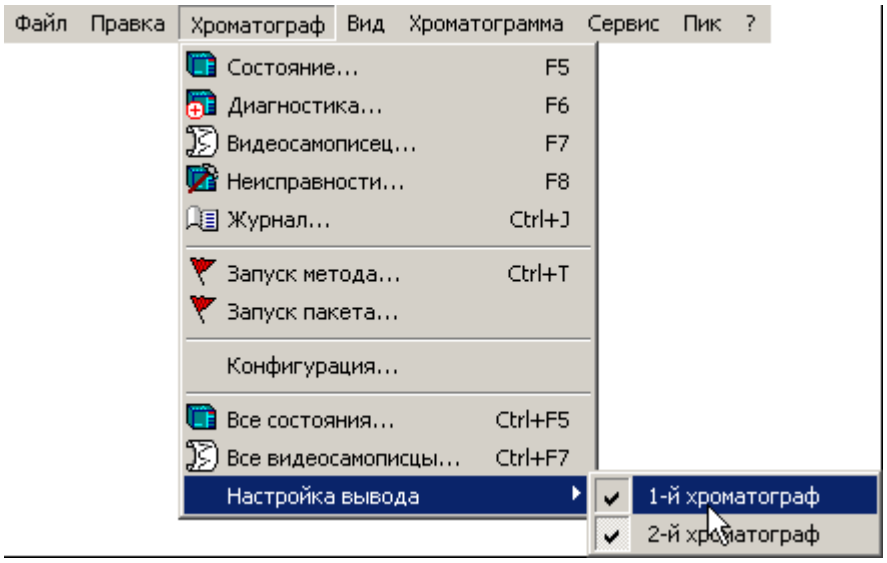
7.7 Проведение анализа

7.7.1 После того, как все параметры хроматографа будут установлены в соответствии с заданным методом анализа, а величины шума и дрейфа достигнут нормы - хроматограф перейдет на этап "ввод пробы". На данном этапе можно ввести пробу и провести анализ. Проба вводится согласно указаниям соответствующего раздела "Руководства по эксплуатации" МКУБ.415338.001 РЭ. При этом необходимо нажать кнопку "Старт" на хроматографе. По окончании анализа хроматограмма запишется в память персонального компьютера для последующих обработки и расчета.
При выходе хроматографа на режим на этапе "подготовка" и в последующем, в т.ч. при проведении анализа полезно наблюдать изменение сигнала детектора во времени, что позволяет осуществить окно "Видеосамописец".

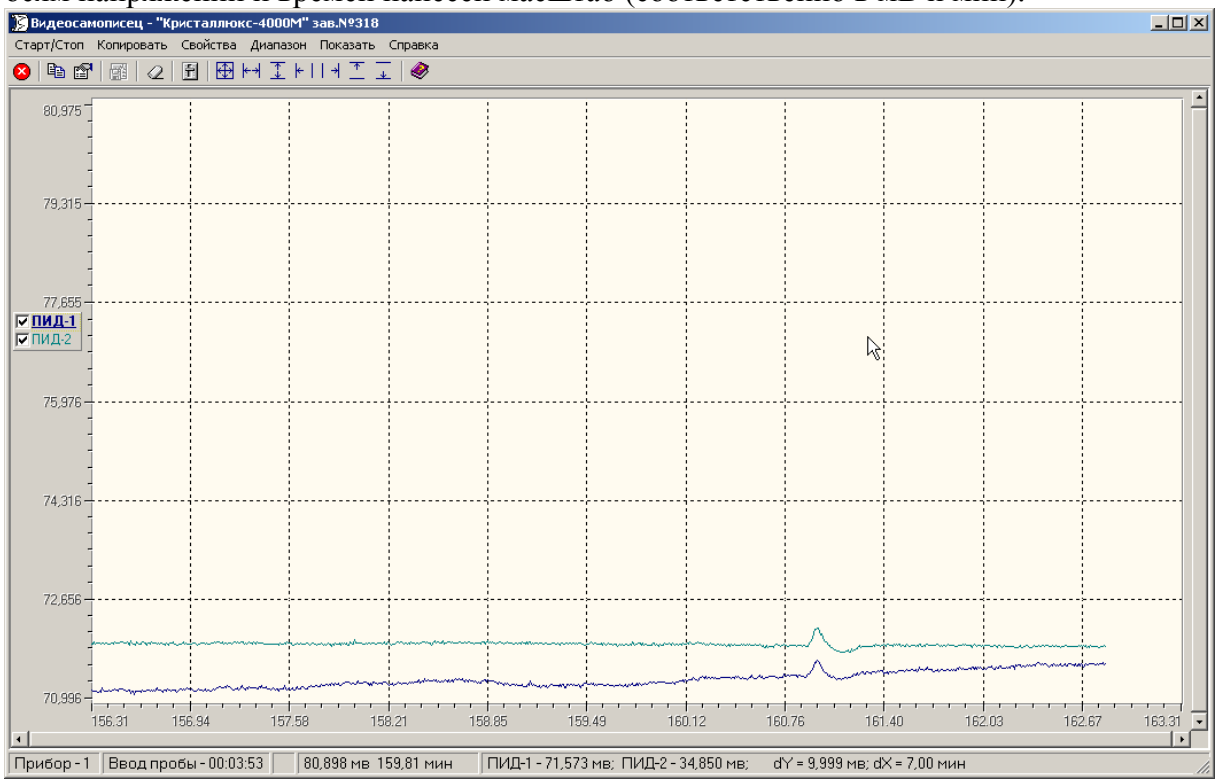


Для работы с этим окном нажмите последовательно кнопки "Хроматограф" и в открывшемся меню "Видеосамописец", или и "Видеосамописец", или кнопку , или клавишу F7 клавиатуры компьютера. После проведения перечисленных операций на экране монитора появится окно "Видеосамописец".
При работе с несколькими хроматографами, а также хроматографом и сателлитом под кнопкой "Конфигурация" появятся еще две кнопки: "Все состояния" (Ctrl+F5) и "Все видеосамописцы" (Ctrl+F7). При нажатии на эти кнопки одновременно выводятся соответствующие окна всех хроматографов и сателлитов. При выборе строки "Настройка вывода" появляется дополнительное меню, в котором можно отключить вывод "Состояния" и "Видеосамописца" любого хроматографа из списка, для чего убрать знак **V** из данной строки.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



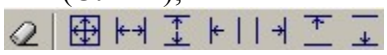
7.7.2 В окне "Видеосамописец" одновременно выводятся сигналы от одного до трех детекторов, участвующих в анализе. Выбор детекторов для вывода в окно осуществляется активизацией соответствующей строки панели детекторов (на рисунке "ПИД-1"). Сигналы детекторов выводятся разными цветами, совпадающими с цветом названия детектора в строке. В строке состояния окна выводятся номер прибора, наименование и время этапа, координаты острия стрелки курсора в окне, напряжение сигнала детекторов в данный момент времени и размах сигналов подчеркнутого в строке состояния детектора по оси напряжений и времен. Также для этого детектора по осям напряжений и времен нанесен масштаб (соответственно в мВ и мин).



7.7.3 В командную строку окна занесены кнопки, позволяющие осуществить

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

основные функции управления, а также "горячие" кнопки, соответствие которых между собой, а также "горячими" клавишами клавиатуры приведено ниже:

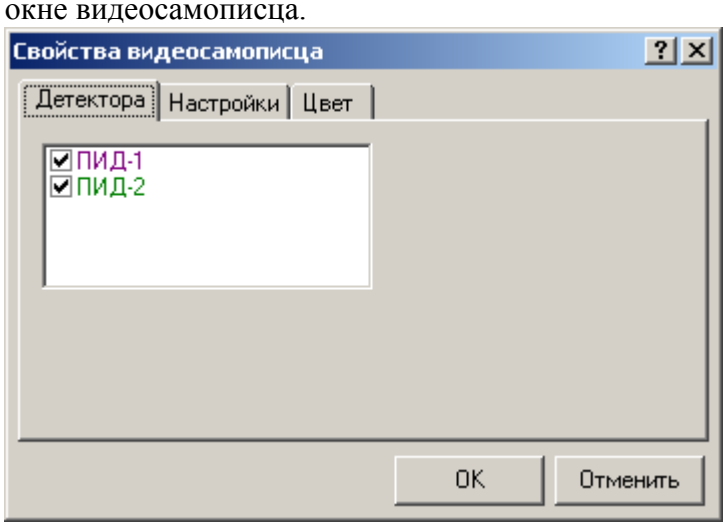
- "Старт/Стоп" - соответственно (Ctrl+T) или (Ctrl+S);
- "Копировать" - соответственно (Ctrl+C);
- "Свойства" - (Alt+Enter);
- "Записать хроматограмму" (Ctrl+W);
- "Диапазон" - (Ctrl+D);
- "Показать" -  - соответственно по порядку: "очистить окно" (Ctrl+X), "показать все" (Ctrl+A), "показать все по времени", "показать все по высоте", "показать начало", "показать конец", "показать вверху", "показать внизу").

Перечисленные "горячие кнопки" появляются в окне при нажатии правой клавиши мыши.

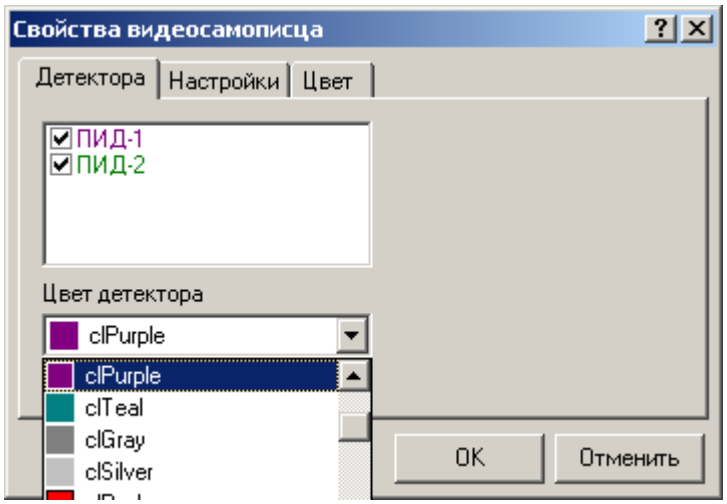
Основное отличие видеосамописца от файла хроматограммы состоит в том, что сигналы детекторов в него выводятся независимо от этапа работы хроматографа. Как правило, при запуске программы, видеосамописец начинает работать, поэтому специально запускать его не надо. Остановить самописец можно, нажав на кнопку . Повторный запуск самописца осуществляется с помощью кнопки . Эти кнопки меняют друг друга в зависимости от состояния самописца.

Можно записать текущее окно видеосамописца

7.7.4 Нажмите в окне "Видеосамописец" кнопку "Свойства", после чего откроется окно "Свойства видеосамописца" с вкладкой "Детектора". В этой вкладке активизация строк детекторов (знак "V") означает, что они выводятся в панель детекторов видеосамописца. Если навести стрелку курсора мыши на название детектора и нажать ее левую клавишу, то появится строка ввода для изменения цвета сигнала детектора, перечень цветов открывается с помощью клавиши и линейки прокрутки. Вкладку "Свойства" можно открыть, также нажав на правую клавишу мыши, установленной в окне видеосамописца.



© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

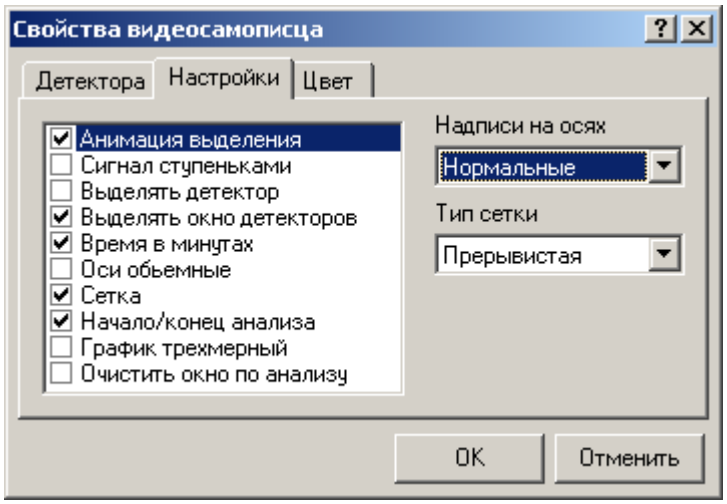


7.7.5 Откройте вкладку "Настройки", в которой устанавливаются следующие функции:

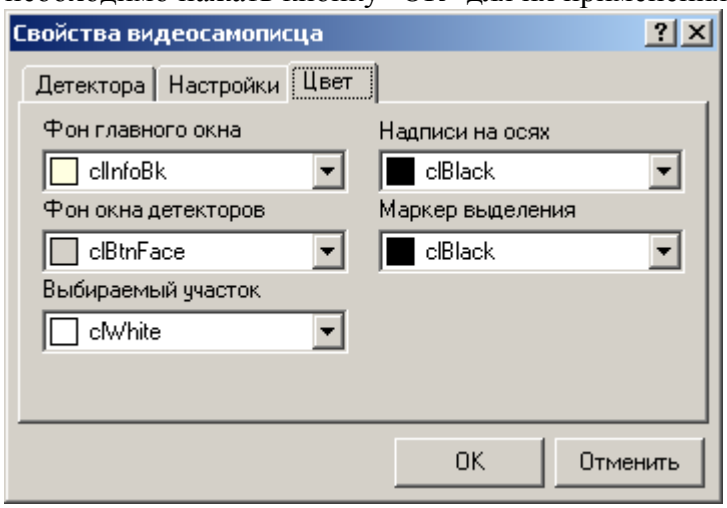
- "Анимация выделения" - при активизации строки выбранный участок хроматограммы разворачивается медленно;
- "Сигнал ступеньками" - при активизации строки сигнал выводится ступеньками, в противном случае ступеньки сглаживаются;
- "Выделять детектор" - при активизации строки сигнал подчеркнутого детектора выводится более толстой линией;
- "Выделять окно детекторов" - при активизации строки окно детекторов становится объемным;
- "Время в минутах" - при активизации строки время по оси времени графика указывается в минутах, в противном случае - в часах и минутах;
- "Оси объемные" - при активизации строки оси графика становятся объемными;
- "Сетка" - при активизации строки в окно видеосамописца выводится сетка;
- "Начало/конец анализа" - при активизации строки на графике отмечены соответственно начало и конец анализа;
- "График трехмерный" - при активизации сигналы от разных детекторов выведены в трехмерном виде;
- "Очистить окно по анализу" - при активизации строки окно очищается в начале каждого следующего анализа и хроматограмма записывается начиная с левого края окна;
- "Единая шкала по оси сигнала" - при активизации строки шкала по осям сигналов и времен для всех детекторов (см. п.7.7.2) становится единой и равной шкале детектора с максимальным сигналом.

В этой вкладке можно также выбрать тип вывода надписей на осях графика и тип сетки: надписи на осях - нормальные, выпуклые и вдавленные, тип сетки - прерывистая и сплошная.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.7.6 Откройте вкладку "Цвет", в которой устанавливаются фон главного окна (графика), фон окна детекторов (окно для надписей), фон для выделенного участка хроматограммы, цвет надписей на осях и маркера выделения пика (вертикальная черта). Цвета задаются аналогично п.7.7.4. По окончании задания параметров необходимо нажать кнопку "ОК" для их применения.



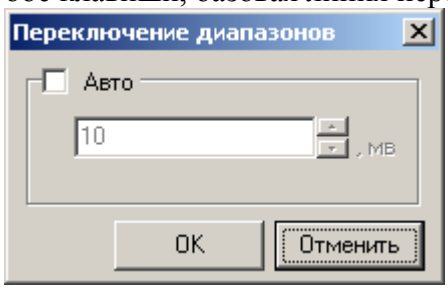
7.7.7 Для увеличения фрагмента хроматограммы можно «выделить» участок хроматограммы нажав на левую клавишу мыши и не отпуская ее сформировать прямоугольник, в который попадет выделенный участок, и после этого отпустить левую клавишу. Для отмены увеличения необходимо дважды щелкнуть по левой клавише мыши на фоне окна самописца. При этом при каждом двойном нажатии будет происходить возврат на один шаг изменения размера фрагмента.

7.7.8 В процессе анализа возникает необходимость проверки работы, записанного в методе режима обработки хроматограмм. Для этого предусмотрена возможность записи временной хроматограммы - режим "Резервирование хроматограммы". Для этого в командной строке окна "Видеосамописец" во время проведения анализа (этап "Анализ") активизируется кнопка "Записать хроматограмму" (на других этапах она бледная). При нажатии на кнопку в библиотеку записывается хроматограмма, длительность которой соответствует времени прошедшему с момента начала анализа до нажатия на кнопку, и под именем, которое получит хроматограмма после окончания

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

анализа (см. п.7.6.2). Если задан режим автоматического резервирования хроматограмм (см. п.7.6.7), то оба режима (ручной и автоматический) действуют параллельно. Запись временной хроматограммы при этом осуществляется под именем, заданным в п.7.6.7.

7.7.9 Нажмите в окне "Видеосамописец" кнопку "Диапазон" или , после чего откроется окно "Переключение диапазонов". В этом окне устанавливается диапазон вывода сигналов детекторов. В режиме, указанном на рисунке осуществляется автоматическая настройка шкалы видеосамописца по величине сигнала. При установке знака "V" в строку "Авто", название строки меняется на "Ручной", при этом масштаб сигнала по оси напряжений можно менять путем записи значения шкалы в строку ввода или изменением шкалы (в два раза) с помощью кнопок (увеличение - вверх, уменьшение - вниз). Масштабирование сигнала по оси времен происходит автоматически при достижении сигналом правого края графика. При очистке окна видеосамописца автоматическое масштабирование производится заново. Кроме того, масштабом графика по оси напряжений можно управлять клавишами управления курсором с клавиатуры компьютера. "Стрелка вверх" увеличивает масштаб (пики становятся выше), "Стрелка вниз" - уменьшает масштаб. Можно изменять масштаб только для выбранного (подчеркнутого) детектора, для этого необходимо нажать клавиши "Ctrl" и клавиши управления курсором. График можно сдвигать как по оси напряжений, так и по оси времен с помощью соответствующих линеек прокрутки видеосамописца. Необходимо помнить, что при искуственном изменении масштаба графика, при выходе графика за пределы оси времени, для просмотра всего графика следует нажать кнопку "Показать все" п.7.7.3. Если на видеосамописце выведены сигналы от нескольких детекторов, то можно при желании совместить базовые линии сигналов различных детекторов (смещается сигнал детектора, название которого подчеркнуто во вкладке детекторов). Для этого стрелка курсора наводится на сигнал детектора, нажимается клавиша "Shift" клавиатуры и левая клавиша мыши, не отпуская обе клавиши, базовая линия переносится в необходимое место.



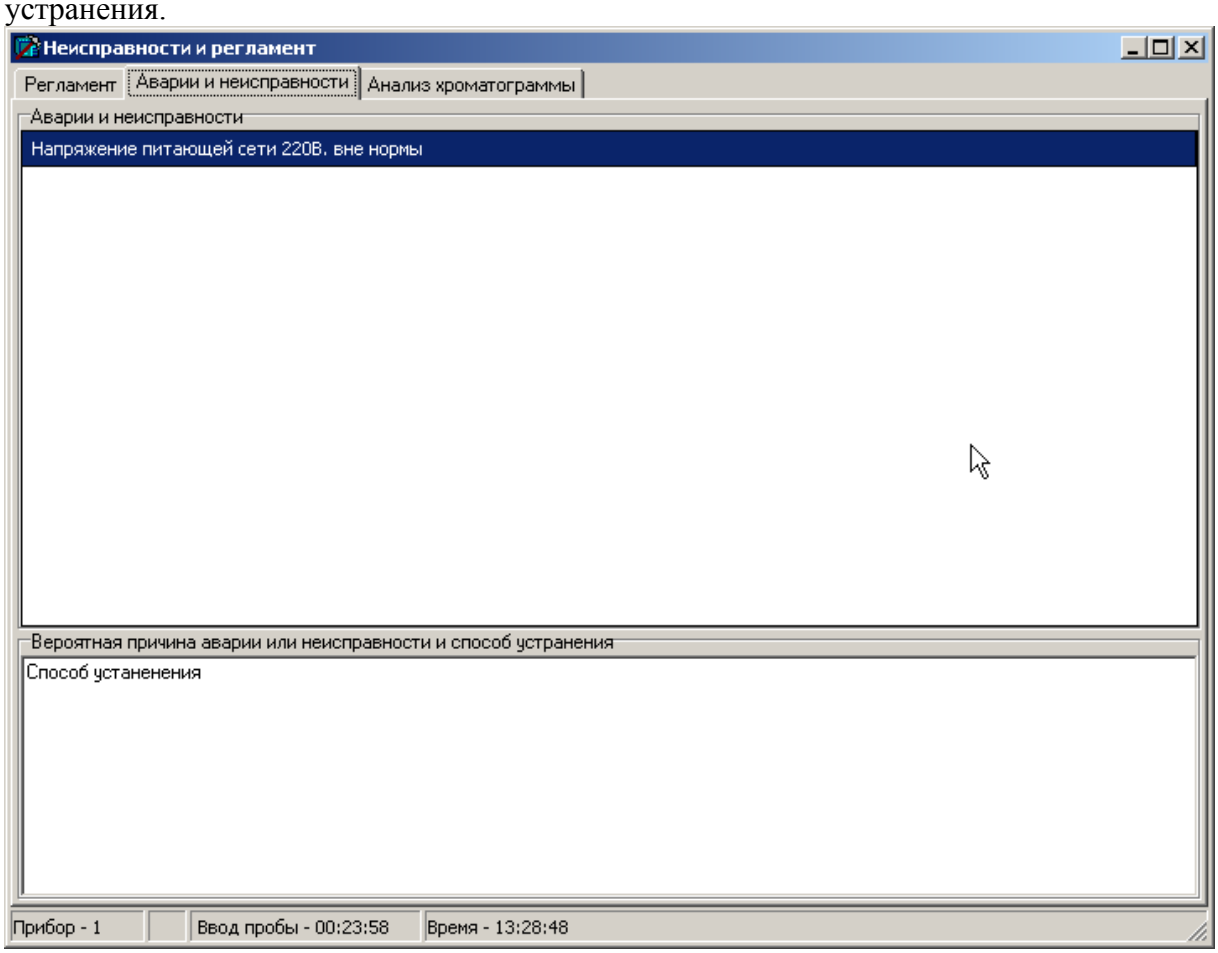
7.7.10 Нажмите во вкладке "Видеосамописец" кнопку "Показать", после чего откроются функции для управления размерами графика (см. п.7.7.3). Функции "Показать открываются также при нажатии правой клавишу мыши, установленной в окне видеосамописца.

7.7.11 В процессе выхода хроматографа на режим и во время анализа могут возникнуть некоторые неисправности. О том, что возникли неисправности сигнализируют специальные сигналы:

- в главном окне на любом этапе при неисправности появляется "дымок" на кнопке соответствующего хроматографа ( );
- в окнах "Видеосамописец" и "Хроматограф" (состояние прибора) на этапах "Ввод

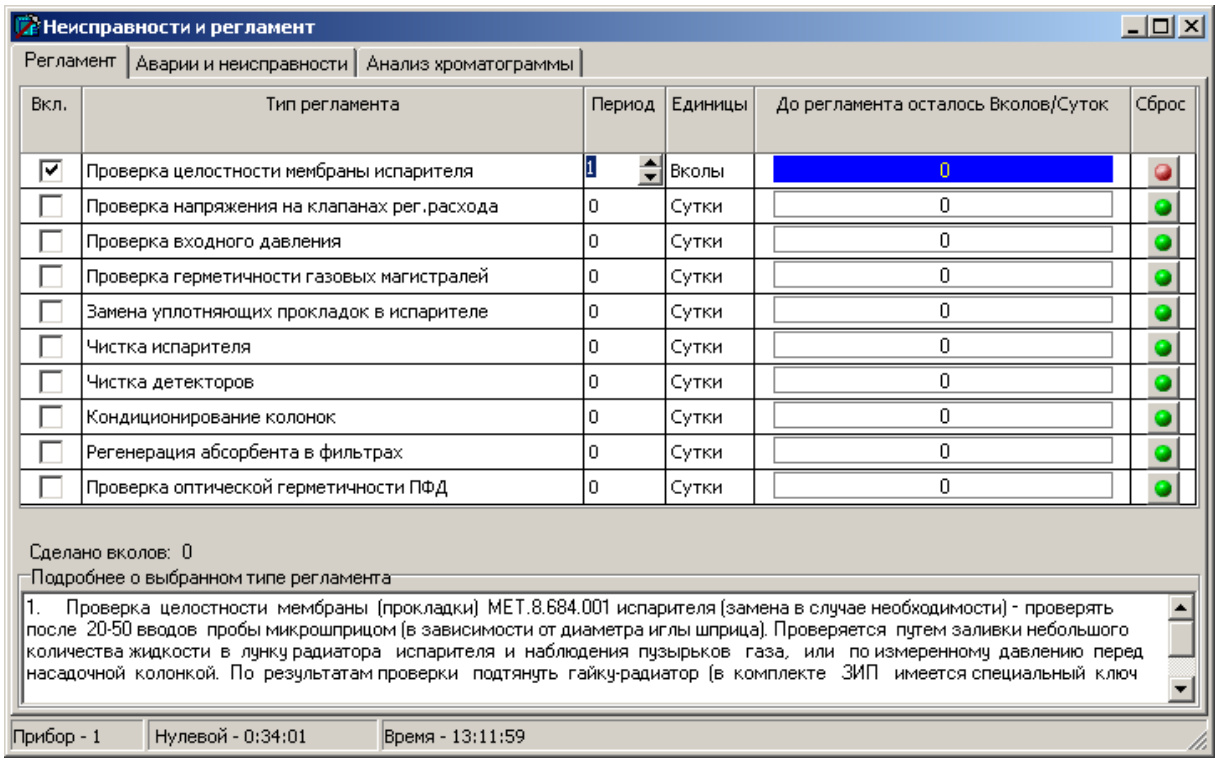
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

пробы" и Анализ" при неисправности появляется знак после наименования этапа. Для просмотра неисправностей, возможных мер по их устранения и необходимости проведения регламентных работ, наряду с окнами "Состояние" и "Диагностика" используйте окно "Неисправности и регламент". Нажмите кнопки и "Неисправности" или клавишу F8 клавиатуры компьютера, после чего откроется окно "Неисправности и регламент" с вкладкой "Аварии и неисправности", в которой выводятся все возникшие аварии и неисправности, а также возможные способы их устранения.



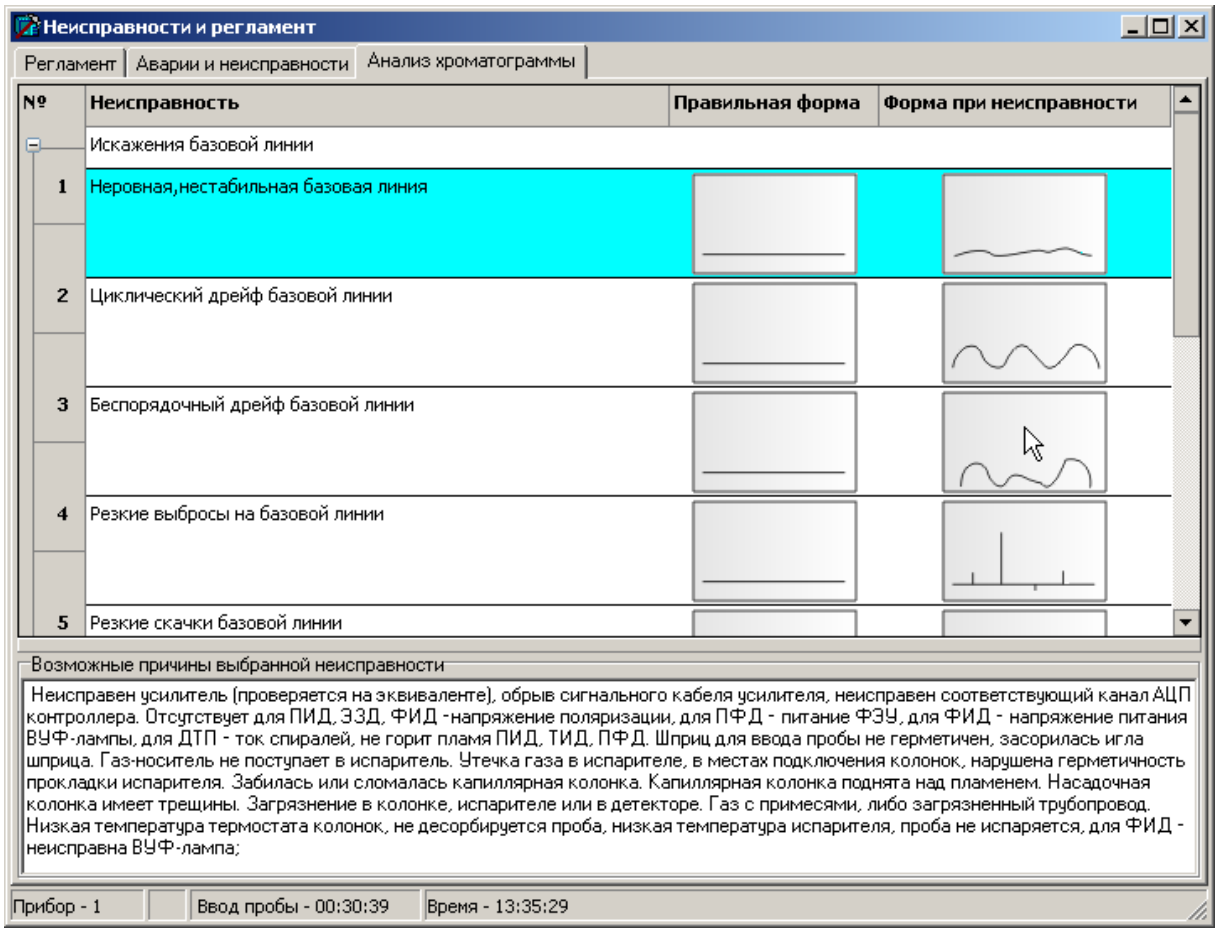
7.7.12 Откройте вкладку "Регламент", в которой перечислены основные регламентные работы, методы их проведения, периодичность, контроль оставшегося ресурса до регламентных работ. Включение контроля регламента осуществляется установкой знака "V" в соответствующей строке. Период контроля устанавливается кнопками в столбце "Период". Окончание ресурса определяется по знаку на рабочем хроматографе (в левом нижнем углу главного окна программы). После проведения регламентных работ, при нажатии соответствующей кнопки "Сброс" (при окончании регламента она имеет красный цвет), контроль ресурса возобновляется с изначально записанного значения. Описание регламентных работ приведено под перечнем регламента.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



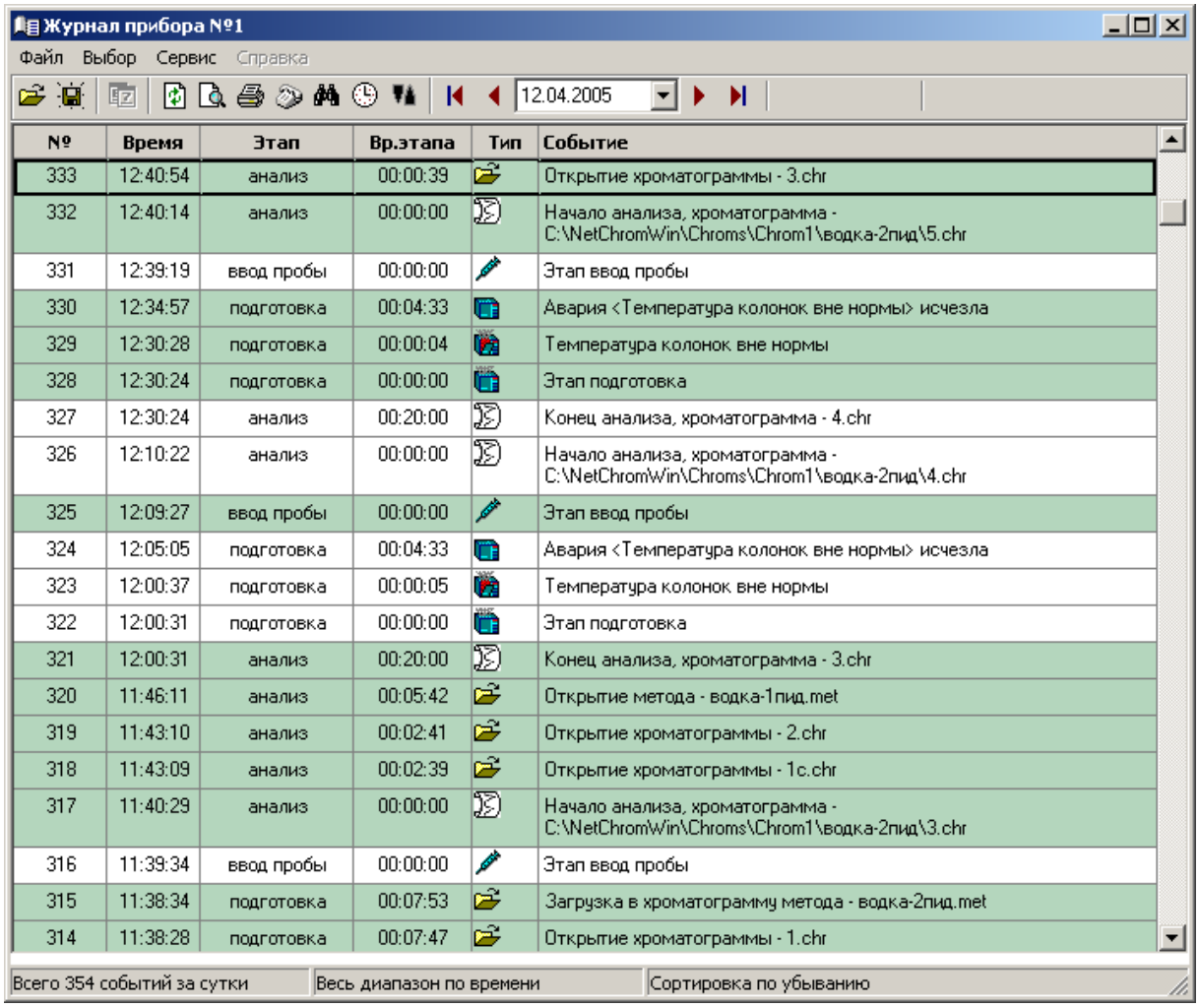
7.7.13. Откройте вкладку "Анализ хроматограммы", в которой выводятся наиболее типичные искажения хроматографиического сигнала (искажения базовой линии, искажения формы пика, искажения хроматограммы) и возможные способы их устранения, которые появляются при выделении выбранного искажения.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



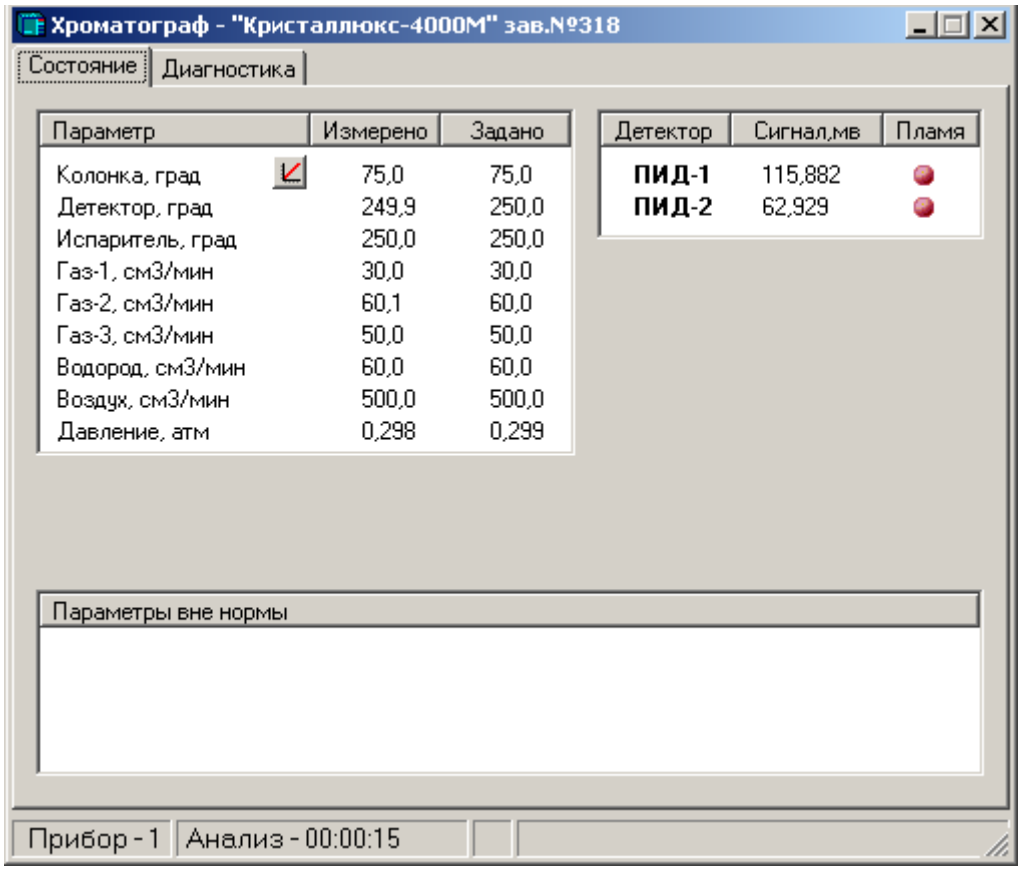
7.7.14 Нажмите кнопки и "Журнал" или клавиши Ctrl+J клавиатуры компьютера, после чего откроется окно "Журнал". В этом окне ведется регистрация всех событий, произошедших с хроматографом, и действий оператора. События в журнале записываются по дням, записи хранятся заданное в п.7.3.6 количество дней. Журнал можно просмотреть, распечатать, передать по электронной почте. По журналу можно отследить и определить неисправности хроматографа, неверные действия оператора, динамику событий по времени и др.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

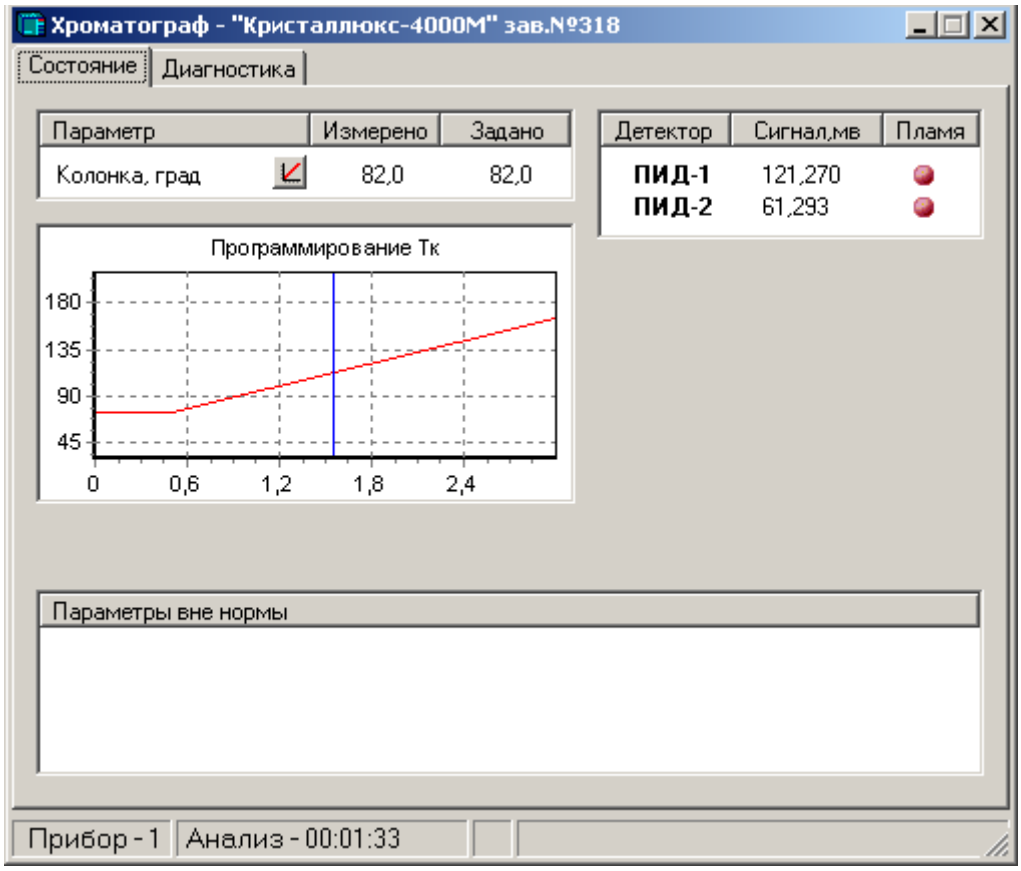


7.7.15 При программировании температур имеется возможность графического представления температурной программы. При этом, если в методе задан режим програмирования колонок, после начала анализа (этап "Анализ"), во вкладке "Состояние" в строке "Колонка" появляется кнопка , при нажатии на которую появляется график температурной программы. Возврат к вкладке "Состояние" производится повторным нажатием кнопки. В обычном режиме и на других этапах работы хроматографа эта кнопка отсутствует.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

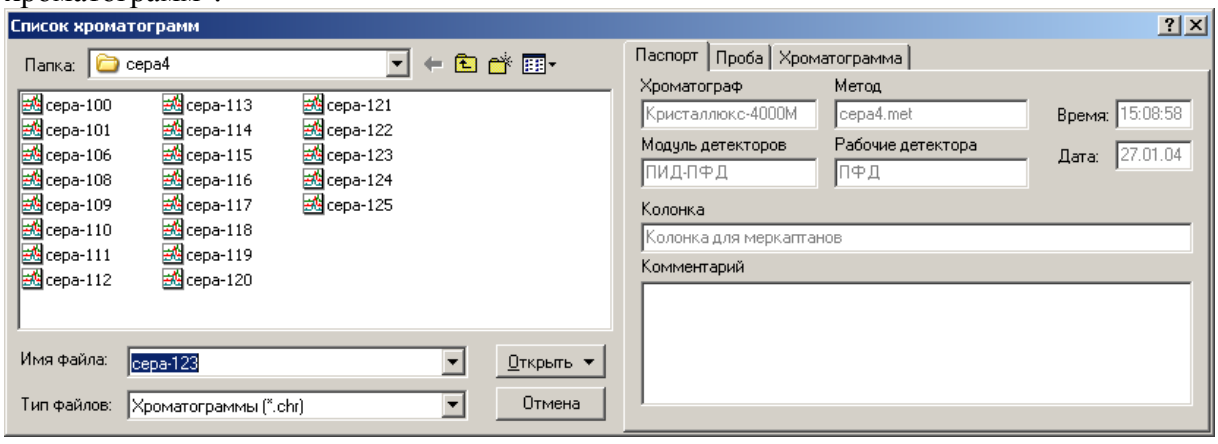


© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.8 Работа с хроматограммой

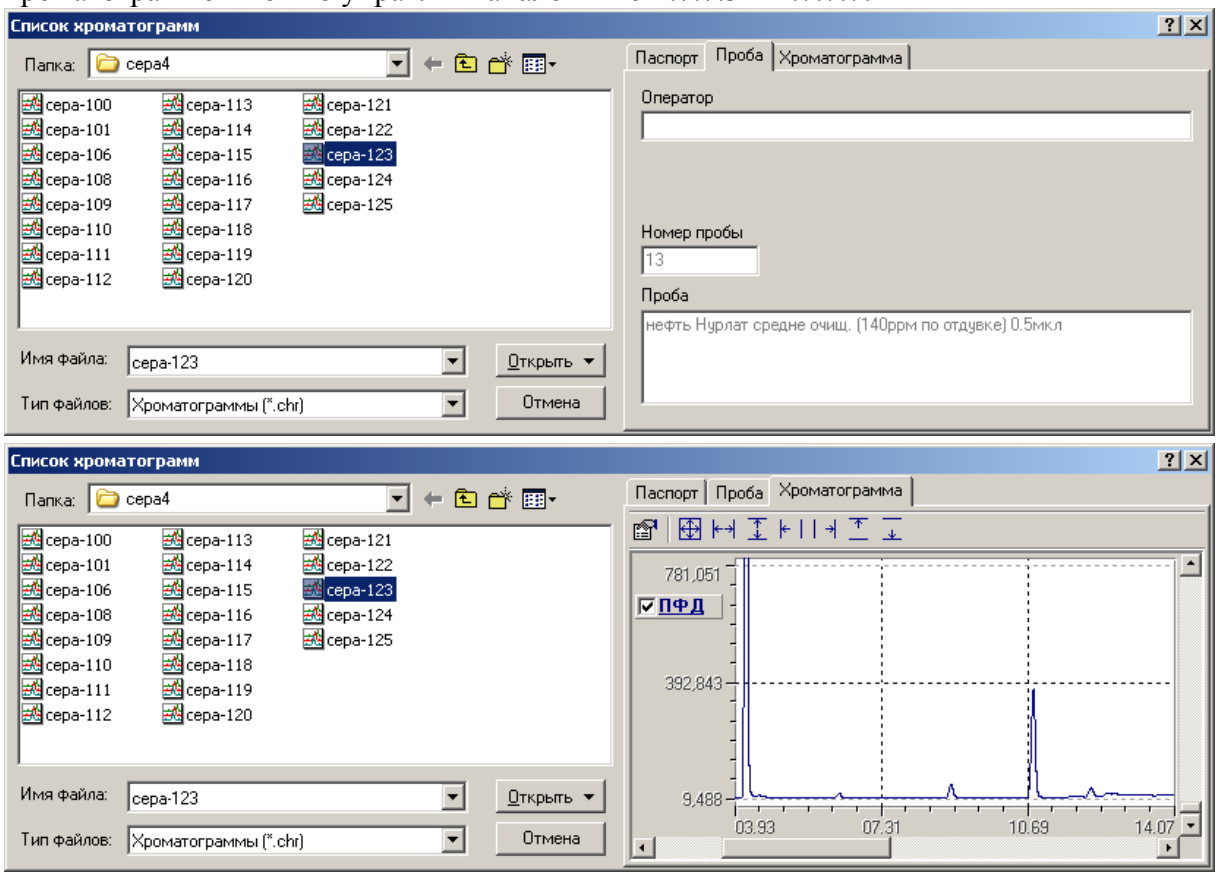
7.8.1 Для вывода на экран занесенной в память хроматограммы нажмите последовательно кнопки "Файл", "Открыть" и "Хроматограмма", или иконку , или клавиши Ctrl+2 на клавиатуре компьютера, после чего появится окно "Список хроматограмм".



7.8.2 Хроматограммы в списке хранятся в папках, имеющих наименование методов, при действии которых их записали. Необходимо выбрать и открыть соответствующую

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

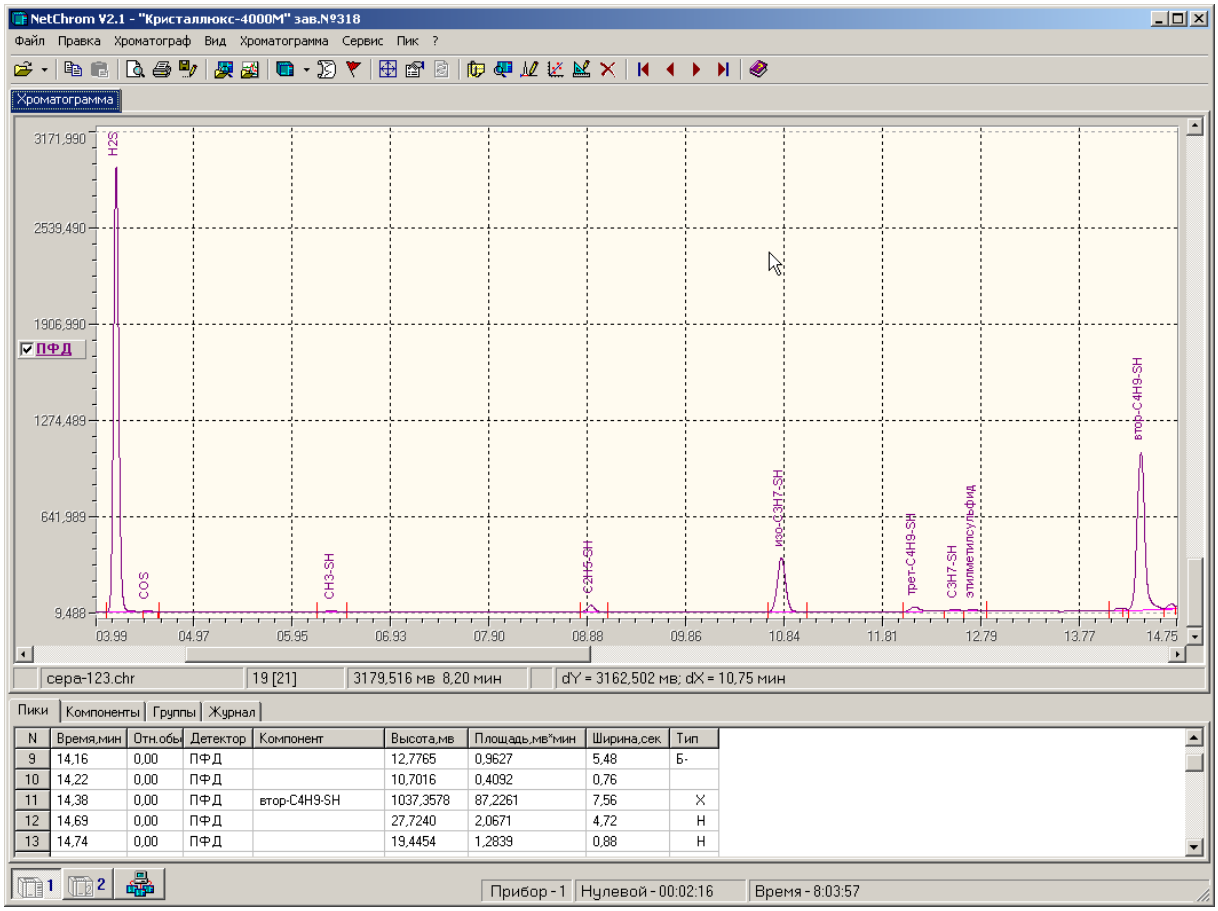
папку, выбрать и открыть необходимую хроматограмму, после чего она появится на экране. При выборе хроматограммы из списка для удобства ее нахождения в списке, в правой части окна расположен паспорт хроматограммы, где приведены данные о времени записи хроматограммы, наименовании метода, типе модуля, рабочем детекторе, колонке, при которых производился анализ и запись хроматограммы, комментарий, который записан оператором при проведении данного анализа (см. п.7.6.7). При нажатии кнопки "Проба" можно открыть данные об операторе, наименовании и номере пробы (см. п. 7.6.3). При нажатии кнопки "Хроматограмма" можно открыть уменьшенную копию выбранной хроматограммы. При этом хроматограммой можно управлять аналогично п.7.7.3 и п.7.7.7.



При двойном нажатии на левую клавишу мыши на выбранной хроматограмме из списка она откроется. В окне списка хроматограмм всегда доступны хроматограммы из последнего открытого списка (папки). Выход на другие папки осуществляется после нажатия кнопки или через каталог "Папка".

7.8.3 Работа с хроматограммой во многом аналогична работе с видеосамописцем (см. раздел 7.7).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



N	Время,мин	Отн.объ	Детектор	Компонент	Высота,мв	Площадь,мв*мин	Ширина,сек	Тип
9	14,16	0,00	ПФД		12,7765	0,9627	5,48	Б-
10	14,22	0,00	ПФД		10,7016	0,4092	0,76	
11	14,38	0,00	ПФД	втор-C4H9-SH	1037,3578	87,2261	7,56	X
12	14,69	0,00	ПФД		27,7240	2,0671	4,72	H
13	14,74	0,00	ПФД		19,4454	1,2839	0,88	H

Разница заключается в том, что в хроматограмме проведена обработка сигнала, т.е. установлены маркеры (начало и конец) пиков, проведена базовая линия и др., а также получены результаты анализа, по крайней мере, в виде рассчитанных пиков (время удерживания, высота, площадь и др.). Поэтому вкладка хроматограммы разбита на две части: графическую часть и таблицу результатов расчета. Размеры обоих частей можно менять, подведя курсор к их границе (здесь курсор меняет очертания с на знак), нажать левую клавишу мыши и, не отпуская ее, изменить размеры окон. Операции в соответствующем окне проводятся в том случае, если название окна выделено синим цветом (на рисунке - "Хроматограмма"). График или таблицу можно распахнуть на весь экран, если два раза нажать левую клавишу мыши на выбранном заголовке ("Хроматограмма" или "Пики"). При повторном двойном нажатии восстанавливается первоначальный вид окна.

В таблице результатов расчета, в зависимости от типа расчета, можно открыть вкладки:
- "Пики" - расчет параметров пиков, например, высоты и площади;
- "Компоненты" - расчет параметров компонентов, например, концентрации;
- "Группы" - расчет параметров группы компонентов, например, концентрации;
- "Расчет" - дополнительный расчет (если это предусмотрено в методе), например, расчет теплотворной способности газа, октанового числа бензина и др.;
- "Журнал" - журнал записи событий (аварии, выход параметров хроматографического анализа за установленный допуск), произошедших за время анализа.

7.8.4 Для увеличения фрагмента хроматограммы можно "выделить" участок

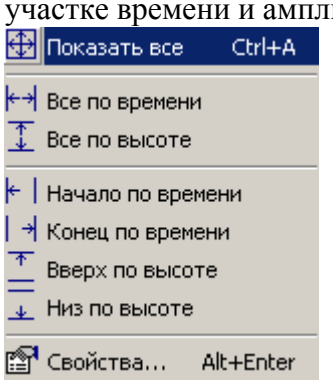
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

хроматограммы нажав на левую клавишу мыши и не отпуская ее сформировать прямоугольник, в который попадет выделенный участок, и после этого отпустить левую клавишу. Для отмены увеличения необходимо дважды щелкнуть по левой клавише мыши на фоне окна самописца. При этом при каждом двойном нажатии будет происходить возврат на один шаг изменения фрагмента. Масштаб хроматограммы можно изменять также с помощью клавиатуры компьютера стрелками управления курсором (см. п.7.7.9).

7.8.5 Если на хроматограмме выведены сигналы от нескольких детекторов, то можно при желании совместить базовые линии сигналов различных детекторов (смещается сигнал детектора, название которого подчеркнуто во вкладке детекторов). Для этого стрелка курсора наводится на сигнал детектора, нажимается клавиша "Shift" клавиатуры и левая клавиша мыши, не отпуская обе клавиши, базовая линия переносится в необходимое место. Хроматограммы, в которых базовая линия перенесена, обозначаются специальным признаком, который появляется слева от ее названия .

7.8.6 Для того, чтобы облегчить поиск пиков на хроматограмме и в таблице, введен маркер пиков. Если навести стрелку курсора на выбранный пик и нажать левую клавишу мыши, то пик будет отмечен вертикальной чертой, соответственно в таблице результатов этот пик будет выделен цветной полосой, если пиков в таблице много, то пики в таблице сдвинутся таким образом, чтобы результаты по выделенному пику могли быть считаны. Если выбрать в таблице результатов, какой либо пик и нажать на левую клавишу мыши, затем можно произвести одновременное "листание" пиков на хроматограмме и в таблице с помощью элемента мыши "Scrolling" (колесико между клавишами мыши).

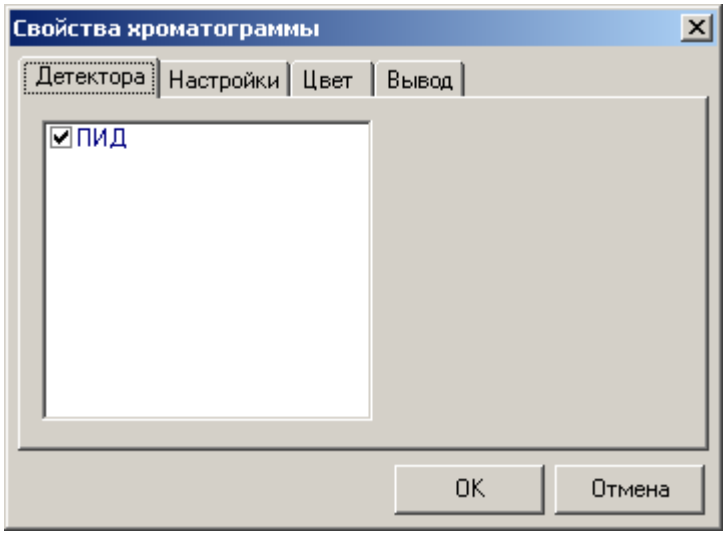
7.8.7 Размеры окон хроматограммы и данных о пиках можно изменять стандартным способом. Если при нахождении стрелки курсора в окне хроматограммы нажать на правую кнопку мыши, то появится меню настройки параметров вывода и свойств хроматограммы. В окне хроматограммы производится также выбор соответствующего масштаба и положения хроматографического сигнала в окне хроматограммы по осям высот и времени для более детального изучения изменения сигнала на определенном участке времени и амплитуды аналогично описанному в п.7.7.3.



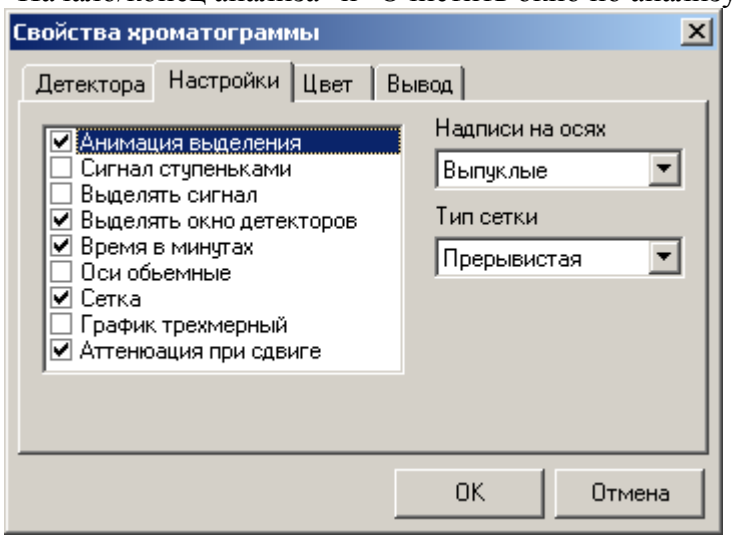
7.8.8 При активном графике хроматограммы и нажатии на кнопку "Свойства" в командной строке окна или выборе строки "Свойства" (см. п.7.8.7) на хроматограмме – появится окно "Свойства хроматограммы" с вкладкой "Детектора". В отличие от аналогичной вкладки видеосамописца в окно детекторов выводятся только те детекторы, для которых записан сигнал в хроматограмму. Заполнение этой вкладки, а

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

также вкладок "Настройки", и "Цвет" аналогичны процедурам, описанным в п.п. 7.7.4-7.7.6.



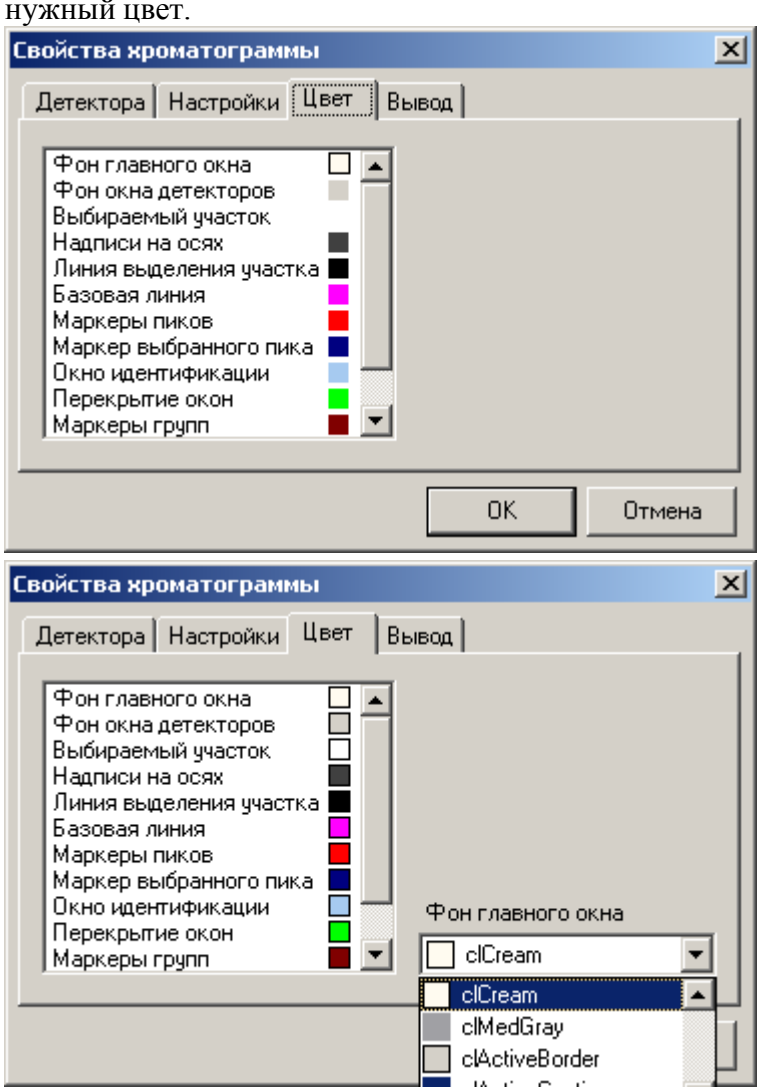
Отличие во вкладке "Настройки" заключается в наличии дополнительной функции "Аттенюация при сдвиге", при активизации которой при сдвиге хроматограммы согласно п.7.8.5, масштаб сигнала не меняется (в противном случае при сдвиге сигнала вверх, величина сигнала уменьшается). Кроме того отсутствуют функции "Начало/конец анализа" и "Очистить окно по анализу".



Отличие во вкладке "Цвет" заключается в наличии дополнительных возможностей по управлению цветом следующих элементов окна:
- базовой линии;
- маркеров начала и конца пиков;
- маркера выбранного пика;
- окна поиска (идентификации) пика;
- участка перекрытия окон идентификации;
- маркеры границ групп
- окно неидентификации;
- ошибки идентификации.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Для того, чтобы изменить цвет одной из предложенных в меню функций, необходимо выбрать соответствующую строку и в появившемся окне управления цветом выбрать нужный цвет.



7.8.9 Откройте вкладку "Вывод" (эта вкладка отсутствует в свойствах видеосамописца). В этой вкладке устанавливается возможность вывода на хроматограмме следующих элементов:

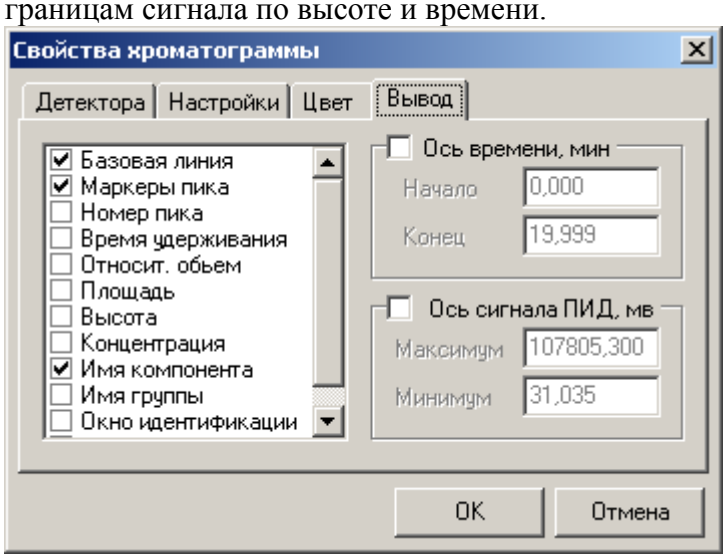
- базовая линия;
- маркеры начала и конца пика;
- параметры пика, помещаемые над ним (номер пика, время удерживания, относительный объем, площадь и высота пика, концентрация и имя компонента, имя группы). Как правило, чтобы не загромождать хроматограмму лишней информацией, выбирается один из предложенных параметров, по которому в таблице результатов можно определить остальные, как правило, это либо время удерживания, либо имя компонента;
- окно поиска (идентификации) пика.

Кроме указанных на рисунке вкладки, имеются следующие функции:

- "Границы группы", при этом вертикальной чертой указываются границы групп и их

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

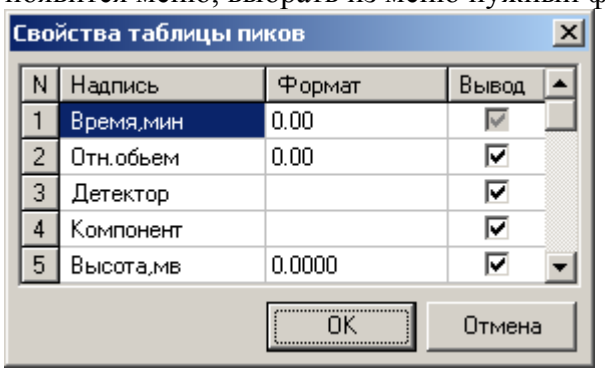
номера по списку из метода;
- "Окно не идентификации", при этом указывается окно поиска (идентификации) компонентов, отсутствующих на хроматограмме (время удерживание - библиотечное);
- "Вывод всех детекторов", при этом осуществляется разметка и идентификация всех пиков на всех детекторах;
- "Ошибки идентификации", при этом в левом верхнем углу хроматограммы выводятся такие ошибки идентификации, как "Не найден внутренний стандарт", "Не найден основной компонент", "Не найден реперный компонент", "По одному пику идентифицировано несколько компонентов", "Ошибка с хроматограммой стандартной добавки".
Кроме того, при активизации строк «Ось времени» и «Ось сигнала», можно установить границы графика, отличные от предложенных по умолчанию. Если строки неактивные, то границы графика определяются автоматически и соответствуют максимальным границам сигнала по высоте и времени.

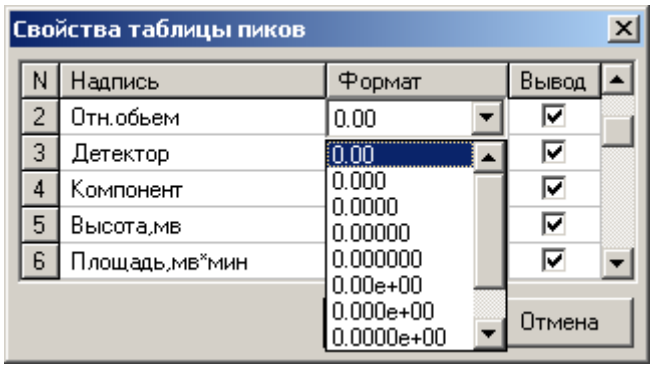


7.8.10 При нахождении стрелки курсора в таблице результатов анализа (при открытой вкладке "Пики"), нажмите на правую кнопку мыши, после чего появится окно "Свойства таблицы пиков". Это окно появляется также при нажатии кнопки в командной строке и при выбранной кнопке "Пики" в таблице.
В этом окне производится выбор параметров и их формата для вывода в таблицу.
Кроме указанных на рисунке, в таблицу могут быть выведены следующие параметры:
- площадь, мВ.мин (площадь пика);
- высота, % (результаты процентной нормализации по высоте пика);
- площадь, % (результаты процентной нормализации по площади пика);
- ширина, сек (ширина переднего фронта пика, соответствующая ширине гауссового пика на половине его высоты);
- тип пика (Б-Б - базовый, Х - хвостатый, Н - наездник, * - зашкаленный, Б- или -Б - пик, у которого начало или конец пика соответственно принадлежат базовой линии);
- группа (принадлежность пика группе пиков).
Выбор параметров для вывода осуществляется активизацией соответствующей строки.
Выбор формата численного представления параметра осуществляется следующим образом: выбрать стрелкой курсора соответствующую строку в столбце "Формат" и

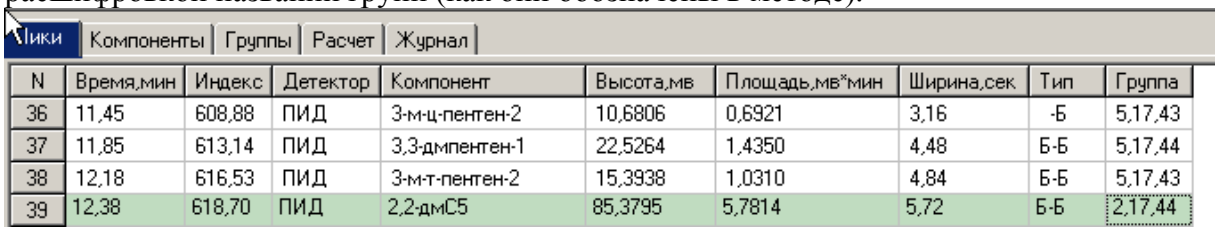
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

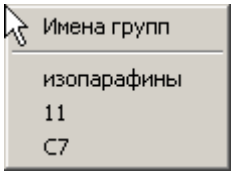
нажать левую клавишу мыши, затем нажать на появившуюся кнопку , после чего появится меню, выбрать из меню нужный формат числа, в т.ч. в показательной степени.





Если назначен вывод групп пиков и один пик может входить в несколоко групп (анализ бензинов), то в столбец группа выводятся только номера групп. При выборе стрелкой курсора в столбце "Группа" строки, соответствующей определенному компоненту, и нажатии на левую клавишу мыши, под столбцом выводится дополнительное окно с расшифровкой названий групп (как они обозначены в методе).

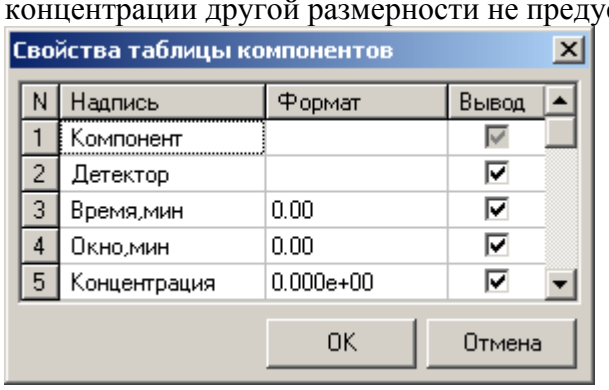




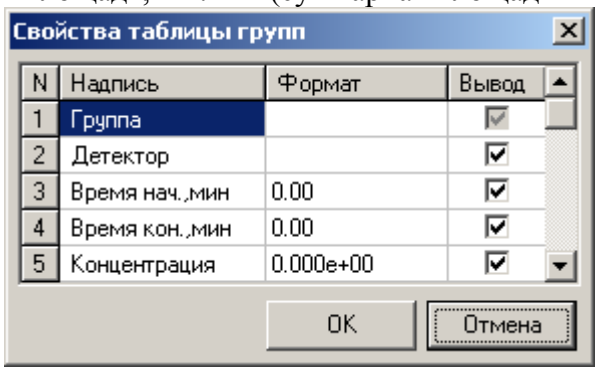
7.8.11 При нахождении стрелки курсора в таблице результатов анализа (при открытой вкладке "Компоненты"), нажмите на правую кнопку мыши, после чего появится окно "Свойства таблицы компонентов". Это окно появляется также при нажатии кнопки в командной строке и при выбранной кнопке "Компоненты" в таблице.
В этом окне производится выбор параметров и их формата для вывода в таблицу аналогично п.7.8.10.
Надпись "Концентрация" может иметь конкретное название, например, "Массовая

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

доля" или др.
Кроме указанных на рисунке, в таблицу могут быть выведены следующие параметры:
- "Концентрация 2" и "Концентрация 3" (концентрация компонента другой размерности, чем в графе "Концентрация");
- "Высота, мВ" - высота пика;
- "Площадь, мВ*мин" - площадь пика.
Значения концентрации другой размерности выбирается, если это предусмотрено дополнительным расчетом, например, расчет бензина (концентрация компонентов в %об., %масс., %моль). Обычно рядом с надписью приведена размерность концентрации, если размерности нет, а приведен просто номер (2 или 3), то вывод концентрации другой размерности не предусмотрен.

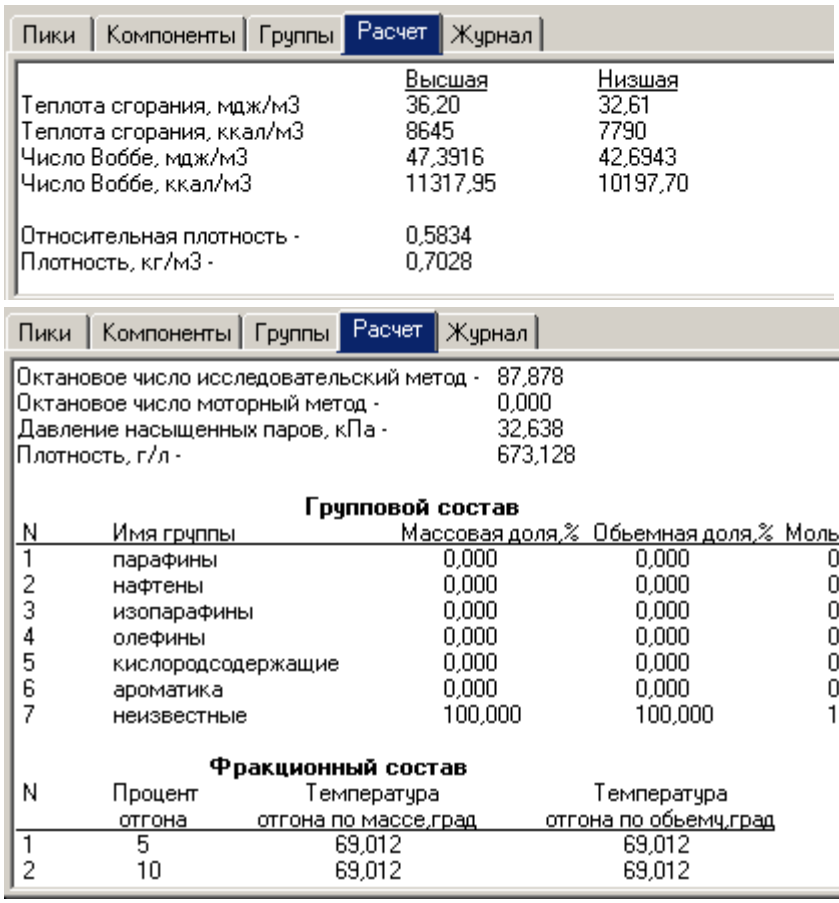


7.8.12 При нахождении стрелки курсора в таблице результатов анализа (при открытой вкладке "Группы"), нажмите на правую кнопку мыши, после чего появится окно "Свойства таблицы групп". Это окно появляется также при нажатии кнопки в командной строке и при выбранной кнопке "Группы" в таблице.
В этом окне производится выбор параметров и их формата для вывода в таблицу аналогично п.7.8.10.
Кроме указанных на рисунке, в таблицу могут быть выведены следующие параметры:
- "Концентрация 2" и "Концентрация 3";
- высота, мВ (суммарная высота пиков);
- площадь, мВ.мин (суммарная площадь пиков).



В некоторых расчетах доступна вкладка "Расчет", в которой отображаются результаты расчета параметров пробы, например, теплотворные характеристики природного горючего газа (левая таблица), характеристики бензина (правая таблица) и др.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



Пики | Компоненты | Группы | Расчет | Журнал

	Высшая	Низшая
Теплота сгорания, мдж/м3	36,20	32,61
Теплота сгорания, ккал/м3	8645	7790
Число Воббе, мдж/м3	47,3916	42,6943
Число Воббе, ккал/м3	11317,95	10197,70
Относительная плотность -	0,5834	
Плотность, кг/м3 -	0,7028	

Пики | Компоненты | Группы | Расчет | Журнал

Октановое число исследовательский метод -	87,878
Октановое число моторный метод -	0,000
Давление насыщенных паров, кПа -	32,638
Плотность, г/л -	673,128

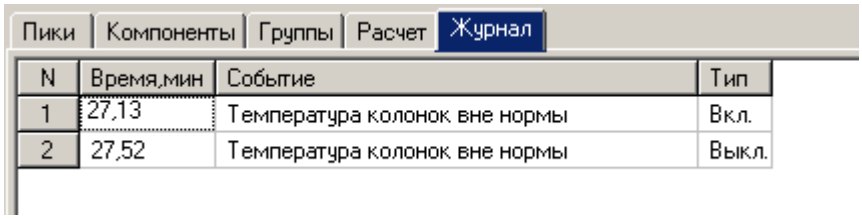
Групповой состав

N	Имя группы	Массовая доля,%	Обьемная доля,%	Мольная доля,%
1	парафины	0,000	0,000	0,000
2	нафтены	0,000	0,000	0,000
3	изопарафины	0,000	0,000	0,000
4	олефины	0,000	0,000	0,000
5	кислородсодержащие	0,000	0,000	0,000
6	ароматика	0,000	0,000	0,000
7	неизвестные	100,000	100,000	100,000

Фракционный состав

N	Процент отгона	Температура отгона по массе,град	Температура отгона по обьемч,град
1	5	69,012	69,012
2	10	69,012	69,012

Во вкладке "Журнал" ведется журнал записи событий (аварии, выход параметров хроматографического анализа за установленный допуск), произошедших за время анализа.



Пики | Компоненты | Группы | Расчет | Журнал

N	Время,мин	Событие	Тип
1	27,13	Температура колонок вне нормы	Вкл.
2	27,52	Температура колонок вне нормы	Выкл.

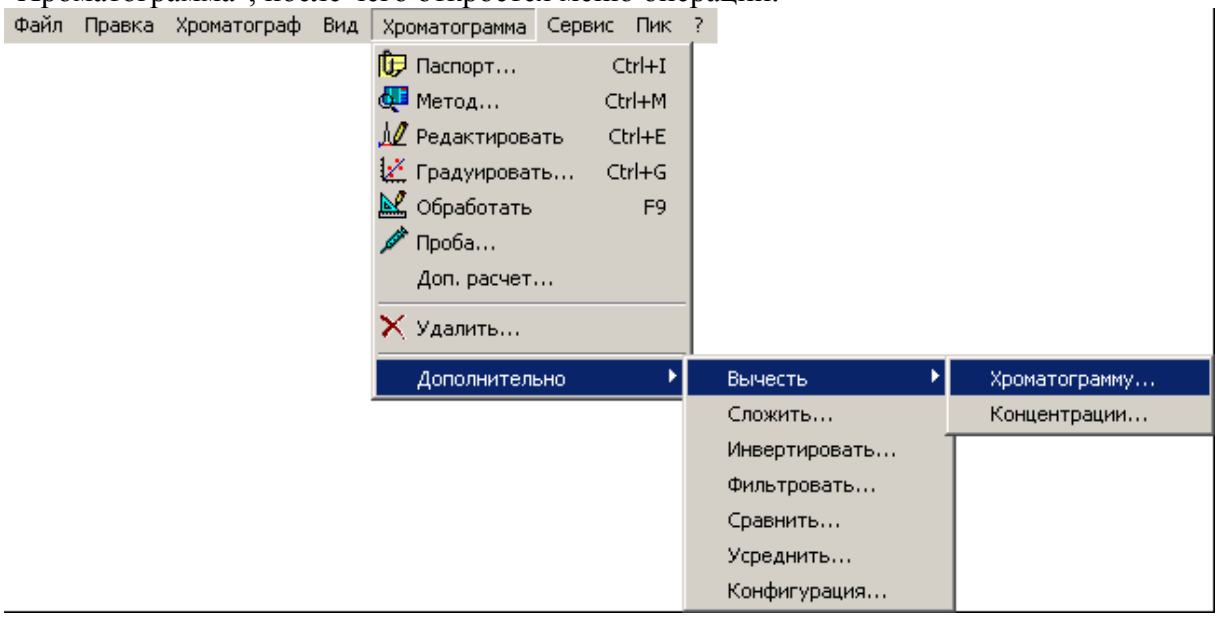
7.8.13 Вместе с хроматограммой записан и метод, при котором эта хроматограмма снималась. Чтобы посмотреть параметры метода необходимо нажать на кнопку ("Метод") в меню приложений. В методе хроматограммы можно редактировать данные для лучшей обработки пиков, в тоже время для редактирования недоступны все вкладки окна "Метод - Управление" и вкладка "Фильтрация" окна "Обработка" для выбранного детектора. Вместе с хроматограммой записан паспорт хроматограммы, который можно посмотреть и отредактировать, нажав на кнопку ("Паспорт") в меню приложений.

Внутри каталога, в котором находится выбранная хроматограмма, обеспечен доступ к любой хроматограмме путем их листания с помощью соответствующих кнопок (см. п.7.8.3, п.5.6).

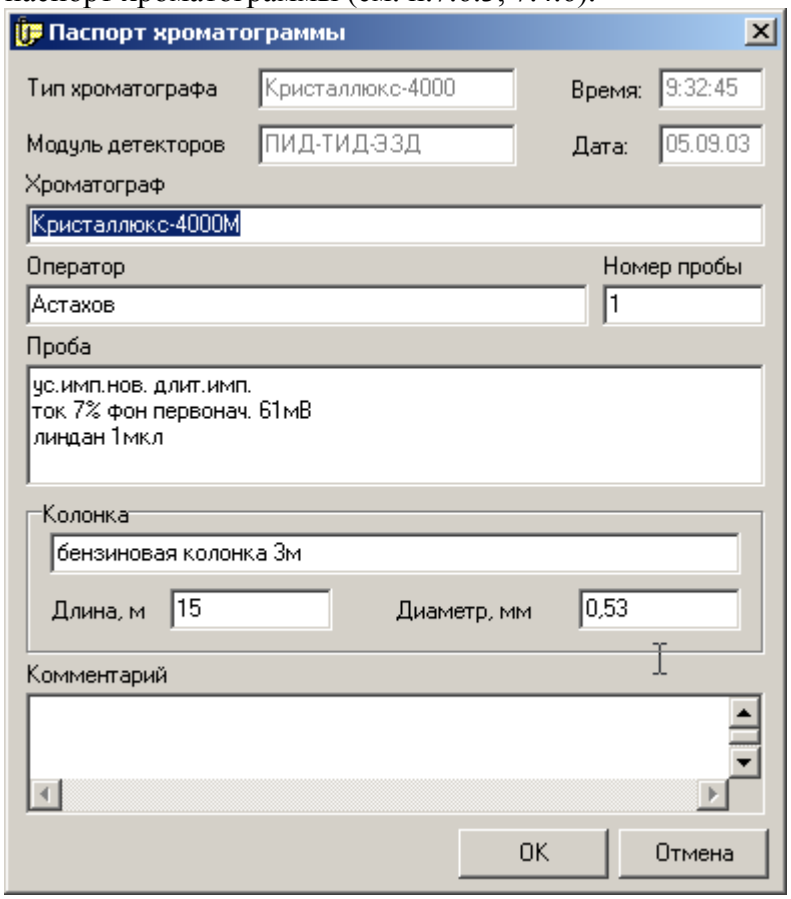
7.8.14 Над хроматограммами можно производить различные операции, объединенные

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

под кнопкой "Хроматограмма". Для этого необходимо нажать кнопку "Хроматограмма", после чего откроется меню операций.



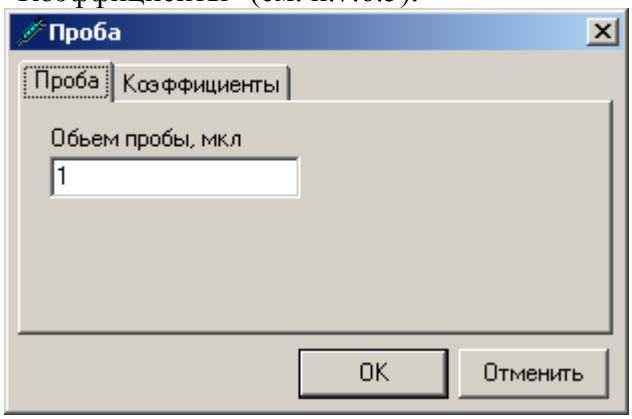
При нажатии кнопки "Паспорт" можно заполнить или откорректировать объединенный паспорт хроматограммы (см. п.7.6.3, 7.4.6).

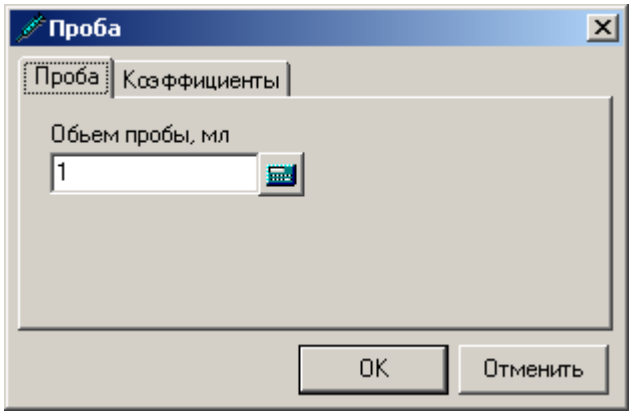


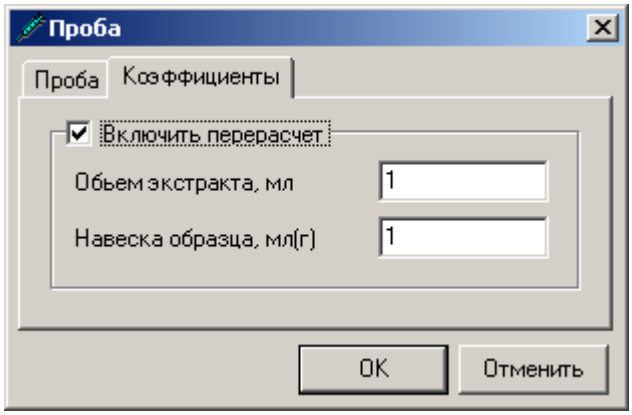
При нажатии в меню следующих кнопок "Метод", "Редактировать", "Градуировать",

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

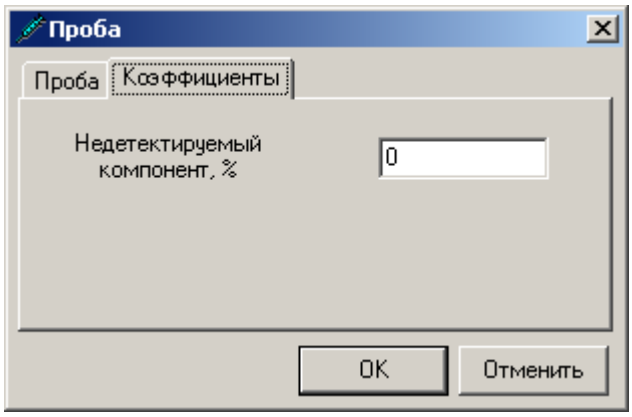
"Обработать" можно произвести следующие действия: откорректировать метод анализа (см. п.7.5.3), редактировать хроматограмму (см. п.7.9.1), градуировать хроматограф (см. п.7.11.1), вернуться к автоматической обработке хроматограммы (см. п.7.9.3).
При нажатии кнопки "Проба" можно скорректировать при необходимости объем введенной пробы (см. п.7.6.2) во вкладке "Проба", в т.ч. газовой в пересчете на температуру и давление окружающей среды (см. п.8.6) и коэффициенты во вкладке "Коэффициенты" (см. п.7.6.5).



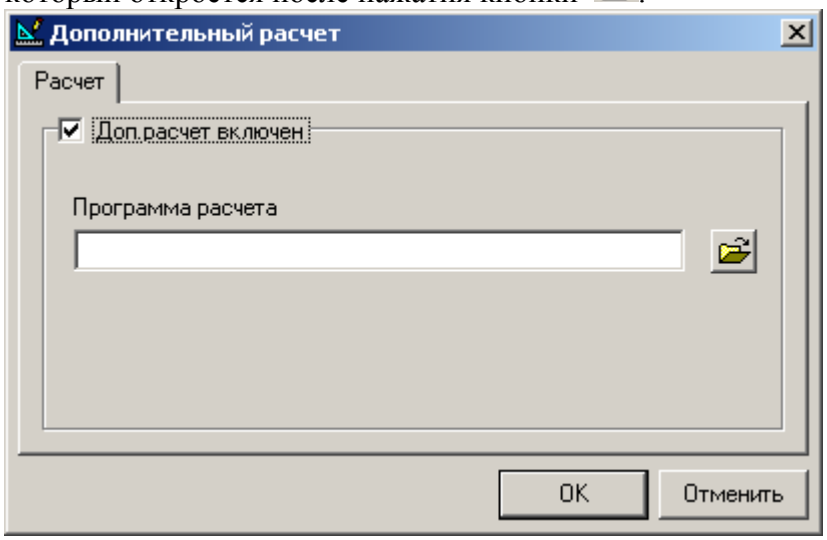


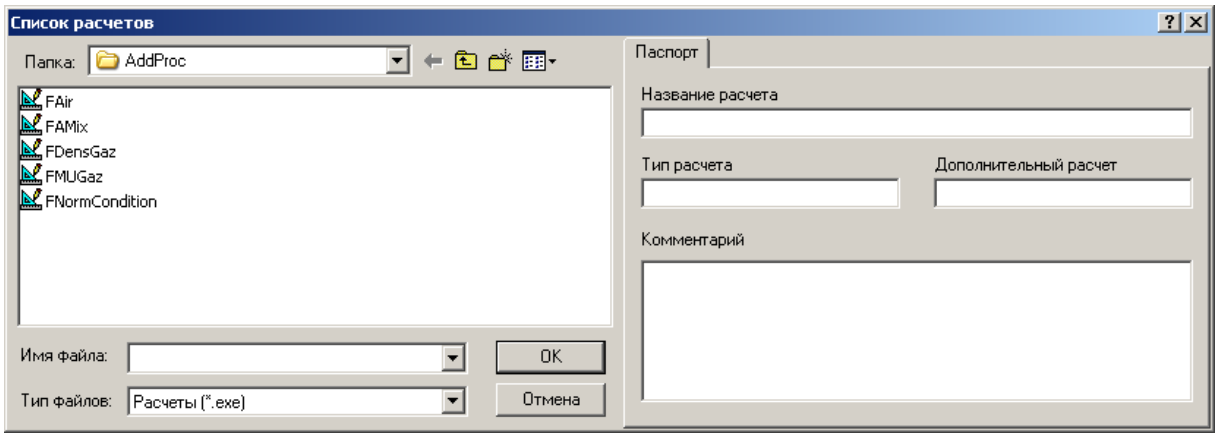


© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



При работе с автоматическими устройствами (ДАГ, ДРП, ДАСГ), изменение объма пробы в строке "Объем пробы" приводит к изменению объема пробы в методе (см. п.7.5.28, п.7.5.31, п.7.5.36) и наоборот.
При нажатии кнопки "Доп.расчет" появляется окно дополнительных расчетов (не интегрированных в программу). Чтобы включить расчет необходимо активизировать кнопку "Доп.расчет включен" и выбрать необходимый расчет из "Списка рачетов", который откроется после нажатия кнопки .





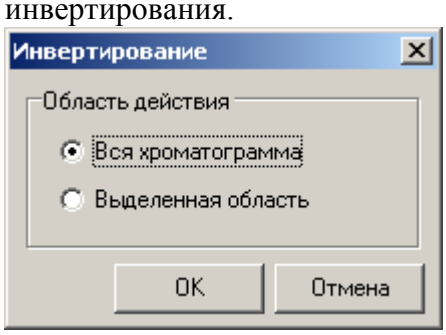
При нажатии кнопки "Удалить" можно удалить (после подтверждения выбранной

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

операции) рассматриваемую хроматограмму (хроматограмма с которой производится работа). Если в меню приложений (см. п.7.3.3) выведена кнопка ("Удалить"), то для удаления хроматограммы можно воспользоваться непосредственно ею.

7.8.15 Над хроматограммами можно производить дополнительно операции: вычитания, сложения, инвертирования, фильтрования, сравнения и усреднения. Для этого последовательно нажать кнопки "Хроматограмма" и "Дополнительно", после чего открывается дополнительное меню операций над хроматограммами. При нажатии в этом меню кнопок "Вычесть" и "Сложить" открывается каталог хроматограмм, из которого выбирается хроматограмма для вычитания или сложения с хроматограммой открытой заранее (текущей). Причем операция вычитания производится не только над хроматограммами, но и над результатами расчета по концентрациям идентифицированных компонентов. При нажатии кнопки "Сравнить" открывается каталог хроматограмм, из которого последовательно по одной выбираются хроматограммы для сравнения с текущей хроматограммой. Количество сравниваемых хроматограмм – не более десяти.

Следует учесть, что исходная информация в текущей хроматограмме после проведения указанных операций изменяется, поэтому рекомендуется производить эти операции для предварительно созданной копии выбранной хроматограммы. При нажатии кнопки "Инвертировать" открывается окно "Инвертирование", в котором выбирается область инвертирования текущей хроматограммы и по кнопке ОК производится операция инвертирования.

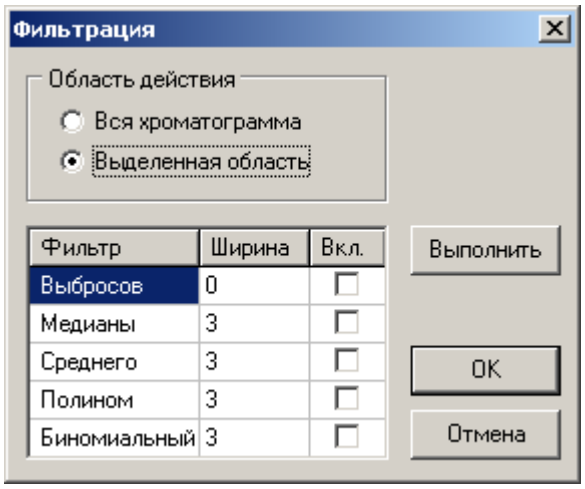


При нажатии кнопки "Фильтровать" открывается окно "Фильтрация", в котором выбирается:

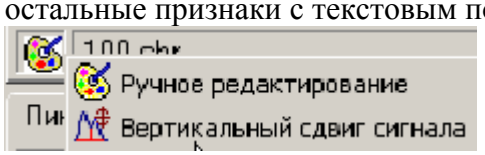
- область действия фильтрации;
- вид фильтра (от выбросов, медианы, среднего, полином), который выбирается путем включения соответствующего фильтра в столбце "Вкл";
- ширина фильтра, которая записывается в столбец "Ширина" для фильтра выбросов путем записи конкретного порога фильтрации, для фильтра шумов ширина фильтра выбирается из предложенного перечня, который открывается при нажатии кнопки .

При нажатии кнопки ОК происходит запись выбранных параметров, при нажатии кнопки "Выполнить" происходит фильтрация хроматограммы (операцию с выбранными параметрами можно производить многократно).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

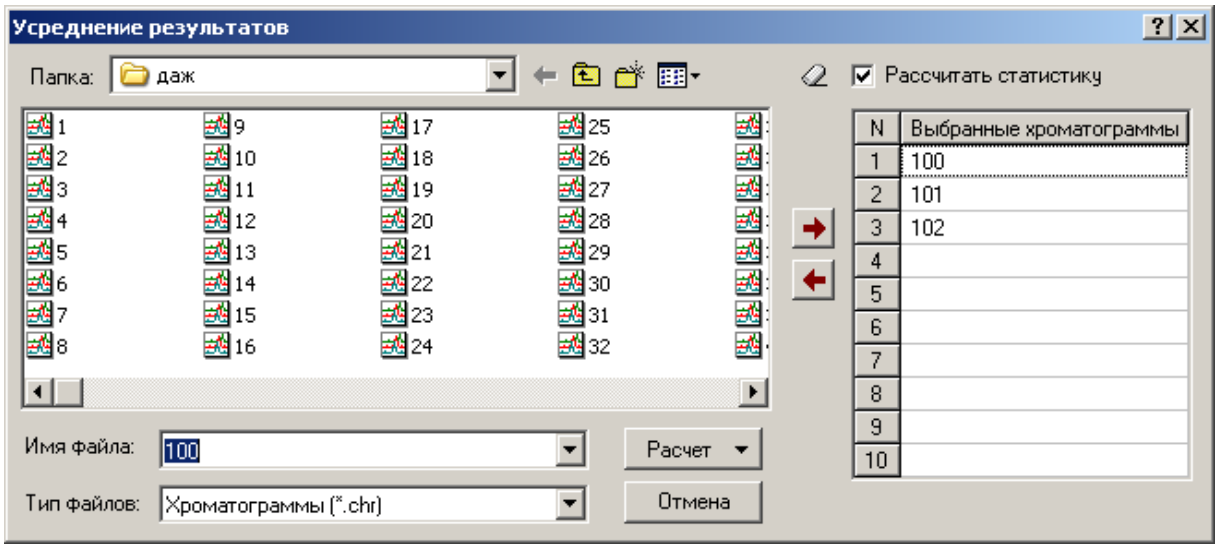


Хроматограммы над которыми производились операции "Вычесть", "Сложить", "Инвертировать", "Фильтровать" и "Сравнить", обозначаются специальным признаком, который появляется слева от ее названия, соответственно: , , , и . В этом месте кроме приведенных признаков, могут быть и другие (см п.7.8.5, п.7.8.16, п.7.9.2, п.8.10). Если над хроматограммой произведено несколько операций, то при наведении указателя на один признак, можно увидеть в опустившемся меню все остальные признаки с текстовым пояснением.

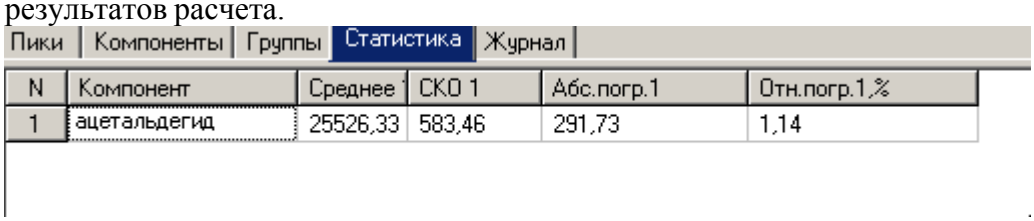


7.8.16 При нажатии кнопки "Усреднить" открывается каталог хроматограмм, из которого выбираются хроматограммы для усреднения. Усреднение происходит в первой по списку хроматограмме, поэтому чтобы исходная информация в ней не изменялась, рекомендуется производить эту операцию для предварительно созданной копии первой выбранной хроматограммы. После проведения операции усреднения в соответствующей хроматограмме слева от ее названия появляется специальный признак усреднения . Ввод выбранных хроматограмм производится кнопкой , убрать ошибочно введенные данные можно с помощью кнопки , убрать все хроматограммы - .

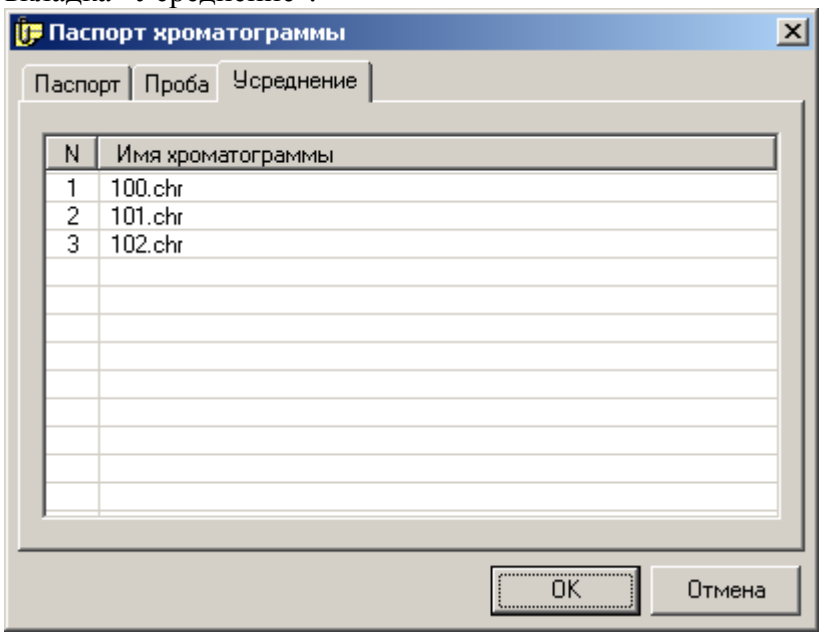
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



При активизации кнопки "Расчитать статистику" производится расчет среднего значения концентрации идентифицированных компонентов, СКО, максимальная абсолютная и относительная погрешность расчета во вкладке "Статистика" таблицы результатов расчета.



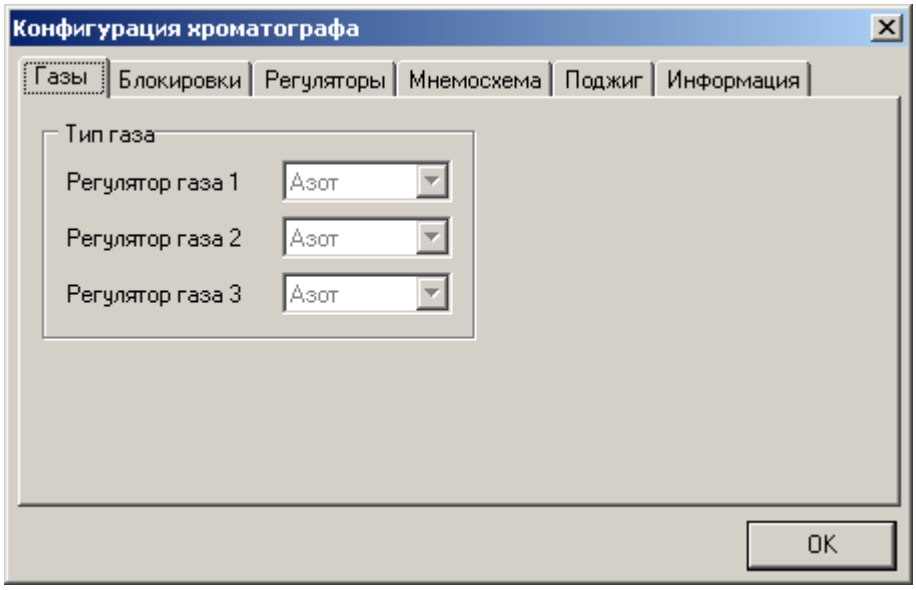
В хроматограмме, в которой производится усреднение, отмечаются все хроматограммы, участвовавшие в расчете. Для этого в окне "Паспорт" появляется вкладка "Усреднение".



7.8.17 При нажатии кнопки "Конфигурация" открывается окно "Конфигурация" (см. п.7.4.3), доступное только для чтения. Оно необходимо для оператора и наладчика для

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

анализа хроматограмм, особенно, переданных по электронной почте или на магнитных носителях.

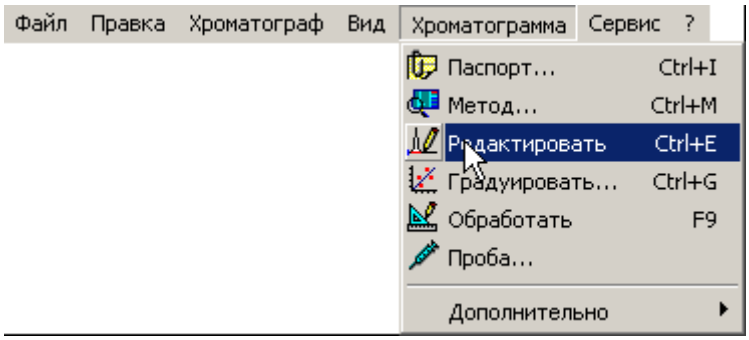


7.8.18 При просмотре временной (резервной) хроматограммы обновить последнюю можно нажав на кнопку . Кнопка становится активной (цветной) в том случае, если готова новая временная версия резервной хроматограммы, т.е. либо прошел заданный промежуток времени и хроматограмма обновилась (см. п.7.6.7), либо при выходе в окно видеосамописца была нажата кнопка "Записать хроматограмму" (см. п.7.7.8).

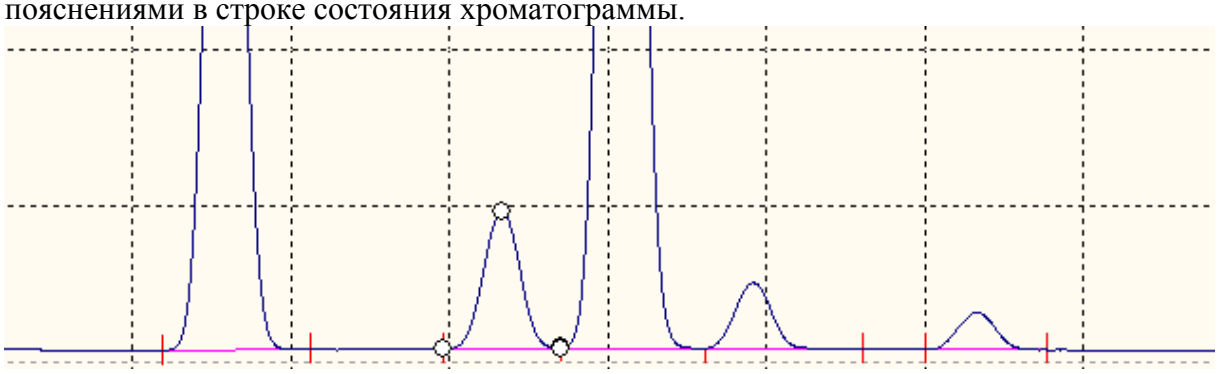
7.9 Редактирование хроматограмм

7.9.1 Для выхода в режим редактирования хроматограмм необходимо нажать кнопку в меню приложений или последовательно нажать на кнопки "Хроматограмма" и "Редактировать" или клавиши клавиатуры "Cntl+E". Окно хроматограммы перешло в режим редактирования, о чем свидетельствует надпись "Режим редактирования хроматограммы" в строке состояния хроматограммы. В этом режиме можно редактировать хроматограмму путем создания, удаления, изменения типа пика и базовой линии простым нажатием иконок.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

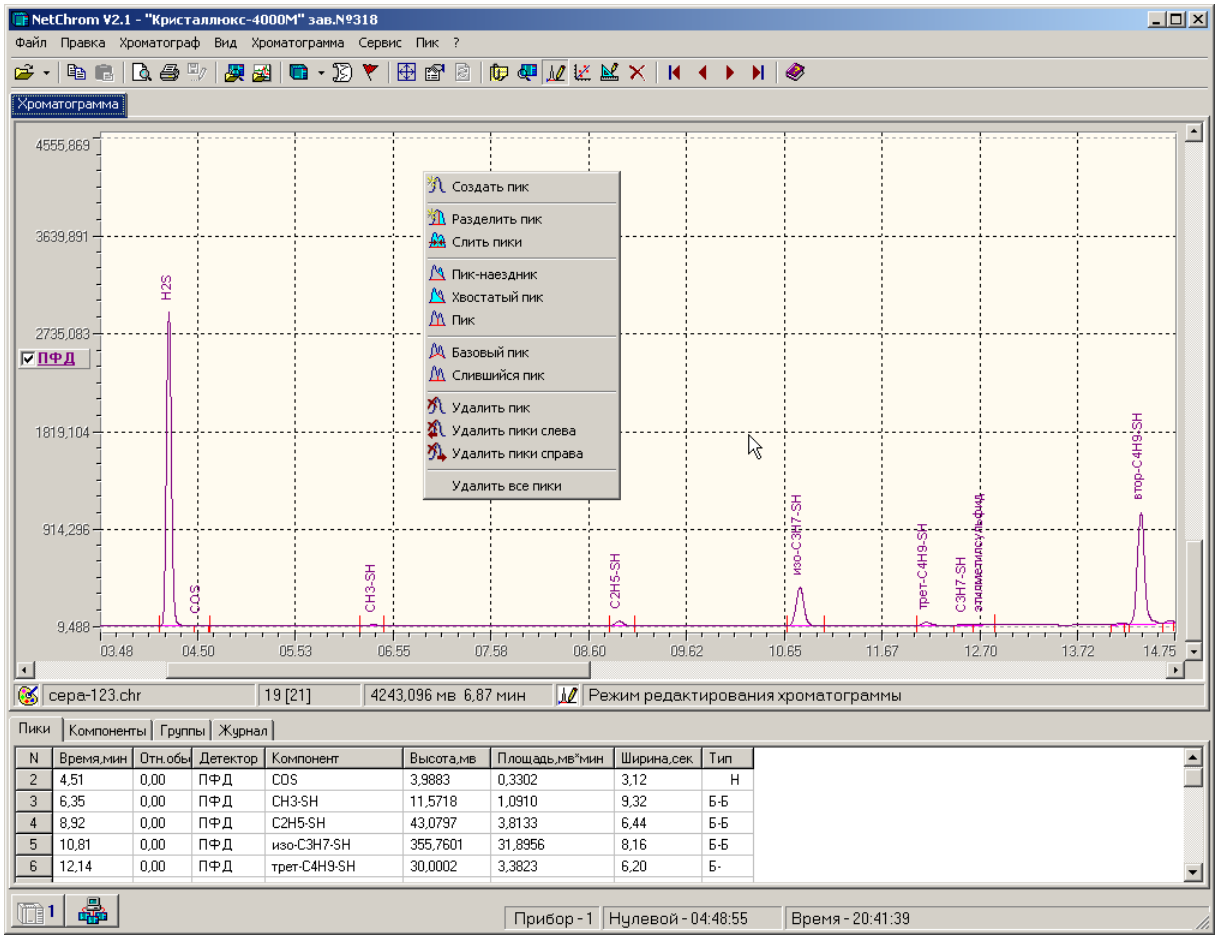


7.9.2 Для редактирования пика необходимо установить на него стрелку курсора и нажать на левую клавишу мыши, при этом произойдет выбор пика для редактирования, что будет отмечено на хроматограмме изображением характерных точек начала, конца и вершины данного пика (см. рисунок). Установив стрелку курсора на характерную точку пика, нажав левую клавишу мыши, не отпуская клавишу можно передвигать характерные точки пика (начало, вершину, конец пика – по горизонтали, точки на базовой линии – по вертикали). Режим редактирования дублируется необходимыми пояснениями в строке состояния хроматограммы.



При нахождении стрелки курсора на хроматограмме, нажать правую клавишу мыши. На экране появится меню функций редактирования.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



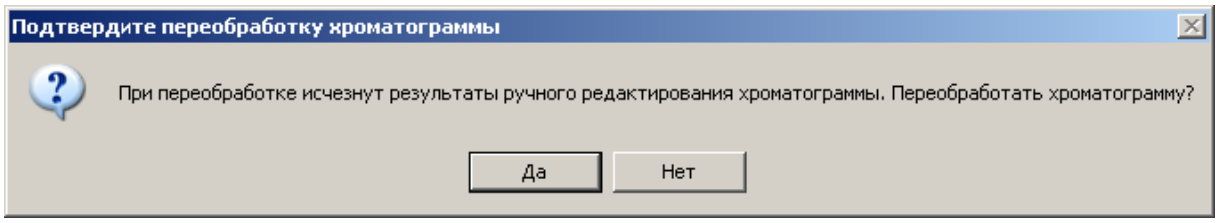
Нажать иконку, соответствующую необходимым действиям над пиком, после чего производится соответствующая операция согласно пояснениям в строке состояния хроматограммы (на рисунке "Режим редактирования хроматограммы").

Для отмены режима редактирования необходимо еще раз нажать кнопку панели управления или последовательно нажать кнопки "Хроматограмма" и "Редактировать" или клавиши клавиатуры "Cntl+E".

После редактирования хроматограммы слева от ее названия (на рисунке "сера-123.chr") появляется специальный признак редактирования хроматограммы .

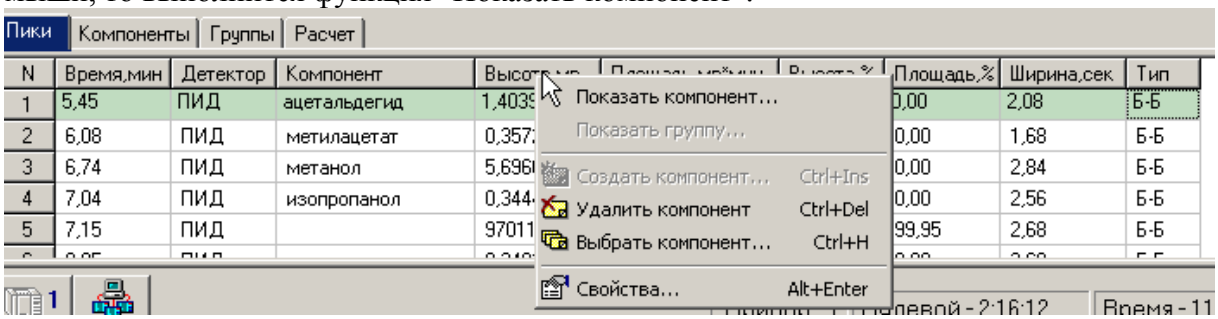
7.9.3 Вернуться к автоматической обработке хроматограммы с учетом параметров обработки, записанных в методе, можно нажав кнопку ("Обработать"), при этом признак редактирования также пропадает. Каждый раз при изменении метода и попытке переобработать по нему хроматограмму будет появляться сообщение о подтверждении переобработки. При нажатии кнопки "Да" результаты редактирования исчезнут, при нажатии на кнопку "Нет", хроматограмма не будет переобработана, но некоторые изменения, например, новое время удерживания компонента, вступят в действие.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



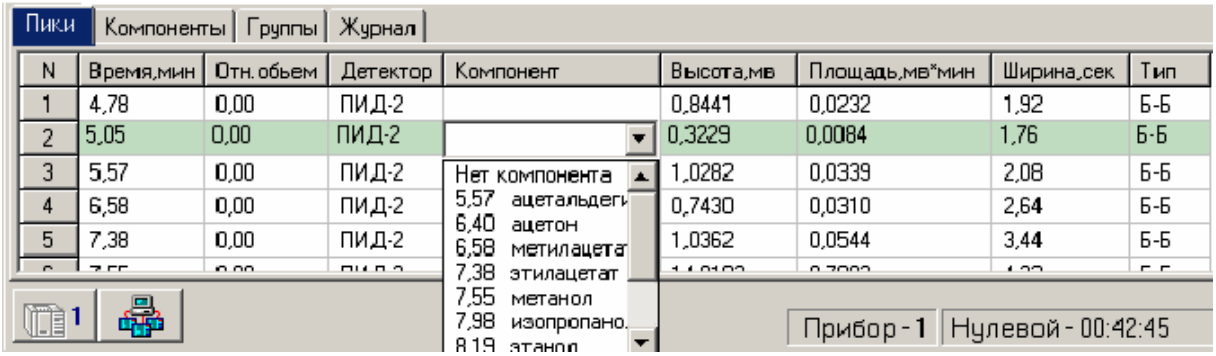
7.10 Идентификация

7.10.1 После записи хроматограммы для выбранного метода анализа, если это необходимо, проводится идентификация пиков. Эта операция заключается в присвоении пикам названия компонентов из соответствующего списка (см. п.7.5.12), или в присвоении пику нового названия компонента, если последнего нет в списке, или в корректировке характеристик удерживания уже идентифицированного пика (время удерживания компонента, относительный объем, индекс, размеры окна идентификации и др.).
Для этого в соответствующей хроматограмме из таблицы результатов выбрать пик, который можно идентифицировать, как искомый компонент. При нажатии правой клавиши мыши появляется таблица, в которой можно присвоить пику название, если его нет в списке (функция "Создать компонент"), присвоить название из списка (функция "Выбрать компонент"). Если выбрать пик, которому в таблице название уже присвоено, то при нажатии правой клавиши мыши откроются функции "Показать компонент", при этом можно откорректировать характеристики удерживания, а также удалить компонент (функция "Удалить компонент"), или выбрать другой компонент (функция "Выбрать компонент").
Если на каком либо компоненте осуществить двойное подряд нажатие левой клавиши мыши, то выполнится функция "Показать компонент".

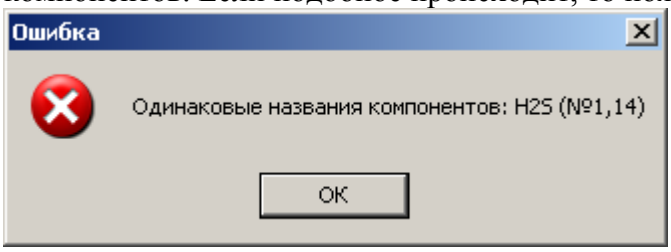


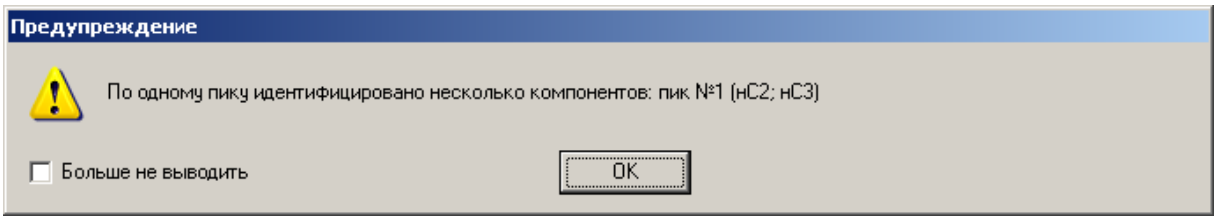
Кроме того, присвоить название компоненту можно еще одним способом. Если на выбранном в таблице пике нажать на левую клавишу мыши в колонке "Компонент", то появится кнопка , после нажатия на которую, выводится список компонентов, близких по времени удерживания к назначаемому пику. Из предложенного списка можно выбрать соответствующий компонент. Кроме имени компонента можно вывести в список его табличное (из метода) время удерживания для удобства идентификации. Для этого необходимо включить функцию "Выводить время удерживания с именем компонента" в начальных настройках (см. п.7.3.3).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



7.10.2 В программе производится проверка правильности идентификации компонентов, во-первых, чтобы в библиотеке не было компонентов с одинаковым названем, во-вторых, чтобы одному пику не было присвоено название нескольких компонентов. Если подобное происходит, то появляется соответствующие сообщения.





Чтобы второе сообщение не появлялось каждый раз при операциях над хроматограммой, его можно убрать (активизировать строку "Больше не выводить"), при этом оно будет появляться только при каждом новом открытии хроматограммы.

7.10.3 Если для идентификации компонента, используются два и более одновременно работающих детекторов, то идентификация производится как по времени удерживания, так и по отношению интенсивностей пиков на ведущем (см. п.7.5.13) и ведомых детекторах следующим образом:

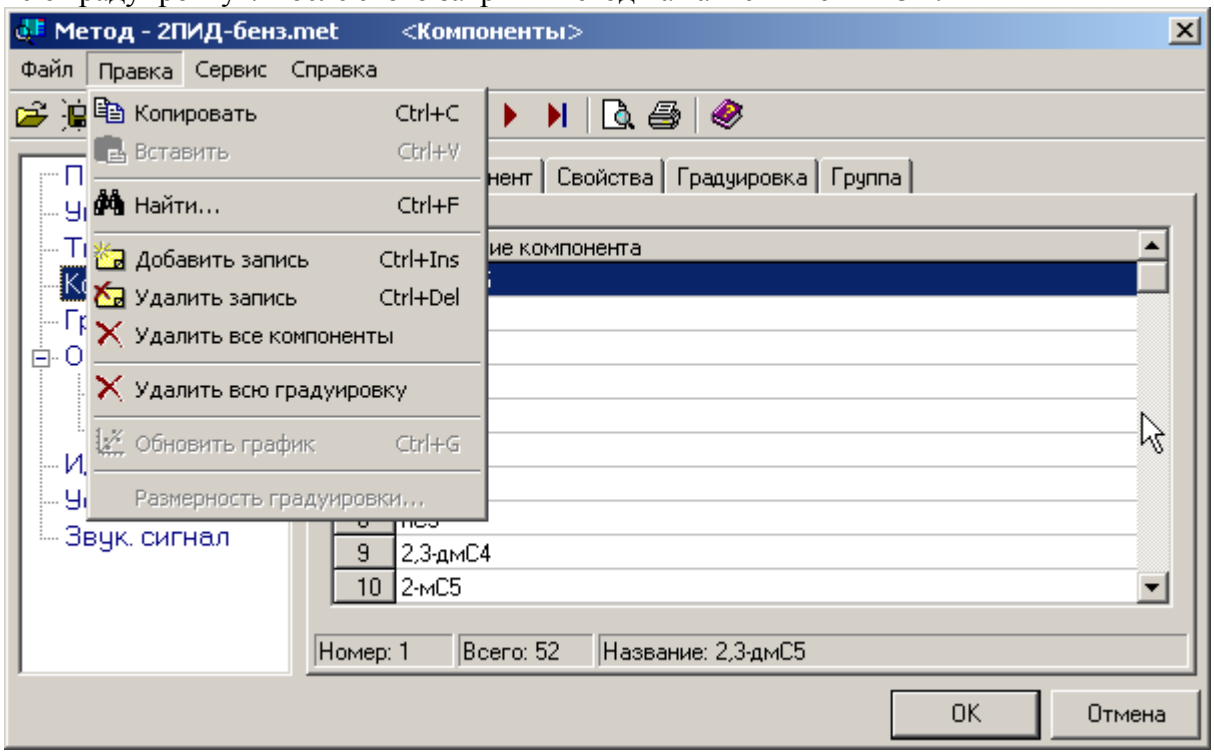
- по времени удерживания идентифицируется пик на ведущем детекторе (пик попадающий в заданное окно идентификации компонента);
- находится пик на ведомом детекторе (детекторах), попадающий в окно, которое составляет величину ± 5 сек относительно времени удерживания пика, найденного на ведущем детекторе;
- расчитывается отношение интенсивностей пиков на ведущем и ведомом детекторах;
- полученное отношение сравнивается с отношением интенсивностей, полученных при градуировке компонента, оценка соответствия отношений проводится согласно статистическому критерию, заложенному в программе обработки.

Если в окно попадает несколько пиков, то вышеописанная процедура проводится последовательно для всех пиков, в качестве компонента выбирается пик, имеющий наименьшее расхождение отношений интенсивностей пиков, полученных при соответствующем измерении и градуировке.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

7.11 Градуировка хроматографа

7.11.1 Градуировка проводится после идентификации и получения необходимой сходимости по назначенному параметру количественного расчета (площадь или высота пика). Сходимость определяется путем расчета среднего квадратического отклонения характеристик пиков, или расчета сходимости пиков и сравнением полученных данных соответственно с характеристиками хроматографа или точностными характеристиками метода анализа.
Первым этапом градуировки является выполнение анализов градуировочной смеси при обнуленных градуировочных коэффициентах градуируемых компонентов и определение необходимой сходимости результатов для одинаковых концентраций компонентов. Если сходимости между двумя соседними анализами нет, то проводится третий анализ и определяется сходимость между вторым и третьим анализом, т.е. аномальный результат отбрасывается и т.д. до получения сходимости. Количество анализов определяется необходимой точностью градуировки в соответствии с требованиями ГОСТа или МВИ на данный метод, но не менее двух анализов для каждой концентрации. Для удаления градуировочных данных открыть рабочий метод, раздел "Компоненты" с вкладкой "Список", в меню "Правка" выбрать кнопку "Удалить всю градуировку". После этого закрыть метод нажатием кнопки ОК.

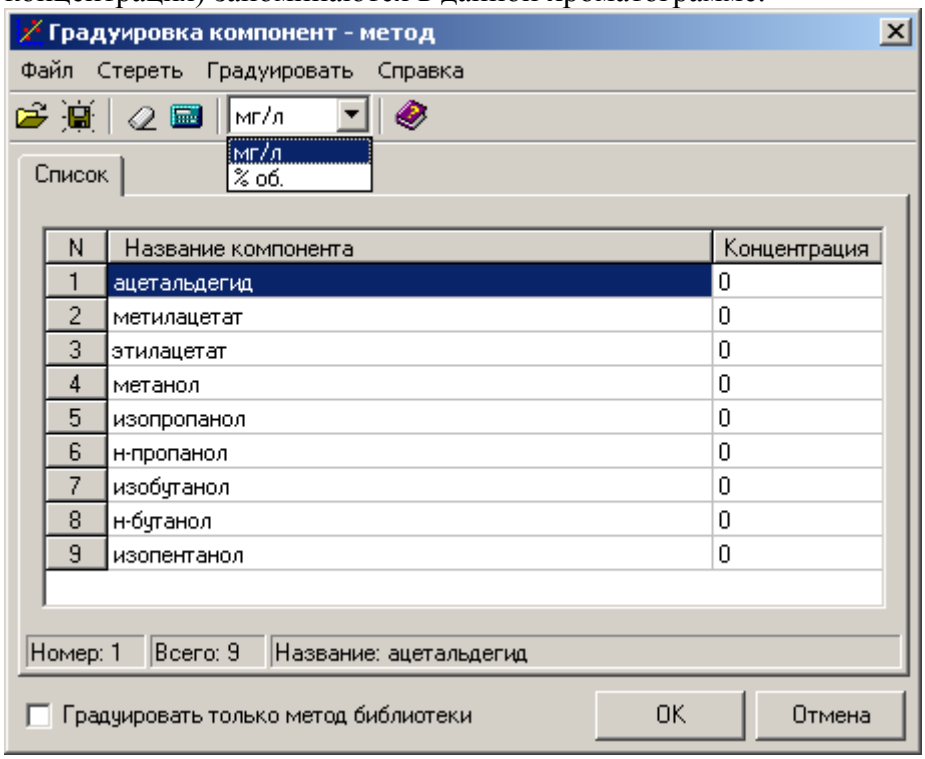


7.11.2 После получения необходимого количества анализов и требуемой сходимости, проводится градуировка компонентов метода, для этого необходимо:
- открыть хроматограмму первого анализа из серии анализов градуировочной смеси;
- выполнить градуировку в отрытой хроматограмме;
- открыть следующую хроматограмму и выполнить градуировку для нее и т.д. для всех хроматограмм серии градуировочных анализов.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

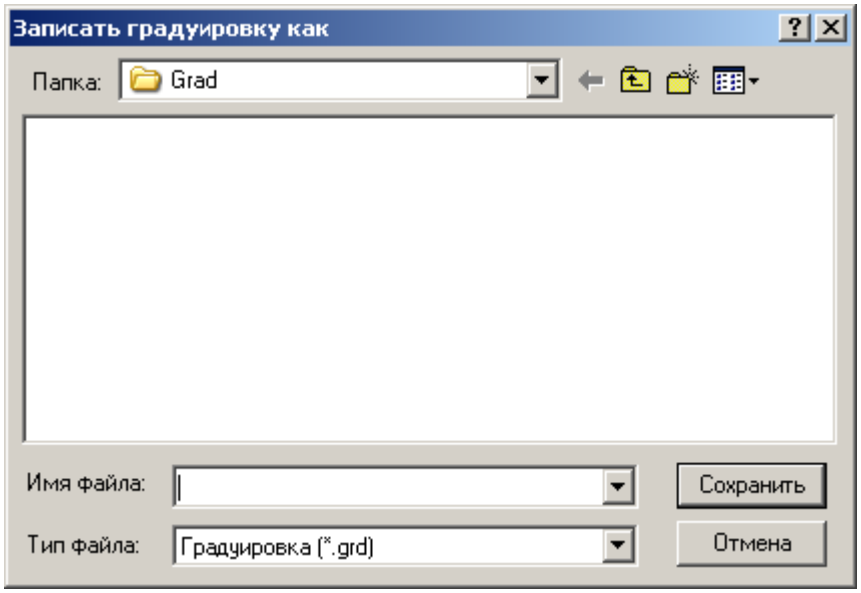
Необходимо отметить, что для того, чтобы градуировка была правильной, все компоненты должны быть правильно идентифицированы, не должно быть идентифицировано по одному пику несколько компонентов.

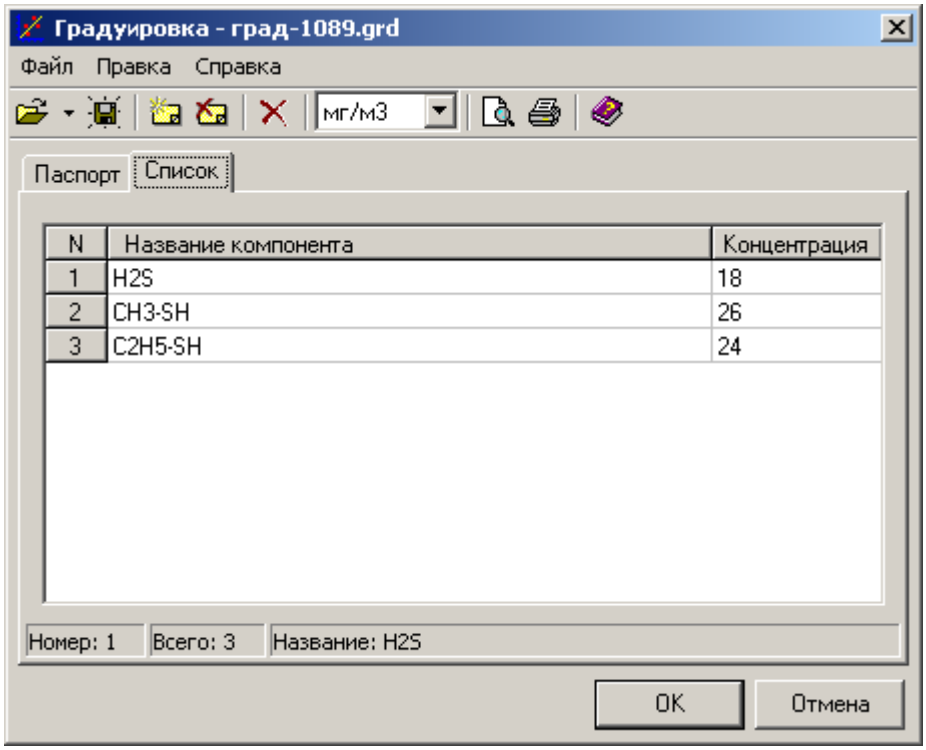
Для выполнения градуировки нажать на кнопку , при этом откроется окно "Градуировка компонент - метод". Установить размерность концентрации градуировки из перечня в окне ввода и ввести значения концентраций компонентов в столбец "Концентрация" для каждого градуируемого компонента в соответствии с паспортом на градуировочную смесь. Нажать кнопку , при этом происходит запись градуировки, окно не закрывается. При нажатии кнопки ОК выбранные параметры (размерность, концентрация) запоминаются в данной хроматограмме.



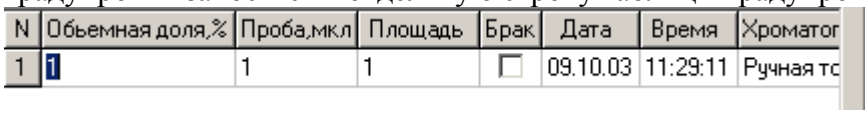
7.11.3 Чтобы не набирать значения концентраций градуировки для других хроматограмм, окно "Градуировка компонент - метод" можно запомнить, последовательно нажав в окне кнопки "Файл" и "Записать как...", после чего откроется окно "Записать градуировку как". В строке "Имя файла" набрать имя под которым окно будет храниться и нажать кнопку "Сохранить". Градуировочные таблицы хранятся в папке "Grad" и открываются при нажатии в окне "Градуировка компонент - метод" кнопки и выбора соответствующего имени файла.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"





7.11.4 После выполнения действий согласно п.7.11.2, градуировочные данные автоматически заносятся программой во вкладку «Градуировка» каждого градуируемого компонента в рабочий метод, с помощью которого была создана данная хроматограмма и, если в окне «Градуировка компонент» не включена кнопка «Градуировать только метод библиотеки», то и в метод хроматограммы. Данные градуировки заносятся в отдельную строку таблицы градуировки (см. п.7.5.15).

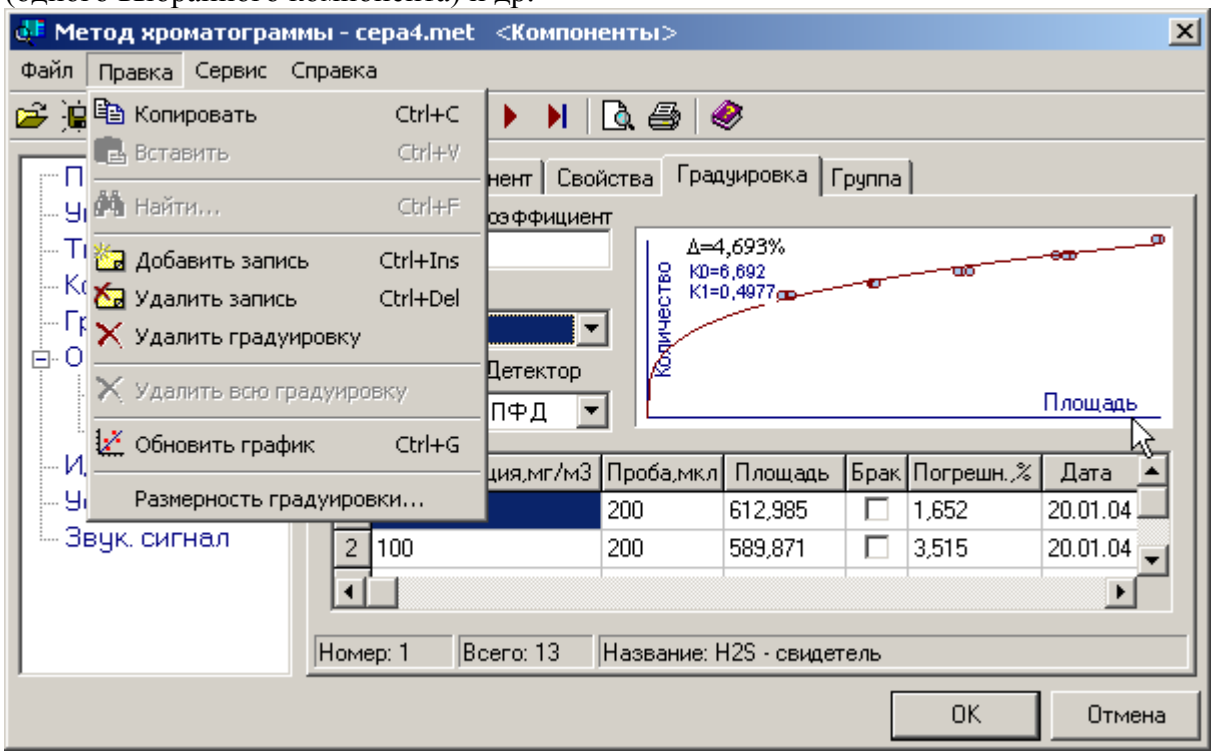


N	Обьемная доля,%	Проба,мкл	Площадь	Брак	Дата	Время	Хроматог
1	1	1	1	☐	09.10.03	11:29:11	Ручная тс

По градуировочным данным строится градуировочная зависимость, в соответствии с

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

выбранной функцией в строке «Функция». Если концентрация в нескольких строках одинакова, то параметр пика для этих строк (точек на градуировочной зависимости) считается по среднему арифметическому значению, чем и достигается более точная градуировка. При активной кнопке "Брак" данная точка не участвует в градуировочной зависимости. Математическая функция градуировочной характеристики выбирается пользователем из списка таким образом, чтобы эта функция наилучшим образом описывала полученные экспериментальные данные, т.е. соответствовала реальной характеристике сигнала детектора и имела минимальное отклонение экспериментальной характеристики от математической (Δ). Принцип и теория построения градуировочной зависимости приведены в п.4.6.
Поправочный коэффициент во вкладке "Метод - Компоненты - Градуировка" определяет чувствительность рабочего детектора к анализируемому компоненту. Обычно он используется при методе количественного расчета "Внутренняя нормализация". Его величина берется из литературных данных или определяется эмпирическим методом. По умолчанию поправочный коэффициент равен нулю и не используется в расчетах.
Для каждого градуировочной таблицы отдельного компонента при нажатии кнопки "Правка" открывается меню с рядом функций, которые можно выполнить для градуировки данного компонента, в т.ч. обновить график после изменения градуировочных данных, поменять размерность градуировки, удалить градуировку (одного выбранного компонента) и др.



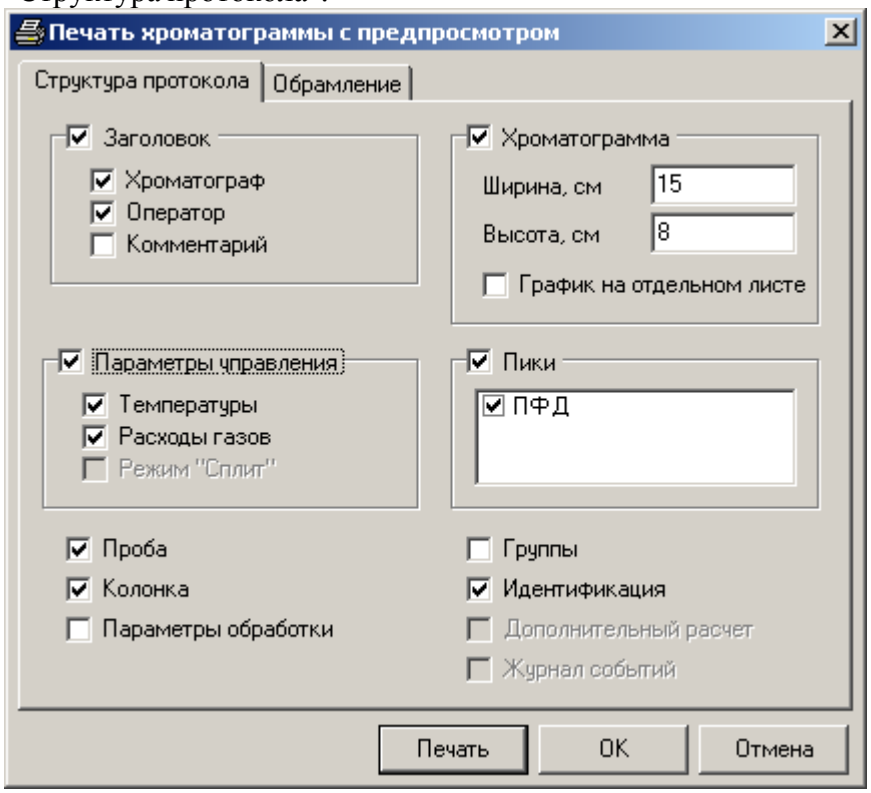
Градуировочные данные, как и все остальные данные метода хроматограммы можно записать в одноименный рабочий метод или рабочий метод с новым именем. Если запись производится под новым именем, то создается новый файл метода.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

7.12 Протоколирование результатов анализа

7.12.1 Вывод результатов анализа, в т.ч. хроматограммы на печать может осуществляться следующими способами:
- автоматический вывод на печатающее устройство отчета о результатах анализа, сразу после его завершения (см. п.7.6.4)
- печать с предварительным просмотром информации, выводимой на принтер, на экране монитора, ее корректировкой и последующей печатью;
- печать без предварительного просмотра.

Для печати с предварительным просмотром информации необходимо нажать иконку на панели инструментов.
На экране появится окно "Печать хроматограммы с предпросмотром" с вкладкой "Структура протокола".



В данной вкладке активизируются следующие группы параметров вывода на печать:
- заголовок;
- параметры управления;
- хроматограмма;
- пики.

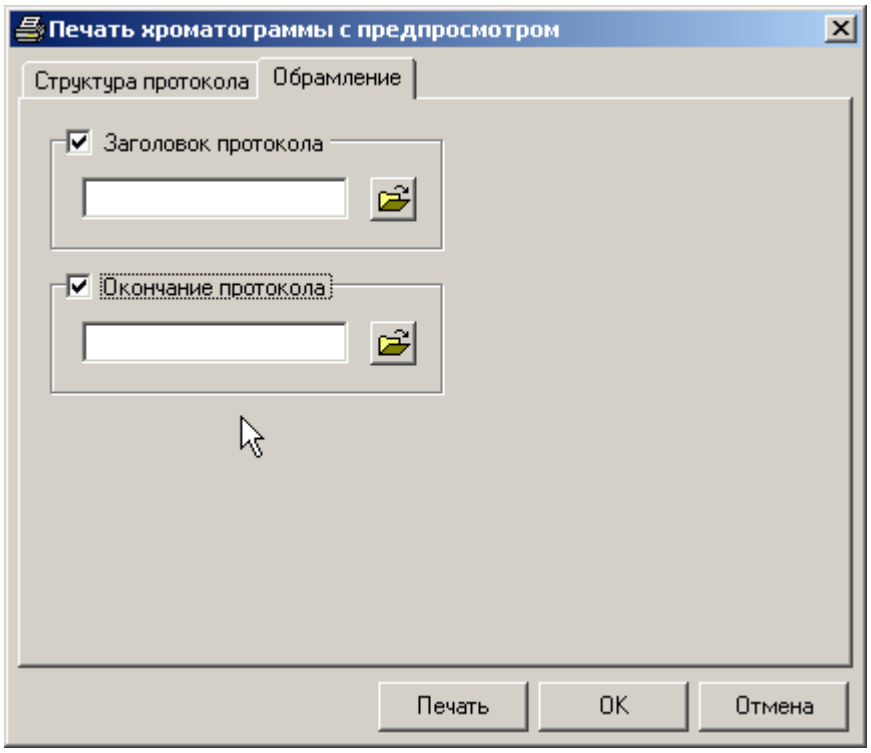
В группе "Заголовок" могут отдельно активизироваться строки:
- "Хроматограф" - выводится информация о хроматографе, на котором проводился анализ (из вкладки "Конфигурация хроматографа" см. п.7.4.3);
- "Оператор" - выводится информация об операторе (из вкладки "Запуск анализа - Паспорт" см. п.7.6.3);
- "Комментарий" -выводится записанный оператором комментарий (из вкладки "Запуск

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

анализа - Комментарий" см. п.7.6.3).
В группе "Параметры управления" могут отдельно активизироваться строки:
- "Температуры" - выводится на печать температурные режимы метода (см. п.7.5.6);
- "Расходы газов" - выводится на печать режимы расхода газов (см. п.7.5.7);
- "Режим "Сплит" - выводится на печать режим "Сплит" (если он задан в методе см. п.7.5.10).
Параметры этой группы выводятся из соответствующего метода.
В группе "Хроматограмма" задаются значения:
- размера окна для вывода хроматограммы (для печати горизонтальной хроматограммы на формате А4 - ширина должна быть не более 15 см, высота - ориентировочно 8 см);
- активизируется строка вывода хроматограммы на отдельном листе.
При активизации строки "Пики" и названия детектора (ПИД-2) выводится на печать результат анализа выбранных детекторов из вкладки "Пики".
Кроме этого активизируются строки:
- "Проба" - выводится информация о пробе (из вкладки "Запуск анализа - паспорт" см. п.7.6.3);
- "Колонка" - выводится информация о колонке (из вкладки "Конфигурация - колонки" см. п 7.4.6);
- "Параметры обработки" - выводится на печать информация о параметрах обработки соответствующего метода (см. п.7.5.19-п.7.5.22);
- "Группы" - выводится на печать результат анализа выбранных детекторов из вкладки "Группы";
- "Идентификация" - выводится на печать результат анализа выбранных детекторов из вкладки "Компоненты";
- "Дополнительные расчеты" - выводится на печать результат дополнительных расчетов.
При нажатии кнопки "ОК" происходит запись параметров в память компьютера, при нажатии кнопки "Печать" осуществляется просмотр протокола.

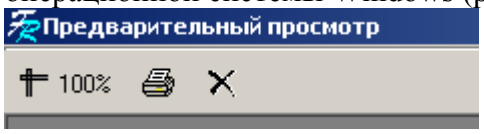
7.12.2 При нажатии на кнопку "Обрамление" на экран выводится вкладка "Обрамление".

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



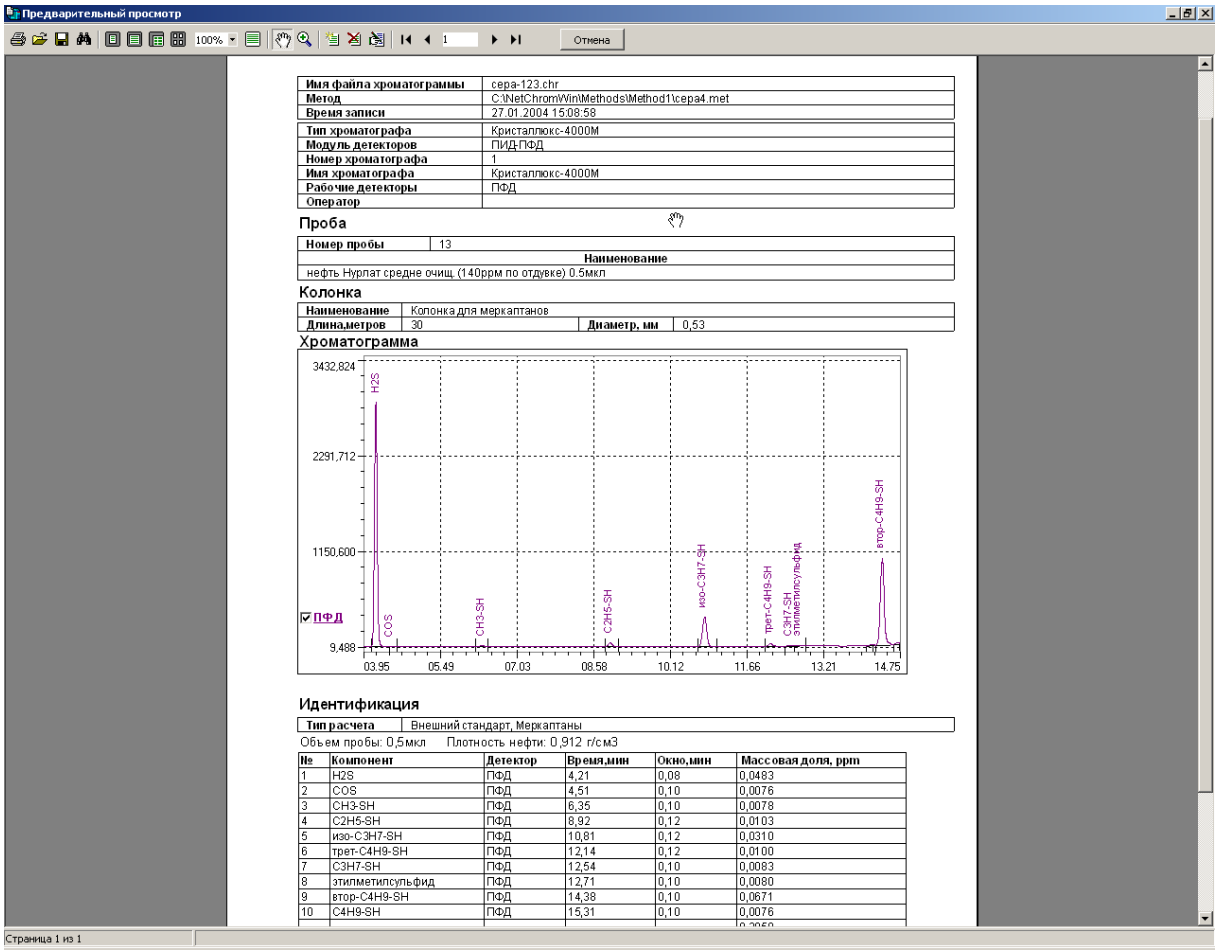
В данной вкладке задаются файлы, в которых находятся «Заголовок протокола» пользователя и «Окончание протокола» пользователя, в которые можно занести данные необходимого формата по требованиям нормативных документов пользователя.
При нажатии на кнопку «ОК» происходит запись параметров в память компьютера, при нажатии кнопки "Печать" осуществляется просмотр протокола с выбранным обрамлением.

7.12.3 При нажатии на кнопку «Печать» на экран выводится распечатка протокола анализа. Кнопки в левом верхнем углу вкладки являются стандартными кнопками операционной системы Windows (размер вкладки, печать, просмотр, поиск и выход).



Протокол имеет вид, приведенный на рисунке.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

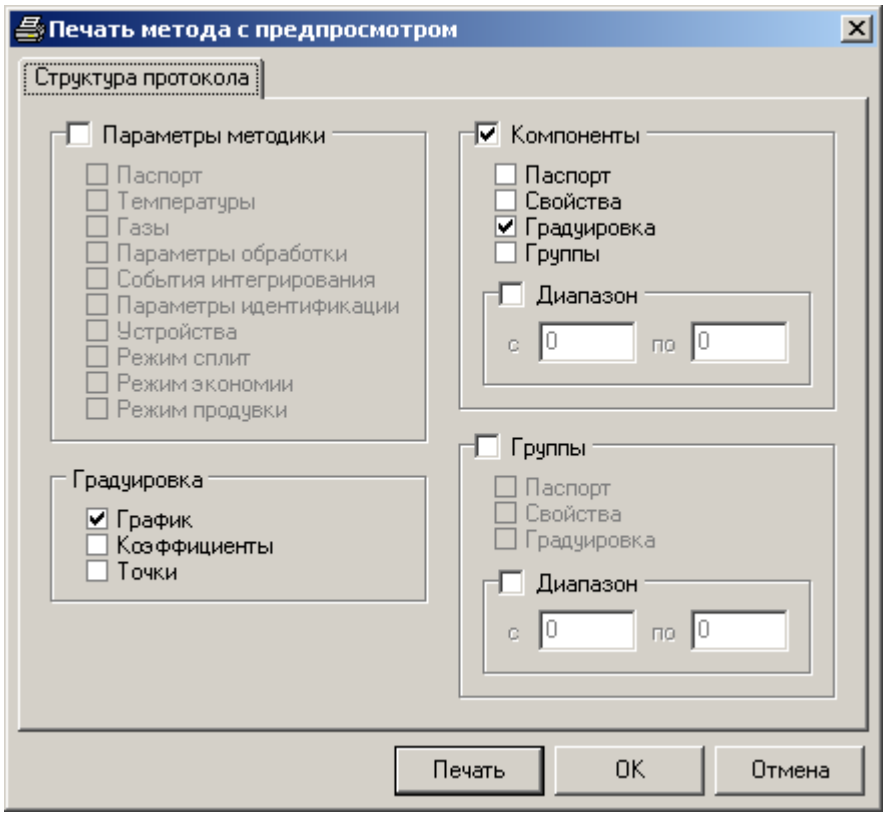


7.12.4 Для печати протокола без предварительного просмотра информации необходимо нажать иконку на панели инструментов. На экране появится вкладка "Печать хроматограммы" с вкладкой "Структура протокола". Заполнение вкладки аналогично описанию п.7.12.1.

При нажатии на кнопку "Печать" производится распечатка хроматограммы на принтере.

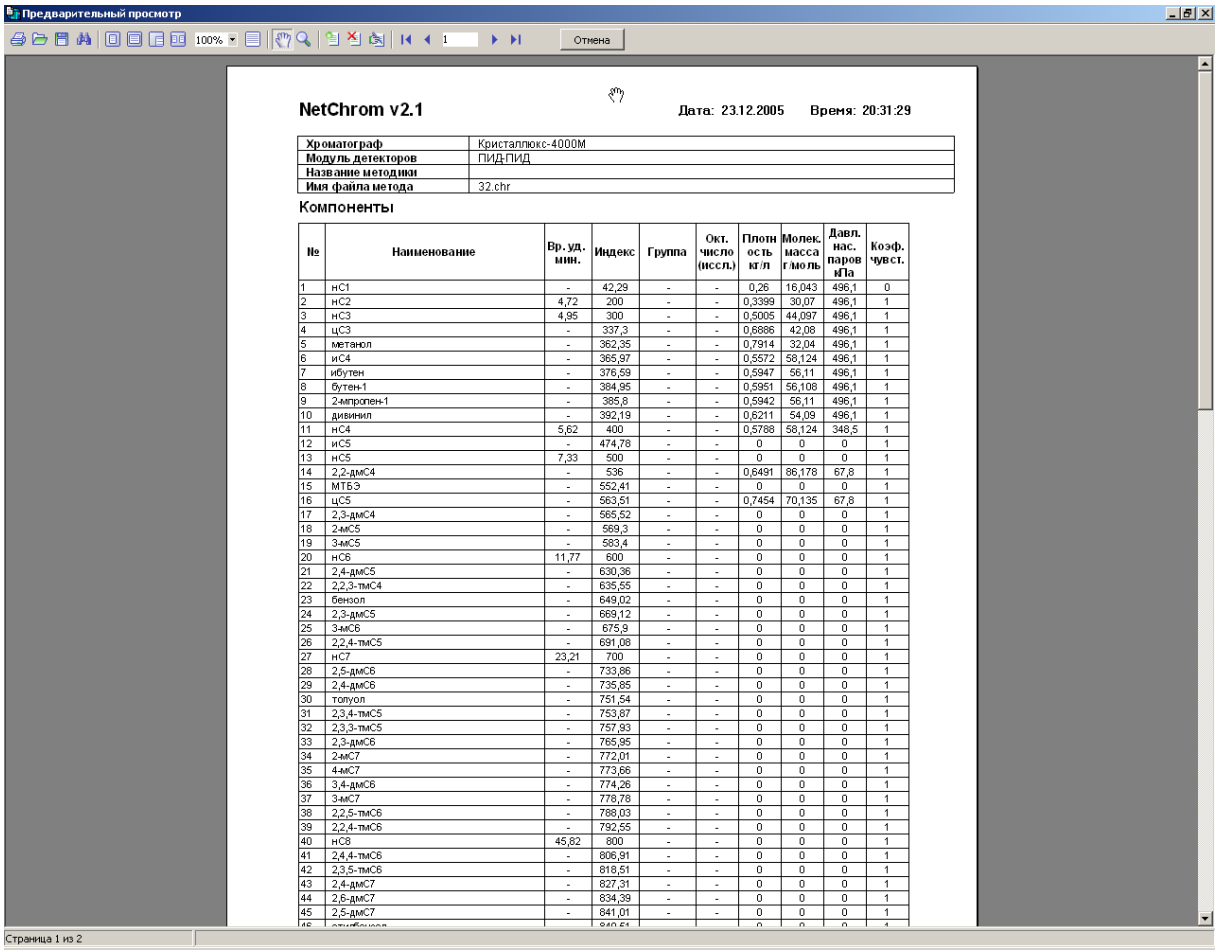
Распечатать можно также метод анализа и отдельные его компоненты (кнопка "Диапазон"), для этого при открытом методе необходимом повторить приведенные выше операции. Кнопки и находятся в окне метода справа (см. п.7.5.4). Кроме того, можно распечатать файл (график) градуировки (см. п.7.11.4).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



При анализе бензинов (метод расчета "Внутренняя нормализация бензин/нефть") можно распечатать таблицу компонентов и их свойства, активизировав строки "Компоненты", и "Свойства".

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



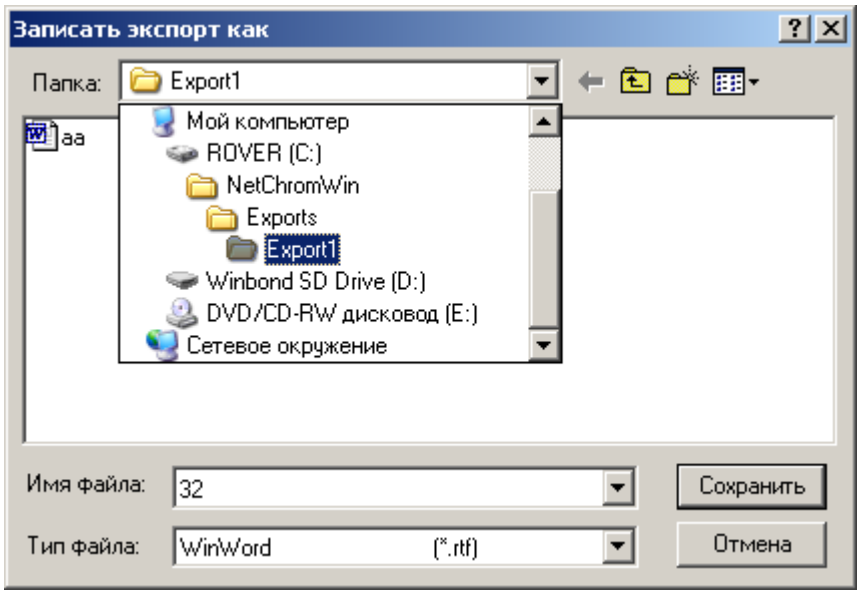
Хроматограф: Кристаллюкс-4000М
Модуль детекторов: ПИД-ПИД
Название методики:
Имя файла метода: 32.chr

Компоненты

№	Наименование	Вр. уд. мин.	Индекс	Группа	Окт. число (иссл.)	Плотность кг/л	Молек. масса г/моль	Давл. нас. паров кПа	Коэф. чувст.
1	нС1	-	42,29	-	-	0,26	16,043	496,1	0
2	нС2	4,72	200	-	-	0,3399	30,07	496,1	1
3	нС3	4,95	300	-	-	0,5005	44,097	496,1	1
4	цС3	-	337,3	-	-	0,6886	42,08	496,1	1
5	метанол	-	362,35	-	-	0,7914	32,04	496,1	1
6	иС4	-	365,97	-	-	0,5572	58,124	496,1	1
7	ибутен	-	376,59	-	-	0,5947	56,11	496,1	1
8	бутен-1	-	384,95	-	-	0,5951	56,108	496,1	1
9	2-мпропен-1	-	385,8	-	-	0,5942	56,11	496,1	1
10	дивинил	-	392,19	-	-	0,6211	54,09	496,1	1
11	нС4	5,62	400	-	-	0,5788	58,124	348,5	1
12	иС5	-	474,78	-	-	0	0	0	1
13	нС5	7,33	500	-	-	0	0	0	1
14	2,2-дмС4	-	536	-	-	0,6491	86,178	67,8	1
15	МТБЭ	-	552,41	-	-	0	0	0	1
16	цС5	-	563,51	-	-	0,7454	70,135	67,8	1
17	2,3-дмС4	-	565,52	-	-	0	0	0	1
18	2-мС5	-	569,3	-	-	0	0	0	1
19	3-мС5	-	583,4	-	-	0	0	0	1
20	нС6	11,77	600	-	-	0	0	0	1
21	2,4-дмС5	-	630,36	-	-	0	0	0	1
22	2,2,3-тмС4	-	635,55	-	-	0	0	0	1
23	бензол	-	649,02	-	-	0	0	0	1
24	2,3-дмС5	-	669,12	-	-	0	0	0	1
25	3-мС6	-	675,9	-	-	0	0	0	1
26	2,2,4-тмС5	-	691,08	-	-	0	0	0	1
27	нС7	23,21	700	-	-	0	0	0	1
28	2,5-дмС6	-	733,86	-	-	0	0	0	1
29	2,4-дмС6	-	735,85	-	-	0	0	0	1
30	толуол	-	751,54	-	-	0	0	0	1
31	2,3,4-тмС5	-	753,87	-	-	0	0	0	1
32	2,3,3-тмС5	-	757,93	-	-	0	0	0	1
33	2,3-дмС6	-	765,95	-	-	0	0	0	1
34	2-мС7	-	772,01	-	-	0	0	0	1
35	4-мС7	-	773,66	-	-	0	0	0	1
36	3,4-дмС6	-	774,26	-	-	0	0	0	1
37	3-мС7	-	778,78	-	-	0	0	0	1
38	2,2,5-тмС6	-	788,03	-	-	0	0	0	1
39	2,2,4-тмС6	-	792,55	-	-	0	0	0	1
40	нС8	45,82	800	-	-	0	0	0	1
41	2,4,4-тмС6	-	806,91	-	-	0	0	0	1
42	2,3,5-тмС6	-	818,51	-	-	0	0	0	1
43	2,4-дмС7	-	827,31	-	-	0	0	0	1
44	2,6-дмС7	-	834,39	-	-	0	0	0	1
45	2,5-дмС7	-	841,01	-	-	0	0	0	1

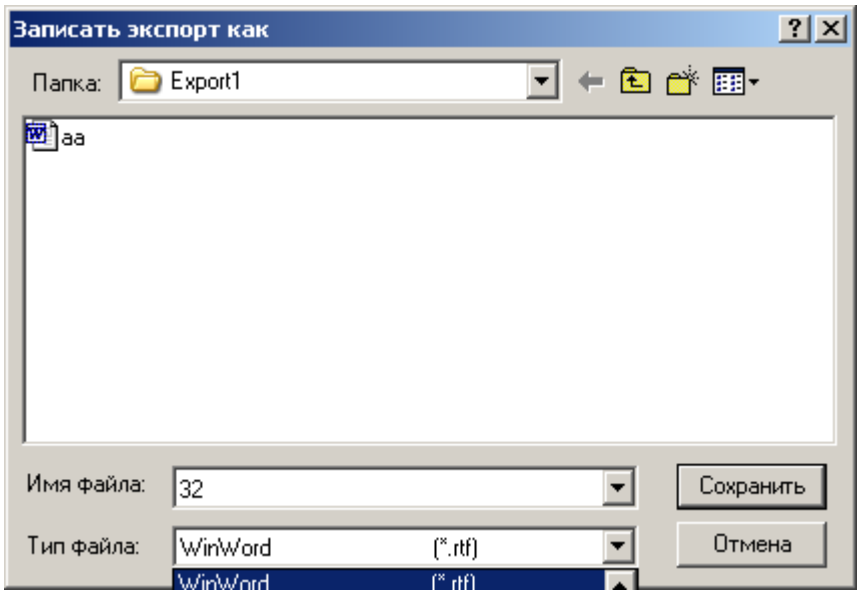
7.12.5 Для экспорта информации необходимо нажать иконку на панели инструментов. На экране появится окно "Экспорт хроматограммы" с вкладкой "Структура протокола". Заполнение вкладки аналогично описанию п.7.12.1. При нажатии на кнопку "экспорт" появляется окно "Записать экспорт", в котором необходимо выбрать место передачи данных - строка "Папка" (по умолчанию запись происходит в папку "Export" соответствующего хроматографа), имя файла, формат передачи данных (тип файла). Экспорт хроматограмм разрешен для пользователей лицензионной версии программы (в компьютер установлен электронный ключ). Для пользователей обладающих демонстрационной версией кнопка недоступна (имеет серый цвет).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

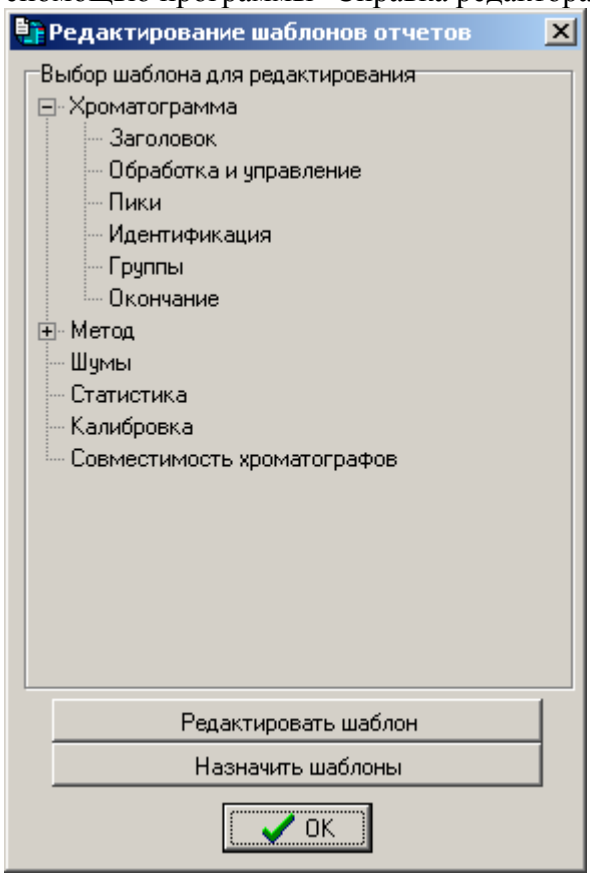


Кроме приведенных в перечне (на втором рисунке), файл создается в следующих форматах с соответствующим расширением:
Excel (XML) - *.xls,
Excel (OLE) - *.xls,
Интернет - *.htm,
Графика - *.bmp,
Графика - *.jpg,
- *.pdf,
Excel ( ) - *.xls,
- *.fp3,
(Win) - *.txt,
(DOS) - *.txt,
(Ampersand) - *.txt.
При нажатии кнопки "Сохранить", производится передача данных в соответствующую папку .

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



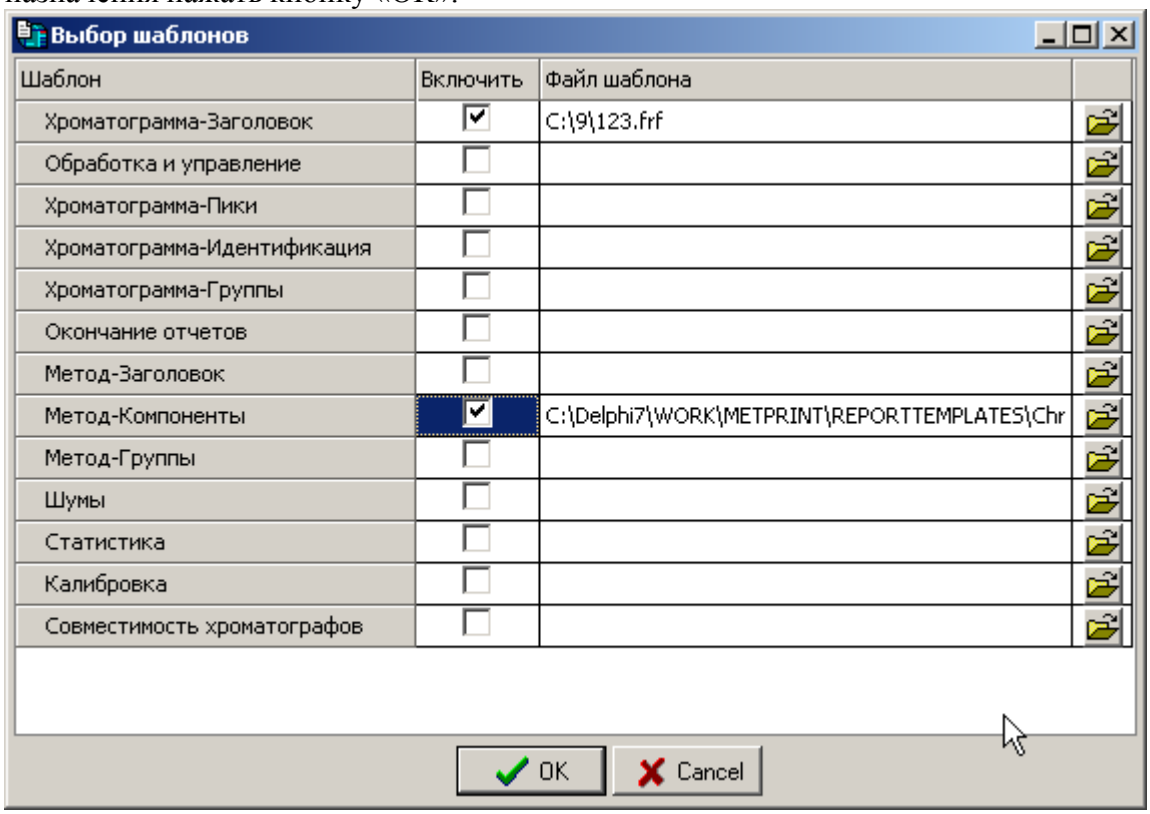
7.12.6 Для редактирования шаблонов отчетов необходимо вызвать окно "Редактор шаблонов отчетов", которое запускается с помощью последовательного нажатия кнопок "Пуск", "Программы", "NetChromWin", "Редактор шаблонов отчетов". Запуск производится аналогично операциям по п.6.2.1. Ознакомиться с порядком работ можно спомощью программы "Справка редактора шаблонов отчетов".



В данном окне содержатся две папки вкладок «Хроматограмма» и «Метод»,

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

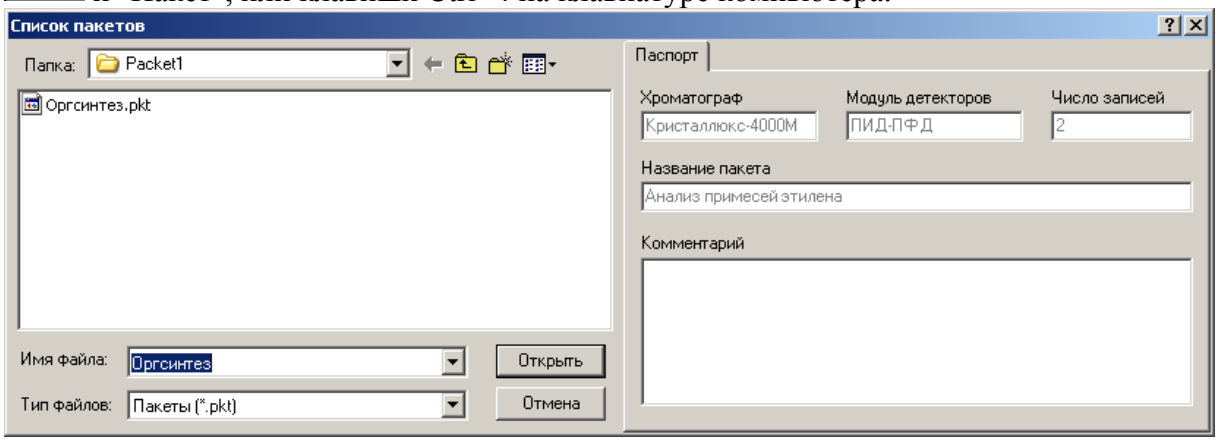
дополнительные вкладки «Шумы», «Статистика», «Калибровка» и «Совместимость хроматографов». Папки «Хроматограмма» и «Метод» содержат свои вкладки. Для раскрытия их каталога необходимо нажать на знак + перед папкой.
Выбрать вкладку, предназначенную для редактирования, можно и нажать кнопку «Редактировать шаблон» или, или поместив маркер мыши на заглавие нужной вкладки, два раза нажать левую клавишу мыши. Откроется выбранная вкладка и можно приступать к ее редактированию при помощи дизайнера шаблонов отчетов. Каждая вкладка отчетов может содержать несколько страниц информации, поэтому редактированию подвергаются те, которые необходимо изменить. Передвижение по каждой странице отчета производится при помощи клавиш прокрутки на экране или при помощи колесика прокрутки манипулятора мышь.
Для ознакомления с правилами работы дизайнера шаблонов отчетов рекомендуется пользоваться встроенной справкой.
После окончания редактирования необходимо данный шаблон сохранить в файле, с присвоенным ему именем. Для выбора уже существующего шаблона отчета необходимо нажать клавишу «Назначить шаблоны» вкладки «Редактирование шаблонов отчетов». На экране появится вкладка «Выбор шаблонов». В данной вкладке необходимо в столбце «Включить» отметить галочкой вкладки хроматограмм, которые будут печататься по образцу пользователя, и указать имена их файлов и путь к ним при помощи значка в строке каждого из выбранных вкладок.После проведения назначения нажать кнопку «ОК».



© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

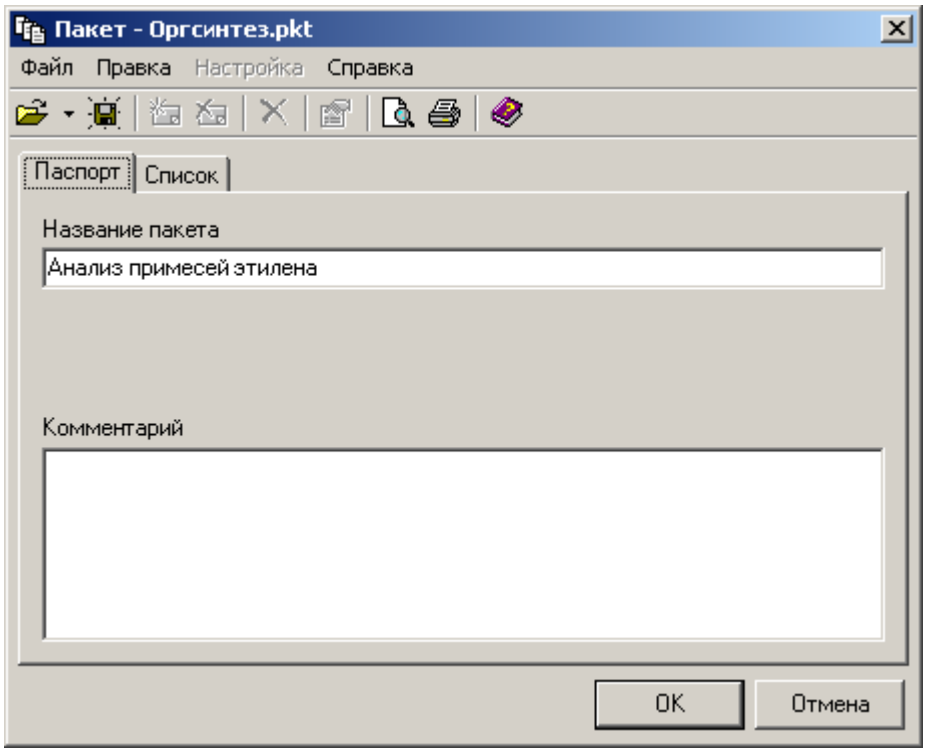
7.13 Пакеты методов

7.13.1 При работе хроматографа в автоматическом режиме существует возможность задания последовательности выполнения методов анализа, например, для круглосуточной работы. Для этого предварительно создается необходимая последовательность (пакет методов) в каталоге "Пакет". Для доступа к пакетам методов (далее пакеты) нажмите последовательно кнопки "Файл", "Открыть" и "Пакет", или и "Пакет", или клавиши Ctrl+4 на клавиатуре компьютера.

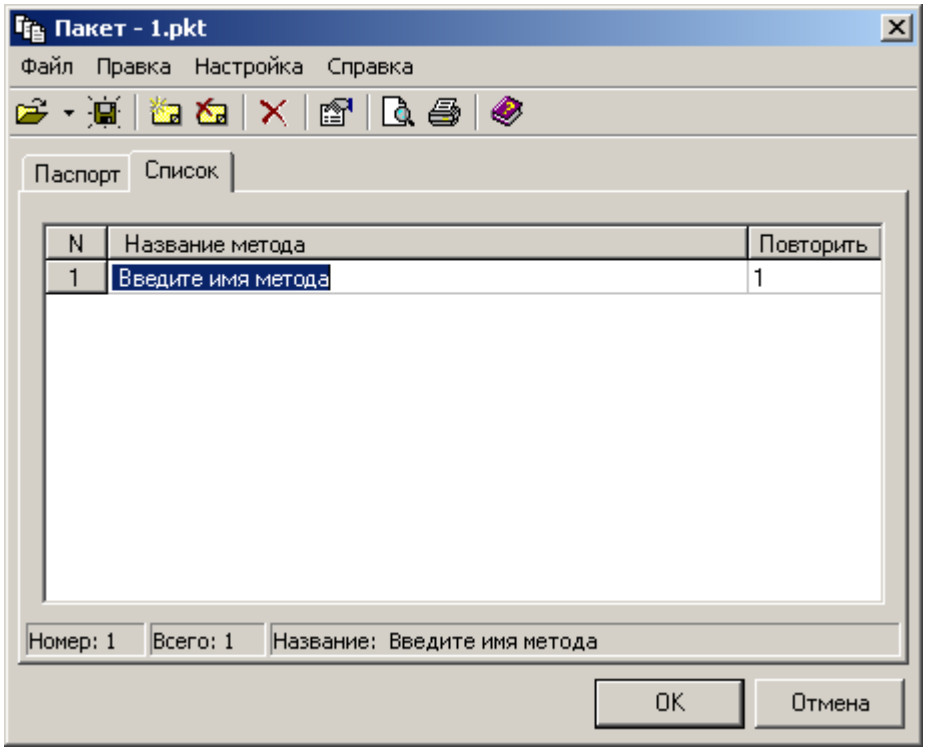


7.13.2 На экране появится окно "Список пакетов". Для создания нового пакета введите в строке "Имя файла" название файла, например, "Оргсинтез", под которым новый пакет будет храниться в памяти компьютера, причем по умолчанию файлы пакетов сохраняются в папке "Packets" программы (с номером соответствующего хроматографа) и имеют тип (расширение) "*.pkt". Для входа в этот пакет нажмите кнопку "Открыть". Для корректировки или просмотра записанного пакета, выбирите его в списке, затем нажмите кнопку "Открыть" или нажмите левую клавишу мыши подряд два раза на выбранной строке. Справа при выборе пакета открывается его паспорт для идентификации в списке при выборе. В паспорте отображаются тип хроматографа и модуля, используемые рабочие детекторы, название пакета и комментарий к методу, записанные оператором.
После нажатия кнопок согласно приведенным выше операциям открывается окно "Пакет" с вкладкой "Паспорт". В случае необходимости заполните строки "Название пакета" и "Комментарий" для распечатки протокола и идентификации пакета в списке при его выборе.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



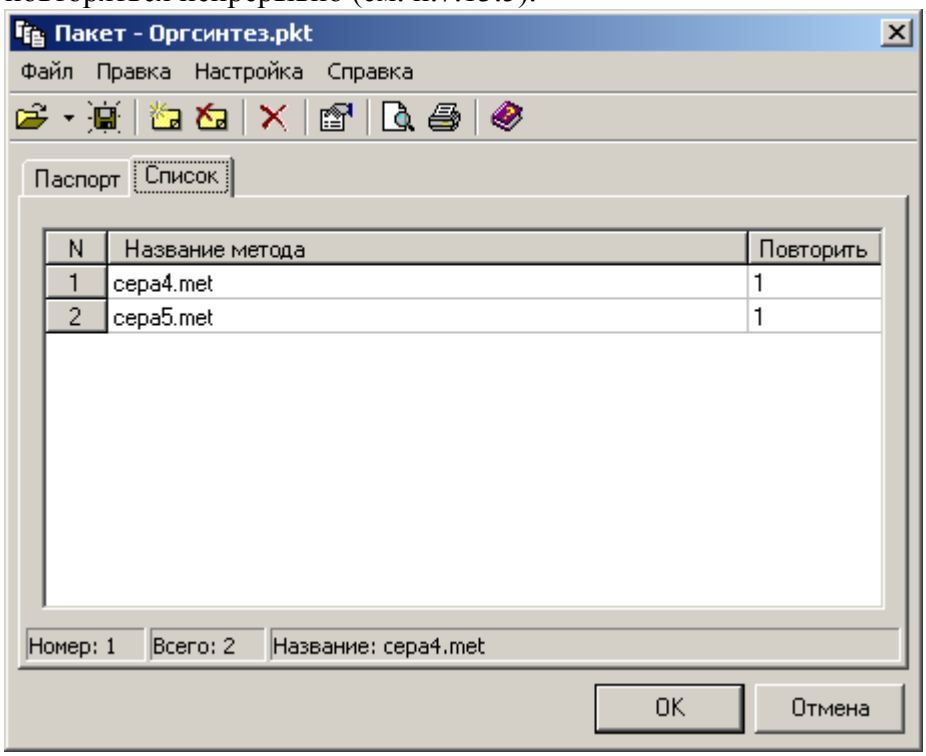
7.13.3 Откройте вкладку "Список", в который внесите название методов, их чередование и количество их повторов. Количество методов в пакете не может быть более 100. Названия методов вводится аналогично п.7.5.12.



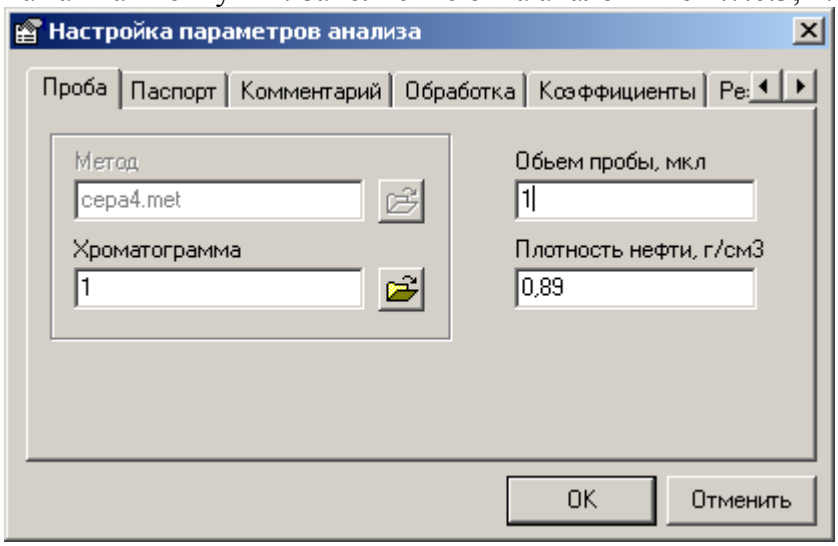
Нажмите кнопку появится строка "Введите имя метода", нажмите дважды левую клавишу мыши на выделенной строке и выбирите метод в появившемся каталоге

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

методов. Метод можно выбрать также нажав кнопки и "Метод". Метод из списка можно удалить, нажав на кнопку , также можно удалить все методы из списка, нажав на кнопку . Пакет можно распечатать и записать. Пример заполнения вкладки приведен ниже. В частном случае список может содержать один метод, который будет повторяться непрерывно (см. п.7.13.5).



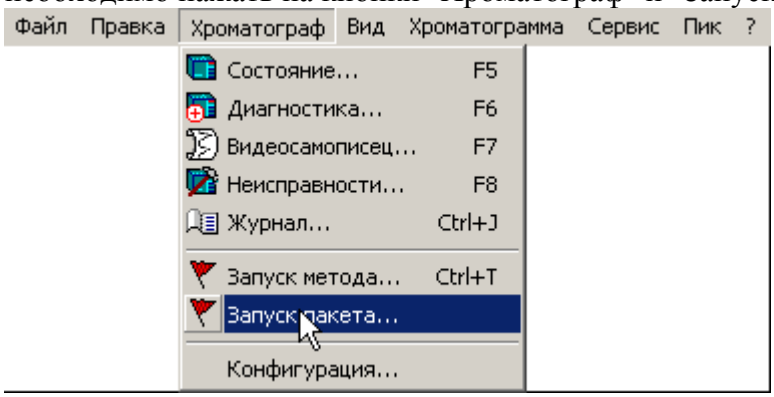
При выборе метода появляется окно "Настройка параметров анализа", которую необходимо обязательно заполнить. Параметры окна можно в любое время изменить, нажав на кнопку . Заполнение окна аналогично п.7.6.3, п.7.6.4, п.7.6.5, п.7.6.7.



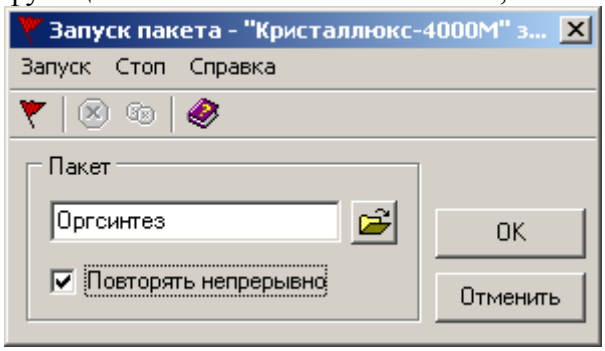
7.13.4 Если во вкладке "Настройки программы - Общие" активизирована кнопка "Автозапуск пакета методик по включению" (см. п.7.3.3), через несколько секунд после

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

загрузки программы произойдет автоматический запуск пакета, указанного в окне «Запуск пакета».Для ручного запуска пакета, или перехода на другой пакет, необходимо нажать на кнопки "Хроматограф" и "Запуск пакета".



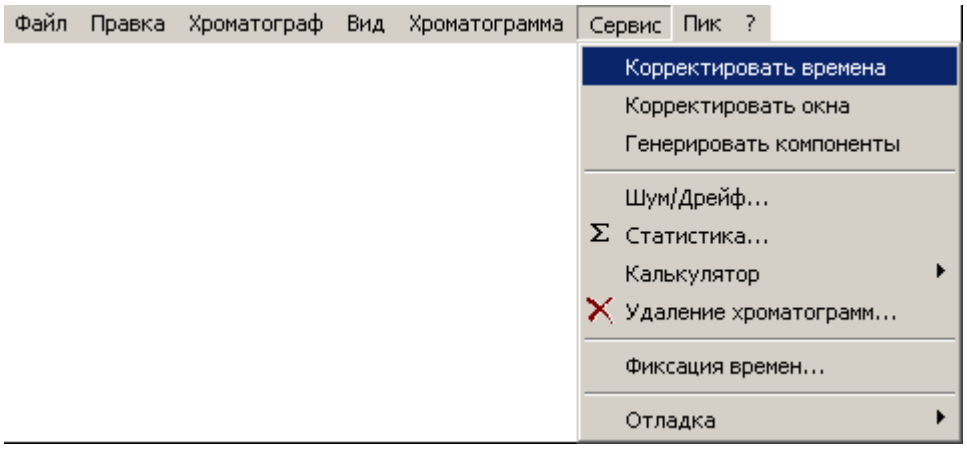
7.13.5 На экране появится окно "Запуск пакета", в котором необходимо выбрать пакет и, если необходимо, задать непрерывное повторение пакета. Заполнение окна и функции кнопок аналогичны п.7.6.2, п.7.6.8.



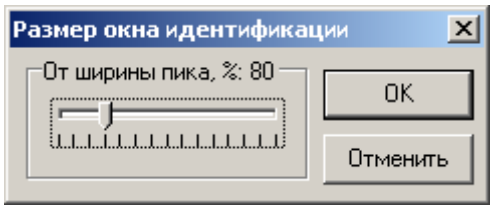
8 Сервисные функции

8.1 Нажмите на кнопку "Сервис", после чего откроется меню сервисных функций. При нажатии на кнопки сервисных функций осуществляются следующие операции, причем первые четыре функции осуществляются над открытой хроматограммой.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

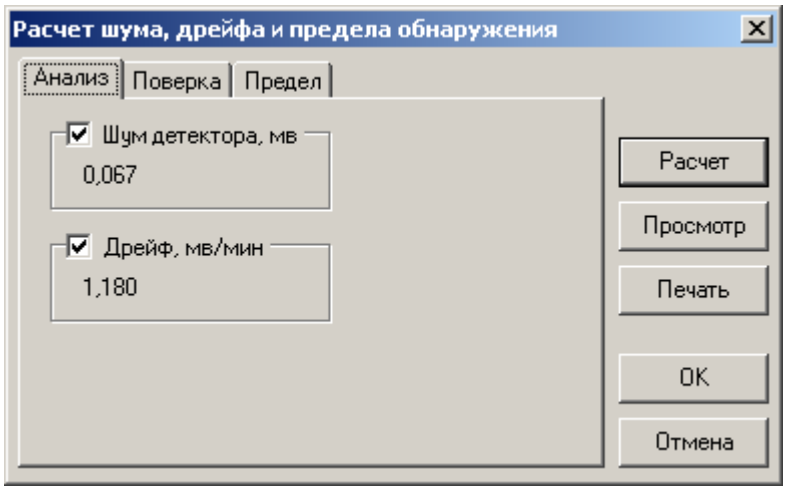


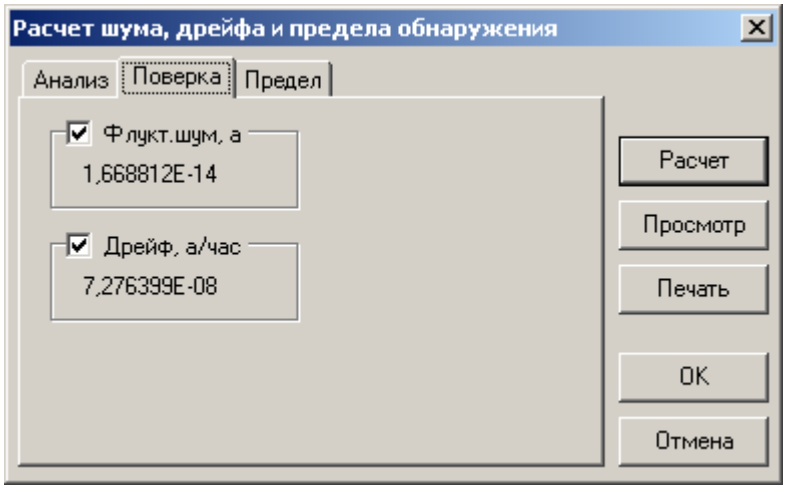
8.2 Нажмите кнопку "Корректировать времена" - по этой команде у идентифицированных компонентов библиотечные времена удерживания изменяются на времена удерживания компонентов в хроматограмме.
Нажмите кнопку "Корректировать окна - по этой команде откроется окно "Размер окна идентификации", в котором можно скорректировать библиотечные значения ширины окон пиков, причем ширина окна выбирается оператором в зависимости от ширины пика.



8.3 Нажмите кнопку "Генерировать компоненты" - по этой команде всем неидентифицированным компонентам в хроматограмме присваиваются номера в порядке возрастания времени удерживания, и они заносятся в список компонентов.
8.4 Нажмите кнопку "Шум/Дрейф" по этой команде осуществляется расчет шума и дрейфа на выбранном в окне участке хроматограммы. Размерность при нажатой кнопке "Анализ" соответственно в мВ и мВ/мин, при нажатой кнопке "Поверка" в А и А/мин (для ДТП размерность шумов и дрейфа при нажатой кнопке "Поверка" не меняется, но уровень шумов и дрейфа приводятся к входу, т.е. делится на коэффициент усиления).

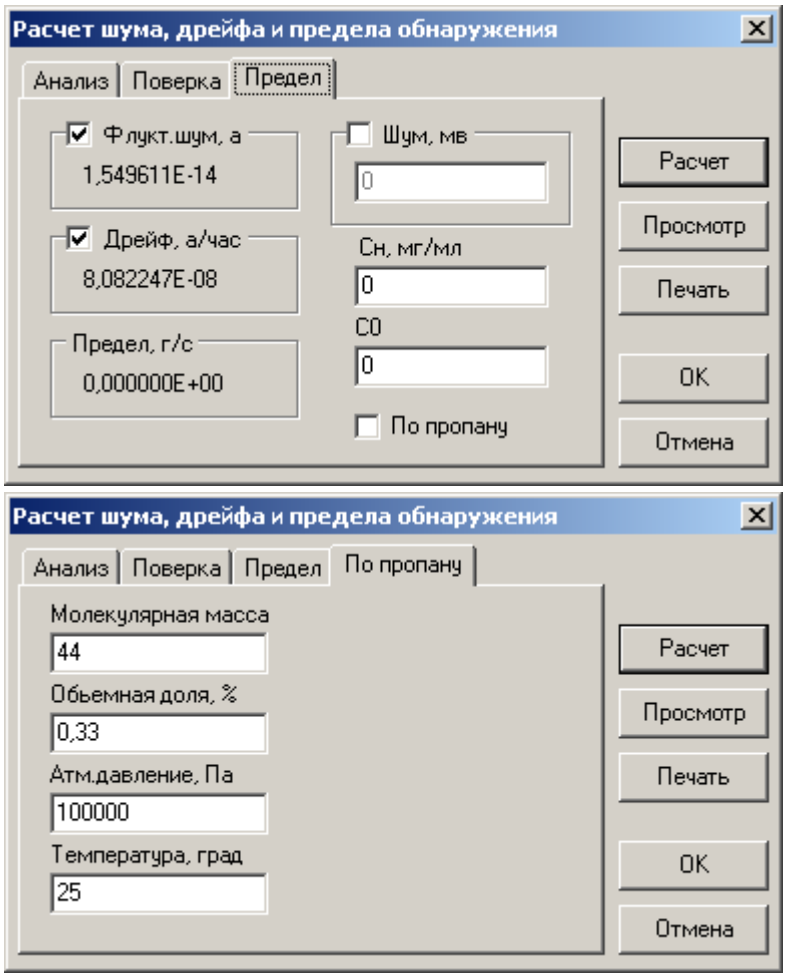
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"





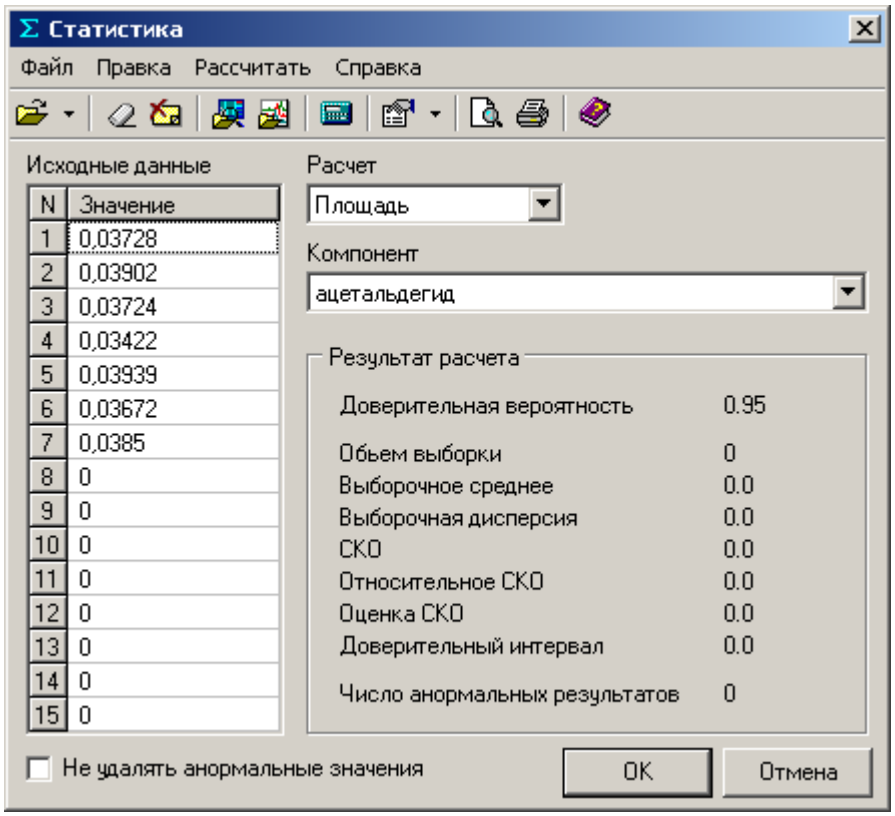
При нажатии кнопки "Предел" рассчитывается предел детектирования, если в методе задан расчет "Внешний стандарт", а один из пиков идентифицирован как компонент. При этом в графу "Сн" должна быть занесена концентрация компонента в пробе, в графу "Со" - расчетное содержание элемента, на который реагирует детектор, в молекуле компонента. Кроме того, в графу "Шум" (при ее активизации) можно занести результаты расчета шумов детектора из шумовой хроматограммы. При активизации строки "По пропану" формула расчета соответственно изменяется для данного расчета и появляется дополнительная вкладка "По пропану", в которой необходимо заполнить дополнительные данные для расчета: молекулярную массу (пропана или другого газа, по которому производится расчет), объемную долю газа в смеси в %, атмосферное давление в Па, температуру окружающей среды в ^{o}C.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



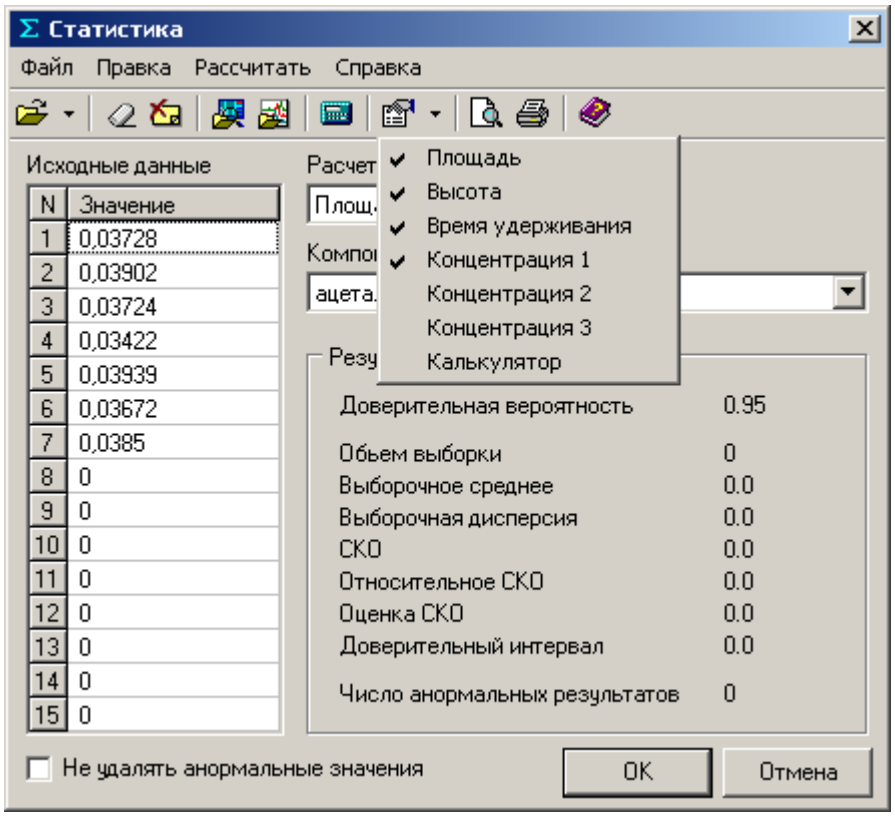
8.5 Нажмите кнопку "E Статистика", по этой команде осуществляется расчет относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) по площадям, высотам, временам удерживания, концентрациям выбранного компонента (по трем значениям различной размерности, если это задано в методе). Возможен расчет ОСКО произвольных значений данных в режиме "Расчет"-"калькулятор".

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



Компонент выбирается из метода, при нажатии кнопки . Перед каждым расчетом рекомендуется обновлять название компонента во избежание ошибок, связанных с возможным изменением метода (особенно типа и количества рабочих детекторов) во-время проведения анализов. Если анализы пробы проведены, и необходимо рассчитать ОСКО для выбранного компонента, то результаты заносятся в таблицу при выборе хроматограммы из библиотеки после нажатия кнопки . Хроматограммы могут заносится по одной или группой. Группа выбирается с помощью "мыши" стандартной процедурой операционной системы Windows. Расчет производится после нажатия кнопки . Выбранную запись (выделенная пунктирной линией) можно удалить при нажатии кнопки , все строки таблицы удаляются по кнопке . При нажатии кнопки ОК, расчет не производится, но параметры таблицы запоминаются. Печать результатов расчета производится после нажатия кнопки . При нажатии кнопки можно выбрать параметры, по которым будет производится печать результатов расчета ОСКО.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



При нажатии кнопки можно предварительно просмотреть печать протокола результатов расчета ОСКО (см. ниже).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

NetChrom v2.1 Дата: 19.05.2005 Время: 15:19:36

Поверка - расчет относительного СКО

Номер хроматографа	1
Имя хроматографа	Кристаллюкс-4000М
Рабочий детектор	ПИД-2
Компонент	ацетальдегид

Исходные данные

№	Площадь	Высота	Время	Концен.1	Файл
1	0,03728	1,104	5,567	0	118.chr
2	0,03902	1,072	5,57	0	120.chr
3	0,03724	1,1	5,569	0	122.chr
4	0,03422	0,998	5,567	0	123.chr
5	0,03939	1,182	5,572	0	117.chr
6	0,03672	1,045	5,568	0	124.chr
7	0,0385	1,125	5,567	0	125.chr

** - аномальный результат*

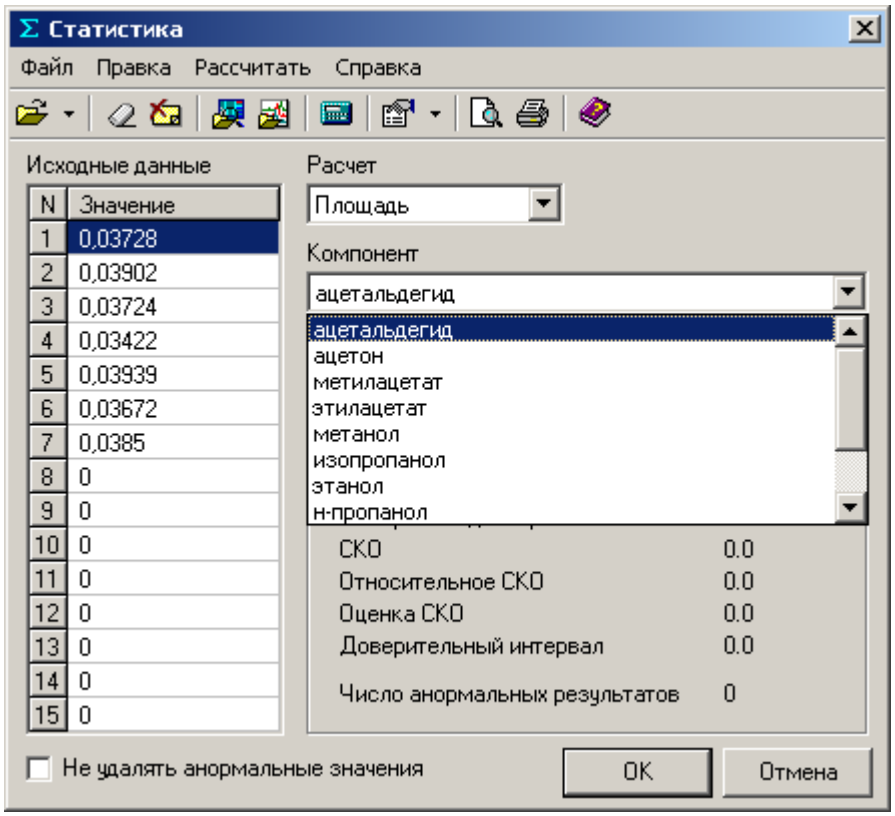
Результаты расчета

Параметр	Площадь	Высота	Время	Концент.1
Доверительная вероятность	0.95	0.95	0.95	0.95
Объем выборки	7	7	7	7
Выборочное среднее	0,03748	1,089	5,569	0
Выборочная дисперсия	3,06E-06	0,003466	3,619E-06	0
СКО	0,001749	0,05887	0,001902	0
Относительное СКО	4,667	5,404	0,03416	0
Оценка СКО	0,0006612	0,02225	0,000719	0
Доверительный интервал	0,001284	0,04321	0,001396	0
Число аномр.результатов	0	0	0	0

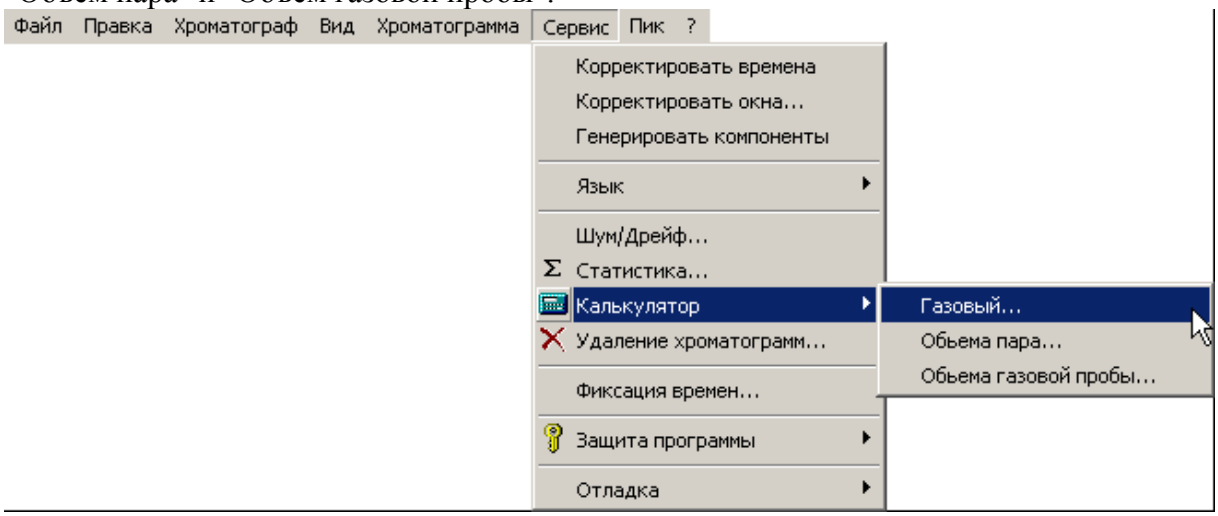
Оператор: _____ **Подпись:** _____

При расчете хроматограмм в них расчитывается ОСКО по всем компонентам, компоненты можно выводить по очереди. Доступ к следующим компонентам осуществляется с помощью кнопки ▼.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

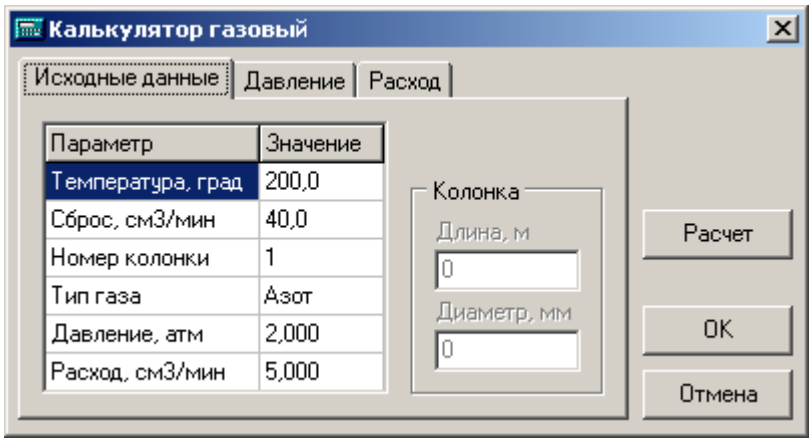


8.6 Выбирите кнопку "Калькулятор", появится три кнопки "Газовый" (калькулятор), "Объем пара" и "Объем газовой пробы".

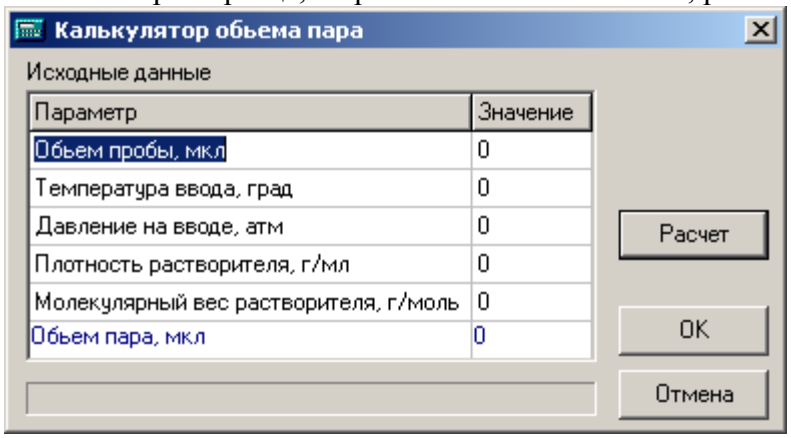


При нажатии кнопки "Газовый" появляется окно "Калькулятор газовый", в котором осуществляется расчет объемного, линейного расходов, коэффициента сброса и мертвого времени для капиллярной колонки по известному давлению и наоборот. Причем параметры колонки (длина и внутренний диаметр) выбираются из заданных в окне "Конфигурация" во вкладке "Колонки" (см. п. 7.4.6).

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



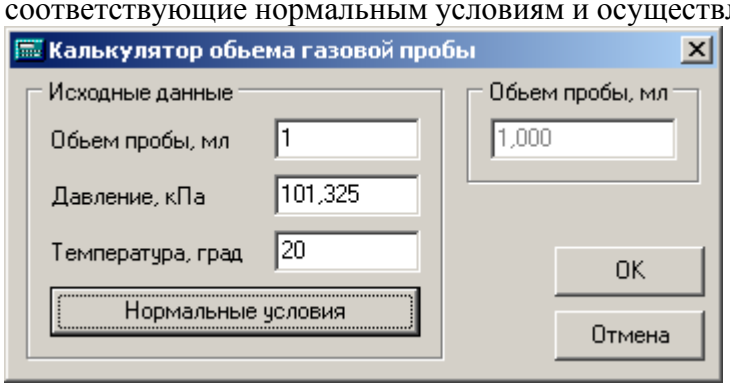
Для расчета необходимо заполнить вкладку "Исходные данные", нажать на кнопку "Расход" или "Давление", в зависимости от того, какой параметр необходимо рассчитать, и нажать кнопку "Расчет". Температура (колонки), расход по линии сброса, давление или расход задаются с помощью клавиатуры компьютера. Номер колонки и тип газа задаются из меню аналогично, например, п. 7.5.22. Если выбрать в строке "Номер колонки" параметр "Другая", установить длину и внутренний диаметр в графе "Колонки", то расчет будет произведен для этой виртуальной колонки. При нажатии кнопки ОК, расчет не производится, но параметры таблицы запоминаются.
При нажатии кнопки "Объема пара..." появляется окно "Калькулятор объема пара", в котором осуществляется расчет обьема расширившегося пара при испарении жидкой пробы, при этом учитываются следующие факторы: свойства растворителя, обьем введенной пробы, температура испарения и давление газа на входе испарителя. В результате расчета получится конечный обьем расширившихся паров, отнесенных ко внутренним размерам устройства ввода (объем лайнера).
Если обьем пара больше, чем обьем лайнера, то избыточный обьем пара может распространится в другие области устройства ввода, в результате чего может иметь место потеря образца, загрязнение газовых линий, размытие искомого пика.



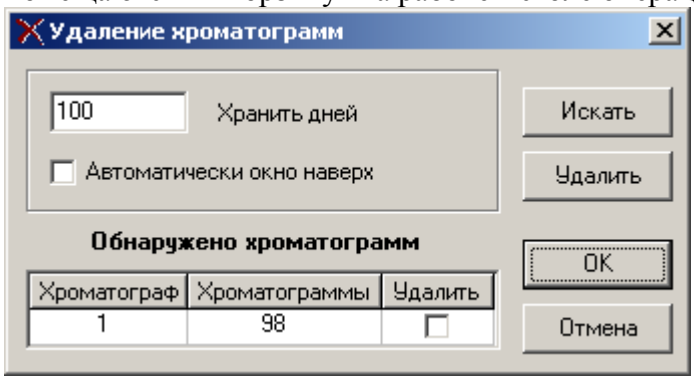
При нажатии на кнопку "Объем газовой пробы" появляется окно "Калькулятор объема газовой пробы", в котором осуществляется расчет обьема газовой пробы при температуре и давлении среды, отличающихся от нормальных. Расчетное значение фиксируется в графе "Объем пробы" справа вверху, при нажатии кнопки "Нормальные условия", в графы "Давление, кПа" и Температура, град" устанавливаются значения

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

соответствующие нормальным условиям и осуществляется перерасчет объема пробы.

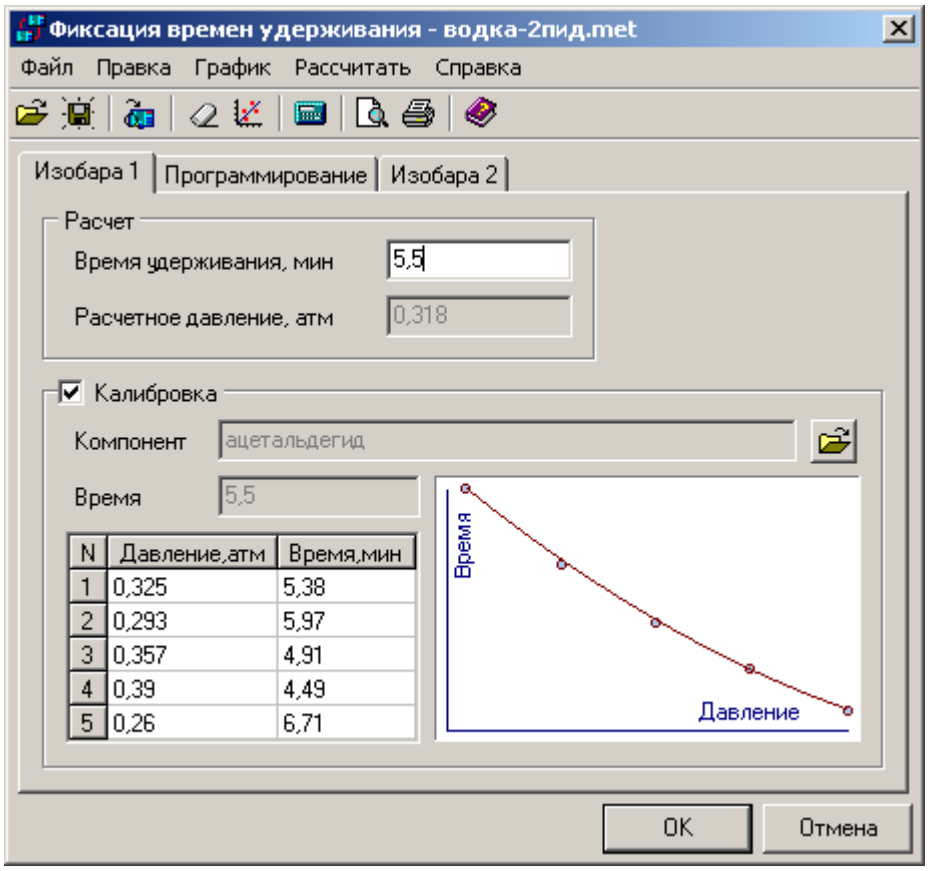


8.7 Нажмите кнопку "Удаление хроматограмм", после чего появляется одноименное окно, в котором осуществляется удаление хроматограмм. Удаление осуществляется по прошествии заданного количества дней в строке "Хранить дней", при этом срок исчисляется с момента записи или копирования хроматограммы в каталог. Удаление производится после активизации строки "Удалить" в таблице и нажатия кнопки "Удалить". Активизация строки "Автоматически окно наверх" окно "Удаление хроматограмм" будет появляться каждый раз, как только истечет срок хранения какой-либо хроматограммы. В таблице "Обнаружено хроматограмм" указывается количество хроматограмм для которых истек заданный срок хранения. При изменении срока и нажатия кнопки "Искать" данные в таблице обновляются. В таблице заполнено столько строк сколькохроматографов обслуживается программой. Кнопка ОК служит как и везде для запоминания введенной информации. Удаленные хроматограммы помещаются в "Корзину" на рабочем столе операционной системы Windows.



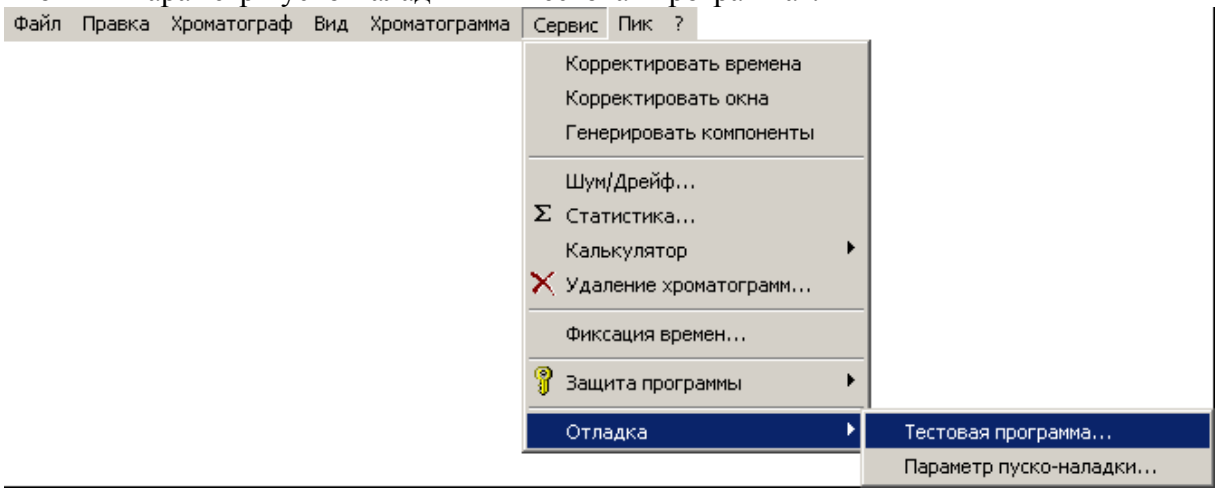
8.8 Нажмите кнопку "Фиксация времен...", после чего появляется одноименное окно, в котором осуществляется расчет давления на входе капиллярной колонки по времени удерживания компонента, выбранного в качестве реперного, полученного на другой однотипной колонке. При этом используется зависимость времени удерживания реперного компонента от входного давления (берется пять точек: номинальное значение и его вариация на ±10, ±20%), снятая на этой однотипной колонке.

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



8.9 Работа с кнопкой "Защита программы описана в в разделе 5.9.

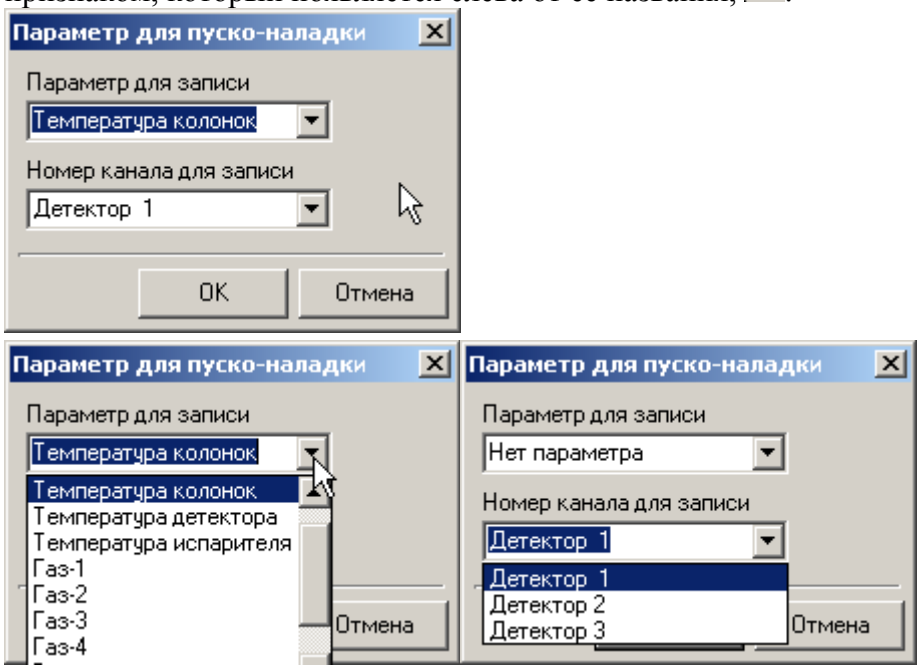
8.10 Выберите в меню под кнопкой "Сервис" строку "Отладка", при этом откроются кнопки "Параметр пуско-наладки" и "Тестовая программа".



Нажмите кнопку "Параметр пуско-наладки", по этой команде осуществляется просмотр на видеосамописце, а при необходимости запись в хроматограмму любого параметра хроматографического режима на любой свободный в данном методе канал измерения сигналов хроматографа. Выбор параметра для записи осуществляется после нажатия кнопки из предложенного меню (кроме параметров, перечисленных на рисунке, имеются параметры: воздух, водород, давление, для ДТП - ток моста ДТП-1, 2).

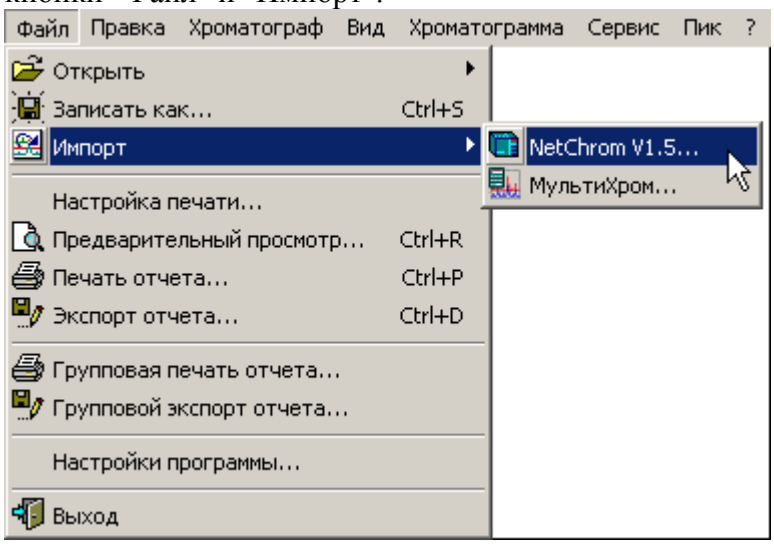
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

Аналогично выбирается канал измерения ("Детектор 1", "Детектор 2", "Детектор 3"). Хроматограмма с записанным тестовым параметром обозначается специальным признаком, который появляется слева от ее названия, .



8.11 Нажмите кнопку "Тестовая программа", по этой команде осуществляется тестирование узлов хроматографа как отдельно так и в режиме имитирующем работу хроматографа в основной программе. Программа доступна наладчику оборудования (см. п.5.9).

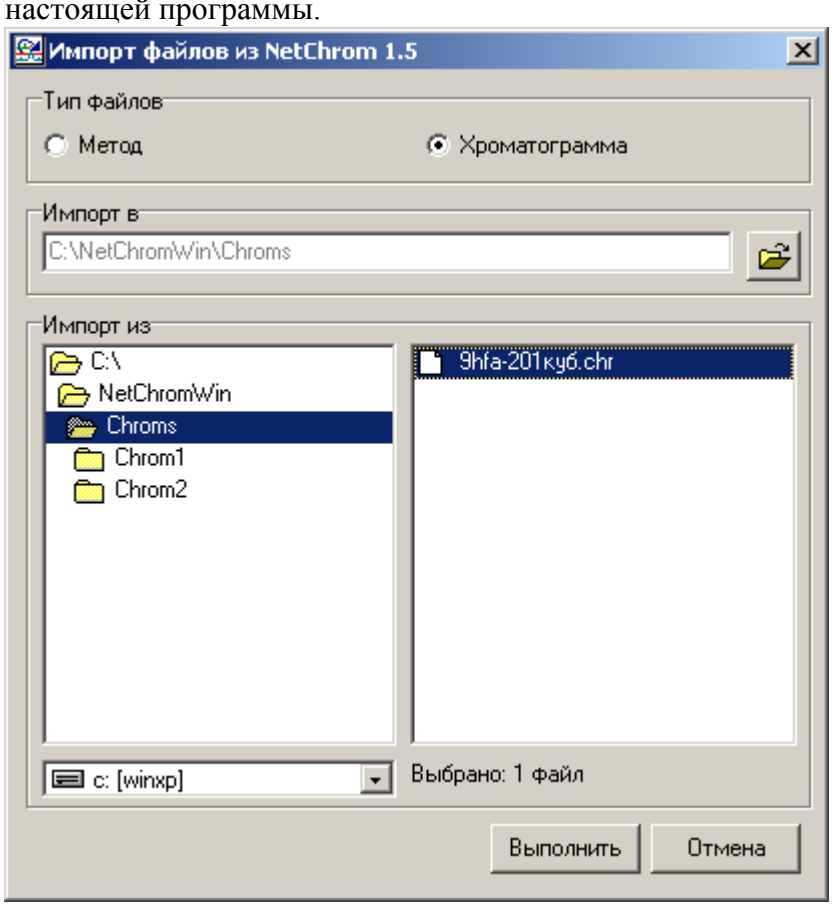
8.12 Для преобразования (конвертации) хроматограмм и методик, полученных на хроматографах "Кристаллюкс-4000" в старой программе "NetChromV1.5", в настоящую программу служит программа "Импорт файлов из NetChromV1.5" ("Convertor"). Программу можно запустить непосредственно из настоящей программы, нажав на кнопки "Файл" и "Импорт".



После этого появляется окно программы конвертации, в котором необходимо выбрать

© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

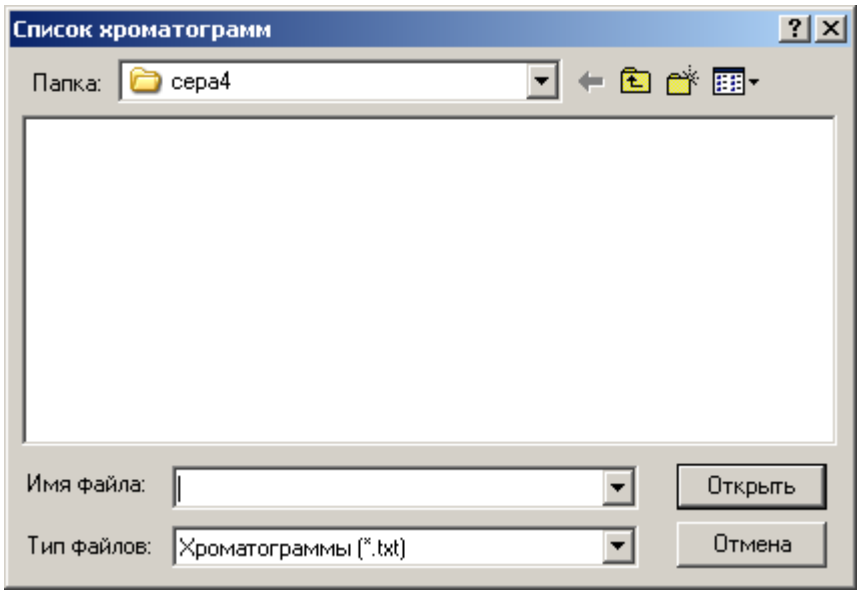
тип файла ("Метод" или "Хроматограмма"), найти выбранный для конвертации файл в каталогах "Импорт из" (файл выбирается с любого диска компьютера, любого каталога) и нажать кнопку "Выполнить". После этого хроматограмму можно открыть с помощью настоящей программы.



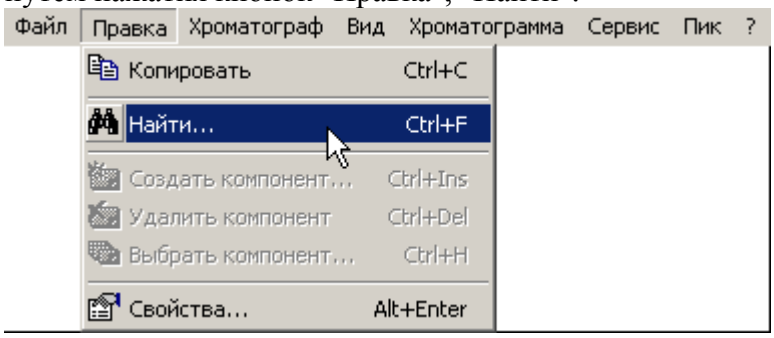
Программу можно выбрать также согласно п.6.2.1, нажав на кнопку "Импорт хроматограмм NetChrom DOS".

Кроме того данные хроматограммы из "NetChromV2.0" (хроматографический сигнал) можно преобразовать в формат программы "Мультихром" и поместить в любой каталог, под любым именем для дальнейшей обработки програмой "Мультихром".

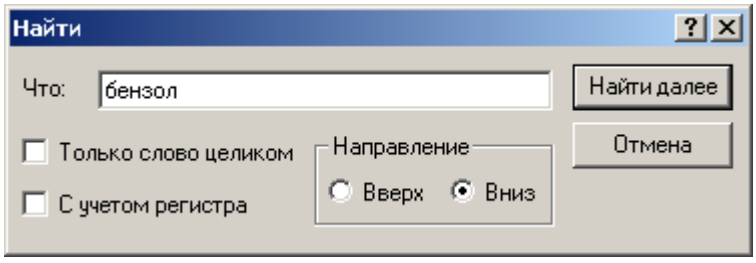
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"



8.13 В программе можно воспользоваться поисковой системой, которая запускается путем нажатия кнопок "Правка", "Найти".



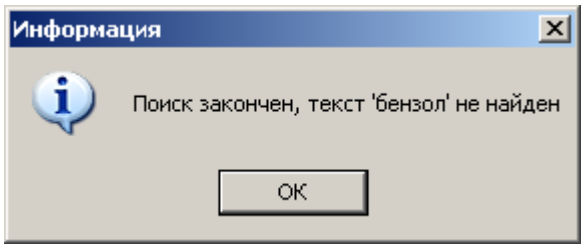
При этом появляется окно "Найти", в котором заполняются строки:
- "Что" - название компонента или группы, которые надо найти в списке;
- "Только слово целиком" - при активизации этой строки, система ищет выбранное название, в противном случае название ищется в любом месте (контекст);
- "С учетом регистра" - при активизации этой строки, учитывается выбранный регистр в названии (прописные или строчные буквы), в противном случае на регистр не обращается внимание;
- "Направление" - при активизации соответствующей строки, задается направление поиска.



При нажатии на кнопку "Найти далее" происходит поиск выбранного названия, которое отмечается в соответствующем списке. Окно "Найти" не исчезает и им можно воспользоваться для дальнейшего поиска, пока не появится сообщение, что поиск

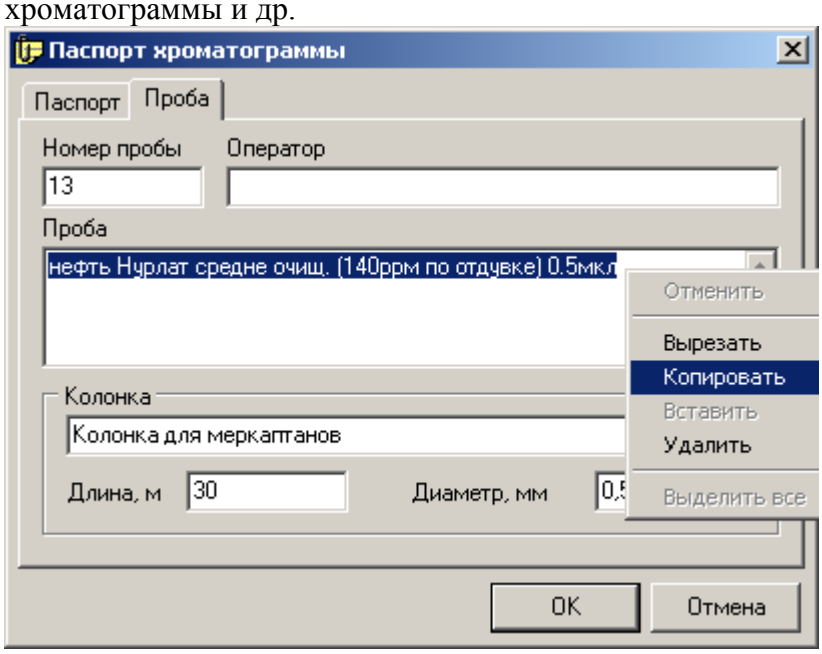
© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"

закончен.



Поисковая система применяется в окне "Метод- Компоненты" - во вкладке "Список", окне "Метод- Группы" - во вкладке "Список", в основном окне во вкладках "Пики", "Компоненты", "Группы".

8.14 Операции над файлами (открытие, создание, копирование, удаление, изменение и др.) методов, хроматограмм и прочие производятся по стандартным процедурам операционной системы "Windows". При этом файлы можно записывать на любой диск, в любое место, так же и забирать для работы программы можно любые файлы, любые выбранные записи в любые выбранные места. Для этого достаточно нажать на правую клавишу мыши для выбранного файла, выделить нужный участок и т.д. Таким образом можно переносить названия хроматографических колонок, проб, записи в паспорте хроматограммы и др.



© 2003-2006 НПФ "Мета-Хром"